(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle
Bureau international

(43) Date de la publication internationale
22 mars 2001 (22.03.2001)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 01/19202 A1

(51) Classification internationale des brevets[7]: A23C 9/154, 9/137

(21) Numéro de la demande internationale:
PCT/FR00/02517

(22) Date de dépôt international:
12 septembre 2000 (12.09.2000)

(25) Langue de dépôt: français

(26) Langue de publication: français

(30) Données relatives à la priorité:
99/11430 13 septembre 1999 (13.09.1999) FR

(71) Déposant *(pour tous les États désignés sauf US)*: **SKW NATURE PRODUCTS HOLDING FRANCE S.A.S.** [FR/FR]; 4, place des Ailes, F-92100 Boulogne-Billancourt (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants *(pour US seulement)*: **GELIN, Jean-Luc** [FR/FR]; La Bessinière, F-50420 Le Mesnil Raoult (FR). **DESPRAIRIES, Marc** [FR/FR]; 9, rue Beauregard, F-50500 Carentan (FR).

(74) Mandataire: **JACOBSON, Claude**; Cabinet Lavoix, 2, place d'Estienne d'Orves, F-75441 Paris Cedex 09 (FR).

(81) États désignés *(national)*: AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(84) États désignés *(régional)*: brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée:
— *Avec rapport de recherche internationale.*
— *Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues.*

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(54) Title: USE OF A STABILISING COMPOSITION FOR MAKING A COCOA-FLAVOURED PROTEINIC ACID BEVERAGE

(54) Titre: UTILISATION D'UNE COMPOSITION STABILISANTE POUR LA FABRICATION D'UNE BOISSON PROTEIQUE ACIDE CACAOTEE

(57) Abstract: The invention concerns the use of the combination of a pectin with an ionic emulsifier for stabilising a proteinic acid beverage, in particular an acid milk beverage, said beverage containing insoluble cocoa particles. The invention also concerns a method for preparing such a stabilised cocoa-flavoured proteinic acid drink.

(57) Abrégé: L'invention a pour objet l'utilisation de l'association d'une pectine et d'un émulsifiant ionique pour stabiliser une boisson protéique acide, notamment une boisson laitière acide, ladite boisson contenant des particules insolubles de cacao. L'invention concerne également un procédé de préparation d'une telle boisson protéique acide cacaotée stabilisée.

WO 01/19202 A1

UTILISATION D'UNE COMPOSITION STABILISANTE POUR LA FABRICATION D'UNE BOISSON PROTÉIQUE ACIDE CACAOTÉE.

L'invention concerne l'utilisation d'une composition pour stabiliser une boisson protéique acide contenant des particules insolubles de cacao, un procédé de préparation de telles boissons stabilisées, ainsi que les boissons protéiques acides cacaotées obtenues par mise en œuvre de cette composition stabilisante.

Par "stabilité" au sens de la présente invention, on entend le maintien en suspension des éléments insolubles et la conservation de l'homogénéité de la suspension initialement formée, pendant la durée de vie du produit (c'est-à-dire environ un mois pour un produit non traité thermiquement et de 3 à 6 mois pour un produit traité thermiquement).

Le problème posé par la stabilisation d'une boisson acide contenant à la fois des protéines et des éléments insolubles est double. D'une part, les protéines ont tendance à s'agréger sous l'effet de l'acidité du milieu, ce qui conduit soit à une sédimentation desdites protéines, soit à la formation d'une structure gélifiée de texture épaisse qui confère à la suspension une viscosité trop importante pour qu'on puisse encore la qualifier de boisson. D'autre part, les éléments insolubles (particules de cacao, globules gras, pulpe de fruit, herbes aromatiques, fibres ou particules gélifiées) ont tendance à se séparer de la phase continue par sédimentation ou par crémage.

Pour résoudre le problème de l'agrégation des protéines, on trouve dans la littérature de nombreux exemples d'utilisation de pectines hautement méthylées (HM) à forte teneur en groupements méthoxyles, dans le cas des boissons laitières acides (BLA) obtenues soit par dilution d'un lait écrémé fermenté acide soit par ajout d'une phase acide à un lait écrémé. On peut notamment citer à ce titre les publications de Glahn et al. *(Casein-pectin interaction in sour milk beverages* - Food Ingredients Europe, Conference

Proceeding – Process Press Europe, Maarseen, The Netherlands - 1994) et de Parker et al. (*Effect of the addition of high methoxy pectin on the rheology and colloidal stability of acid milk drink* - Food Hydrocolloids : Structure, Properties and Functions, Edited by K. Nishinari and E. Doi - Plenum Press - New York - 1994)

Par ailleurs, de façon à maintenir en suspension les éléments insolubles, il a déjà été proposé, par exemple par Van den Boomgard et al. (*Physical stability of chocolate milk* – International Journal of Food Science and Thechnology, 22, pp 279-291, 1987), l'utilisation des carraghénanes, dans le cas de la stabilisation de particules de cacao contenues dans des boissons laitières cacaotées de pH neutre (pH compris entre 6 et 8). Ces carraghénanes sont également mis en œuvre dans la stabilisation d'autres boissons protéiques non acides contenant des éléments insolubles, notamment des boissons au lait de soja de pH neutre (pH compris entre 6 et 8).

Quoi qu'il en soit, on n'a jamais décrit jusqu'à présent de composition connue comme étant capable de stabiliser des particules de cacao contenues dans une boisson acide contenant des protéines.

La présente invention permet d'éviter de façon durable la séparation par sédimentation ou crémage d'éléments insolubles contenus dans une boisson protéique acide, sans augmenter de façon considérable la viscosité de ladite boisson.

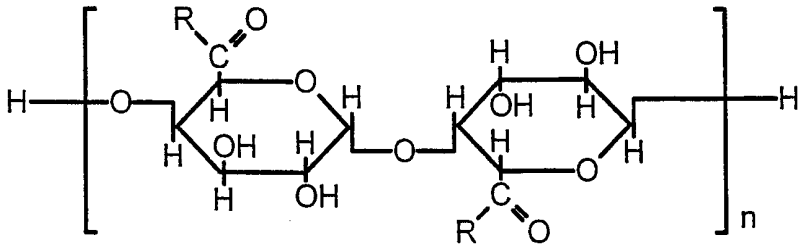
Plus précisément, l'invention concerne l'utilisation de l'association d'une pectine et d'un émulsifiant ionique pour stabiliser une boisson protéique acide, notamment une boisson laitière acide, ladite boisson contenant des particules insolubles de cacao.

Les boissons protéiques acides sont, au sens de la présente invention, toutes les boissons obtenues par dilution d'un lait fermenté d'origine animale ou végétale (tel que le lait de soja ou le lait de coco) ou de leurs mélanges, par ajout d'un acide alimentaire, d'un jus de fruit, d'un nectar de fruit

ou de tout autre produit acide alimentaire ou d'un de leurs mélanges, dans un lait d'origine animale ou végétale ou un de leurs mélanges, ou par dilution dans l'eau de protéines d'origines animales, végétales ou microbiennes ou d'acides aminés de synthèse ou de leurs mélanges. Les boissons protéiques acides au sens de la présente invention sont à distinguer des yaourts à boire et des crèmes ou des mousses laitières acides, qui sont trop visqueux pour être considérés comme des boissons, et des mousses laitières liquides buvables, qui ne sont pas acides. Ainsi, de façon préférentielle, les boissons stabilisées selon l'invention présentent par exemple généralement une viscosité mesurée à 20°C à l'aide d'un viscosimètre Brookfield équipé du mobile UL (cylindres coaxiaux) à 30 tours par minute comprise entre 2 et 100 mPa.s, et cette viscosité est avantageusement inférieure à 35 mPa.s. Compte tenu de la faible viscosité des boissons stabilisées selon l'invention, leur viscosité mesurée à 20 °C à l'aide d'autres appareillages, et notamment à l'aide d'un rhéomètre Carri-Med, est généralement du même ordre.

Les boissons protéiques acides contenant des particules de cacao stabilisés par l'invention ont généralement un extrait sec compris entre 2 et 35 %, de préférence de 2 à 25 % en masse par rapport au poids total de la boisson, un pH compris entre 3 et 6 et de préférence entre 3 et le pH isoélectrique des protéines de la boisson, qui est de 4,65 dans le cas d'une boisson laitière ; elles contiennent en outre typiquement entre 0,2 et 10%, de préférence entre 0,5 et 6 %, de protéines, et de préférence entre 0,1 et 6 % en masse de particules de cacao. Elles peuvent également contenir du sucre jusqu'à 20 %, des polyols, du sel jusqu'à 10 % et de l'alcool jusqu'à 10 % ; elles peuvent également contenir des bulles de gaz. En plus des particules de cacao, les boissons cacaotées stabilisées de l'invention peuvent également comprendre des globules gras insolubles, dont la stabilité est également assurée par l'association stabilisante mise en œuvre.

Les pectines entrant dans la composition stabilisante de la présente invention sont des macromolécules linéaires d'acide polygalacturonique partiellement méthylé schématisées par la formule suivante :



dans laquelle R = OH ou OCH_3.

Le degré d'estérification d'une pectine (noté DE) est variable et compris entre 25 et 50 % pour une pectine dite faiblement méthylée (LM) et supérieur à 50 % pour une pectine dite hautement méthylée (HM).

La pectine préférée dans le cadre de l'invention est une pectine HM, extraite à partir de citrus, ou de pomme, ou d'une autre origine, ou un mélange de ces pectines.

Les émulsifiants utilisés selon la présente invention sont typiquement les émulsifiants ioniques compatibles avec une utilisation dans l'industrie alimentaire et connus de l'homme du métier.

Un mode préféré de l'invention met en œuvre, en association avec les pectines, des émulsifiants particuliers : les lécithines.

Ces lécithines sont des émulsifiants ioniques amphotères constitués d'un mélange complexe de phospholipides, de triglycérides et de glycolipides contenant au moins 60 % de lipides polaires. La lécithine préférée dans le cadre de l'invention est une lécithine dite déshuilée, qui correspond à une lécithine sous sa forme dégraissée, c'est-à-dire dans laquelle les lipides polaires représentent au moins 90 % de la composition. De plus, de façon à optimiser la stabilisation, les lécithines déshuilées utilisées possèdent généralement une HLB (Hydrophilic/Lipophilic Balance) comprise entre 5 et 13, et de préférence entre 7 et 11.

En association avec un émulsifiant ionique de type lécithine, la pectine entrant dans la composition stabilisante de l'invention permet plus qu'une stabilisation des protéines présentes dans la suspension selon l'effet connu d'inhibition de leur agrégation en milieu acide. En effet, il a été observé

que le système stabilisant pectine-émulsifiant ionique obtenu conduit, par un effet de synergie, à la formation d'un réseau tridimensionnel intégrant à la fois les protéines et les particules insolubles de cacao. Lorsque des globules gras ou d'autres particules insolubles sont présents, ils sont également intégrés à ce réseau tridimensionnel. Il est à noter que le réseau formé est suffisamment résistant pour maintenir en suspension les particules insolubles et les protéines, sans pour autant accroître de façon trop importante la viscosité de la boisson obtenue.

De façon générale, l'effet synergique est particulièrement prononcé pour une quantité de pectine comprise entre 0,1 % et 1 % en poids par rapport au poids total de la boisson, de préférence entre 0,2 et 0,6 % en poids. Par ailleurs, la quantité de pectine mise en œuvre doit spécifiquement être suffisamment faible pour que la composition obtenue présente effectivement la viscosité d'une boisson. A cet effet, on préfère, dans le cas général, que la quantité de pectine utilisée reste inférieure à 1 % en poids.

La dose de l'émulsifiant ionique à utiliser est quant à elle à adapter en fonction de la nature et de la quantité des éléments insolubles à stabiliser. Ainsi, si les éléments insolubles à stabiliser sont uniquement des particules de cacao, la dose de l'émulsifiant ionique à utiliser est comprise entre 2 et 50 %, de préférence entre 2 et 30 % en poids, par rapport au poids total du cacao. Cette quantité est néanmoins susceptible d'être plus importante dans le cas de la présence supplémentaire de globules gras.

L'invention a en outre pour objet un procédé de préparation d'une boisson protéique acide, notamment une boisson laitière acide, ladite boisson comprenant des particules de cacao, caractérisée en ce qu'on réalise un prémélange du système stabilisant pectine-émulsifiant ionique avec éventuellement d'autres produits en poudre de la formule de la boisson (notamment du sucre, du sel ou de la poudre de lait), de façon à réaliser par dissolution aqueuse dudit prémélange une solution (a) que l'on ajoute à une solution acide (b) maintenue sous agitation et contenant les protéines et les particules insolubles de cacao.

La solution (a) peut être obtenue par une dispersion du prémélange dans une eau chauffée à plus de 60°C et constituée d'eau distillée, d'eau désionisée, d'eau de ville ou d'un de leurs mélanges. Cette dispersion est généralement suivie d'une agitation, typiquement pendant 10 minutes, puis d'une stérilisation ou d'une pasteurisation et d'un refroidissement de la solution obtenue.

Un dernier objet de la présente invention est de fournir une boisson protéique acide contenant des particules insolubles de cacao et stabilisée par l'association d'une pectine et d'un émulsifiant ionique tel que la lécithine.

Des exemples de telles boissons cacaotées, utilisant comme système stabilisant des associations stabilisantes selon l'invention, sont exposés ci-après. Ils ne sont donnés qu'à titre d'illustration de la présente invention et ne sauraient en aucun cas en limiter la portée.

EXEMPLES

EXEMPLE 1 : Boisson laitière acide cacaotée obtenue à partir d'une phase laitière fermentée non grasse

Formule :

a1- Pectine HM[1]	: 0,3 %
a2- Lécithine[2]	: 0,3 %
a3- Saccharose	: 1,5 %
a4- Eau désionisée	: 12,9 %
b1- Yaourt à 0 % de matière grasse[3] homogénéisé à 15.10^6 Pa	: 65 %
b2- Saccharose	: 5,5 %
b3- Cacao D11MA[4]	: 1,5 %
Acide citrique (en solution aqueuse à 50%)	qsp pH 4.2

Eau de ville (30°TH) qsp 100 %

(1) Pectine commercialisée par SKW Biosystems sous le nom de UNIPECTINE AYD 29 : Pectine HM de citrus (DE compris entre 68 et 74 %).

(2) Lécithine commercialisée par Lucas Meyer sous le nom de EMULTOP : Lécithine déshuilée constituée à 95 % de lipides polaires caractérisée par une HLB de 9.

(3) Yaourt comprenant, pour 100 g : 4,5 g de protéines, 6,3 g de glucides et 0,1 g de lipides.

(4) Cacao commercialisé par ADM-Cocoa : cacao contenant 11% de lipides.

Préparation de la boisson

- <u>préparation de la solution (a)</u> :
  - Le mélange pectine/lécithine/saccharose (a3) a été dispersé dans l'eau désionisée à 70°C,
  - L'agitation et la température ont été maintenues durant 10 minutes,
  - Le mélange obtenu a été pasteurisé à 85°C durant 10 minutes
  - La solution a été refroidie à 20°C.

- <u>préparation de la solution (b) :</u>
  - Le yaourt, le cacao et le saccharose (b2) ont été versés dans l'eau de ville et mélangés sous agitation.

- La solution (a) a été ajoutée, sous agitation, à la solution (b),
- On a standardisé à pH 4,2 avec de l'acide citrique en solution aqueuse à 50%,
- La boisson a été homogénéisée à 15.10^6 Pa,
- On a, pour finir, procédé à une étape de conditionnement.

Caractéristiques de la boisson obtenue :

- extrait sec total : 17 %
- extrait sec dégraissé laitier : 8 %

- teneur en protéines : 2,9 %
- particules insolubles : cacao 1,5 %
- pH = 4,2
- Viscosité = 20 mPa.s (mesurée avec le viscosimètre Brookfield équipé du mobile UL à 30 tours/minute à 20°C)
- La boisson est stable après 15 jours, alors qu'un témoin avec pectine mais sans lécithine présente une très nette décantation des particules de cacao après 24 heures. Un témoin avec lécithine mais sans pectine donne lieu quant à lui à une agrégation des protéines, qui décantent. Il présente également une très nette décantation des particules de cacao au bout de 24 heures.

EXEMPLE 2 : Boisson laitière acide cacaotée obtenue à partir d'un lait de soja acidifié par l'ajout d'une phase fruitée

Formule :

a1- Pectine HM[1]	: 0,4 %
a2- Lécithine[2]	: 0,3 %
a3- Saccharose	: 2 %
a4- Eau désionisée	: 13,5 %
b1- Boisson à base de soja Tonyu[3]	: 30 %
b2- Concentré d'orange[4]	: 5,4 %
b3- Saccharose	: 5 %
b4- Cacao D11MA [5]	: 1,5 %
Acide citrique (en solution aqueuse à 50%)	qsp pH 4.2
Eau de ville (30°TH)	qsp 100 %

(1) Pectine commercialisée par SKW Biosystems sous le nom de UNIPECTINE AYD 29 : Pectine HM de citrus (DE compris entre 68 et 74 %).

(2) Lécithine commercialisée par Lucas Meyer sous le nom de EMULTOP : Lécithine déshuilée constituée à 95 % de lipides polaires caractérisée par une HLB de 9.

(3) Lait de soja comprenant, pour 100 ml : 3,8 g de protéines, 1,3 g de glucides et 2 g de lipides.

(4) Concentré d'orange à 62° d'extrait sec.

(5) Cacao commercialisé par ADM-Cocoa : cacao contenant 11% de lipides.

Préparation de la boisson

- préparation de la solution (a) :
  - Le mélange pectine/lécithine/saccharose (a3) a été dispersé, sous agitation, dans l'eau desionisée à 70°C,
  - L'agitation et la température ont été maintenues durant 10 minutes,
  - Le mélange obtenu a été pasteurisé à 85°C durant 10 minutes
  - La solution a été refroidie à 20°C.

- préparation de la solution (b) :
  - le lait de soja, le concentré d'orange, le saccharose (b3) et le cacao ont été versés dans l'eau de ville et mélangés sous agitation.

- La solution (a) a été ajoutée, sous agitation, à la solution (b),
- On a standardisé à pH 4,2 avec de l'acide citrique en solution aqueuse à 50%,
- La boisson a été homogénéisée à 15.10^6 Pa,
- On a, pour finir, procédé à une étape de conditionnement.

Caractéristiques de la boisson finale :

- extrait sec total : 14,7 %
- teneur en protéines : 1 %
- particules insolubles : cacao 1,5 %
- teneur en lipides : 0,8 % (dont : - lait de soja : 0,6%
  - cacao : 0,15%)

- pH = 4,2
- Viscosité = 17 mPa.s (mesurée avec le viscosimètre Brookfield équipé du mobile UL à 30 tours/minute à 20°C)
- La boisson est stable après 15 jours alors qu'un témoin avec pectine mais sans lécithine présente une très nette décantation des particules de cacao après 24 heures. Un témoin avec lécithine mais sans pectine donne lieu quant à lui à une agrégation des protéines, qui décantent. Il présente également une très nette décantation des particules de cacao au bout de 24 heures.

EXEMPLE 3 : Boisson laitière acide cacaotée obtenue à partir d'une phase laitière fermentée non grasse (lait de vache fermenté par des bactéries lactiques) de longue conservation

Formule :

a1- Pectine HM(1)	: 0,4 %
a2- Lécithine(2)	: 0,2 %
a3- Saccharose	: 2 %
a4- Eau de ville (30°TH)	: 17,4 %
b1- Yaourt à 0 % de matière grasse(3) homogénéisé à 15.10^6 Pa	: 65 %
b2- Saccharose	: 5 %
b3- Cacao D11MA(4)	: 1,5 %
Acide citrique (en solution aqueuse à 50%)	qsp pH 4
Eau de ville (30°TH)	qsp 100 %

(1) Pectine commercialisée par SKW Biosystems sous le nom de UNIPECTINE AYD 29 : Pectine HM de citrus, (DE compris entre 68 et 74 %).

(2) Lécithine commercialisée par Lucas Meyer sous le nom de EMULTOP : Lécithine déshuilée constituée à 95 % de lipides polaires caractérisée par une HLB de 9.

(3) Yaourt comprenant, pour 100 g : 4,5 g de protéines, 6,3 g de glucides et 0,1 g de lipides.

(4) Cacao commercialisé par ADM-Cocoa : cacao contenant 11% de lipides.

Préparation de la boisson

- préparation de la solution (a) :
  - Le mélange pectine/lécithine/saccharose (a3) a été dispersé sous agitation dans l'eau de ville à 70°C,
  - L'agitation et la température ont été maintenues durant 10 minutes,
  - Le mélange obtenu a été pasteurisé à 85°C durant 10 minutes
  - La solution a été refroidie à 20°C.

- préparation de la solution (b) :
  - Le yaourt, le saccharose (b2) et le cacao ont été versés dans l'eau de ville et mélangés sous agitation.

- La solution (a) a été ajoutée, sous agitation, à la solution (b),
- On a standardisé à pH 4 avec de l'acide citrique en solution aqueuse à 50%,
- La boisson a été homogénéisée à 15.10^6 Pa,
- La boisson a été préchauffée sur plaques, à 65°C,
- La boisson a été ensuite thermisée sur plaques, à 95°C pendant 15 secondes,
- On a refroidi à 75°C et homogénéisé à 10.10^6 Pa,
- On a refroidi à 5°C et on a procédé, pour finir, à une étape de conditionnement.

Caractéristiques de la boisson finale :

- extrait sec total : 16,2 %
- extrait sec dégraissé laitier : 8 %
- teneur en protéines : 2,9 %
- particules insolubles : cacao 1,5 %
- pH = 4

- Viscosité = 22,7 mPa.s (mesurée avec le rhéomètre Carri-Med à 37 s^{-1} à 20°C)
- La boisson est stable après 15 jours, alors qu'un témoin avec pectine mais sans lécithine présente une très nette décantation des particules de cacao après 24 heures. Un témoin avec lécithine mais sans pectine donne lieu quant à lui à une agrégation des protéines, qui décantent. Il présente également une très nette décantation des particules de cacao au bout de 24 heures.

EXEMPLE 4 : Boisson laitière acide cacaotée obtenue à partir d'une phase laitière fermentée non grasse (lait de vache fermenté par des bactéries lactiques) de longue conservation

Formule :

a1- Pectine HM(1)	: 0,4 %
a2- Lécithine(2)	: 0,4 %
a3- Saccharose	: 2 %
a4- Eau de ville (30° TH)	: 17,2 %
b1- Yaourt à 0 % de matière grasse(3) homogénéisé à 15.10^6 Pa	: 33 %
b2- Saccharose	: 5 %
b3- Cacao D11MA(4)	: 1,5 %
Acide citrique (en solution aqueuse à 50%)	qsp pH 4
Eau de ville (30°TH)	qsp 100 %

(1) Pectine commercialisée par SKW Biosystems sous le nom de UNIPECTINE AYD 29 : Pectine HM de citrus (DE compris entre 68 et 74 %)

(2) Lécithine commercialisée par Lucas Meyer sous le nom de EMULTOP : Lécithine déshuilée constituée à 95 % de lipides polaires caractérisée par une HLB de 9

(3) Yaourt constitué, pour 100 g : de 4,5 g de protéines, 6,3 g de glucides et 0,1 g de lipides.

(4) Cacao commercialisé par ADM-Cocoa : cacao contenant 11% de lipides.

Préparation de la boisson

- <u>préparation de la solution (a)</u> :
  - Le mélange pectine/lécithine/saccharose (a3) a été dispersé sous agitation dans l'eau de ville à 70°C,
  - L'agitation et la température ont été maintenues pendant 10 minutes,
  - Le mélange obtenu a été pasteurisé à 85°C durant 10 minutes
  - La solution a été refroidie à 20°C.

- <u>préparation de la solution (b)</u> :
  - Le yaourt, le saccharose (b2) et le cacao ont été versés dans l'eau de ville et mélangés sous agitation.

- La solution (a) a été ajoutée, sous agitation, à la solution (b),
- On a standardisé à pH 4 avec de l'acide citrique en solution aqueuse à 50%,
- La boisson a été homogénéisée à 15.10^6 Pa,
- La boisson a été préchauffée sur plaques, à 65°C
- La boisson a ensuite été thermisée sur plaques, à 95 °C pendant 15 secondes,
- La boisson a été refroidie à 75°C et homogénéisée à 10.10^6 Pa
- On a refroidi à 5°C et on a, pour finir, procédé à une étape de conditionnement.

Caractéristiques de la boisson obtenue :

- extrait sec total : 13,3 %
- extrait sec dégraissé laitier : 4 %
- teneur en protéines : 1,5 %
- particules insolubles : cacao 1,5 %
- pH = 4

- Viscosité = 15,9 mPa.s (mesurée avec le rhéomètre Carri-Med à 37 s^{-1} à 20°C)
- La boisson est stable après 15 jours, alors qu'un témoin avec pectine mais sans lécithine présente une décantation très nette des particules de cacao après 24 heures. Un témoin avec lécithine mais sans pectine donne lieu quant à lui à une agrégation des protéines, qui décantent. Il présente également une très nette décantation des particules de cacao au bout de 24 heures.

EXEMPLE 5 : Boisson laitière acide cacaotée non thermisée obtenue à partir d'un lait de vache entier acidifié par ajout d'acide citrique

Formule :

a1- Pectine HM(1)	: 0,4 %
a2- Lécithine(2)	: 0,1 %
a3- Saccharose	: 2 %
a4- Eau désionisée	: 17,5 %
b1- Lait entier(3)	: 20%
b2- Cacao D21A(4)	: 1,5 %
b3) Saccharose	: 5 %
Acide citrique (en solution aqueuse à 50%)	qsp pH 4,2
Eau de ville (30°TH)	qsp 100 %

(1) Pectine commercialisée par SKW Biosystems sous le nom de UNIPECTINE AYD 250 : Pectine HM de citrus (DE compris entre 68 et 74 %).

(2) Lécithine commercialisée par Lucas Meyer sous le nom de EMULTOP : Lécithine déshuilée constituée à 95 % de lipides polaires caractérisée par une HLB de 9.

(3) Lait entier comprenant, pour 100 ml : 3,4 g de protéines, 4,9 g de glucides et 3,5 g de lipides.

(4) Cacao commercialisé par ADM-Cocoa : cacao contenant 21% de lipides.

Préparation de la boisson

- préparation de la solution (a) :
  - Le mélange pectine/lécithine/saccharose (a3) a été dispersé sous agitation dans l'eau désionisée à 70°C,
  - L'agitation et la température ont été maintenues pendant 10 minutes,
  - Le mélange obtenu a été pasteurisé à 85°C durant 10 minutes
  - La solution a été refroidie à 20°C.

- préparation de la solution (b) :
  - Le lait entier, le saccharose (b3) et le cacao ont été versés dans l'eau de ville et mélangés sous agitation.

- La solution (a) a été ajoutée, sous agitation, à la solution (b),
- On a standardisé à pH 4,2 avec de l'acide citrique en solution aqueuse à 50%,
- La boisson a été homogénéisée à 15.10^6 Pa,
- On a, pour finir, procédé à une étape de conditionnement.

Caractéristiques de la boisson finale :

- extrait sec total : 11,5 %
- teneur en protéines : 0,70 %
- teneur en lipides : 1,00 % (dont : - lait entier : 0,7%
  - cacao : 0,3%)
- pH = 4,20
- Viscosité = 15 mPa.s (mesurée avec le viscosimètre Brookfield équipé du mobile UL à 30 tours/minute à 20° C)
- La boisson est stable après 24 heures (pas de crémage et pas de sédimentation du cacao) alors qu'une boisson avec pectine mais sans lécithine présente une décantation très nette du cacao après 24 heures, et

une boisson sans pectine mais avec lécithine présente une sédimentation très nette du cacao et des protéines après 24 heures.

EXEMPLE 6 : Boisson laitière acide cacaotée thermisée obtenue à partir d'un lait de vache entier acidifié par ajout d'acide citrique

Formule :

a1- Pectine HM(1)	: 0,4 %
a2- Lécithine(2)	: 0,1 %
a3- Saccharose	: 2 %
a4- Eau désionisée	: 17,5 %
b1- Lait entier(3)	: 20%
b2- Cacao D21A(4)	: 1,5 %
b3- Saccharose	: 5 %
Acide citrique (en solution aqueuse à 50%)	qsp pH 4,2
Eau de ville (30°TH)	qsp 100 %

(1) Pectine commercialisée par SKW Biosystems sous le nom de UNIPECTINE AYD 250 : Pectine HM de citrus (DE compris entre 68 et 74 %).

(2) Lécithine commercialisée par Lucas Meyer sous le nom de EMULTOP : Lécithine déshuilée constituée à 95 % de lipides polaires caractérisée par une HLB de 9.

(3) Lait entier contenant, pour 100 ml : 3,4 g de protéines, 4,9 g de glucides, et 3,5 g de lipides.

(4) Cacao commercialisé par ADM-Cocoa : cacao contenant 21% de lipides.

Préparation de la boisson

- <u>préparation de la solution (a)</u> :
  - Le mélange pectine/lécithine/saccharose (a3) a été dispersé sous agitation dans l'eau de ville à 70°C,
  - L'agitation et la température ont été maintenues pendant 10 minutes,

- Le mélange obtenu a été pasteurisé à 85°C durant 10 minutes
- La solution a été refroidie à 20°C.

- <u>préparation de la solution (b)</u> :
  - Le lait entier, le saccharose et le cacao (b3) ont été versés dans l'eau de ville et mélangés sous agitation.

- La solution (a) a été ajoutée, sous agitation, à la solution (b),
- On a standardisé à pH 4,2 avec de l'acide citrique en solution aqueuse à 50%,
- La boisson a été homogénéisée à 15.10^6 Pa,
- La boisson a été préchauffée sur plaques, à 65° C,
- La boisson a été ensuite thermisée sur plaques, à 95° C, pendant 15 secondes,
- On a refroidi à 75° C et homogénéisé à 10.10^6 Pa,
- On a refroidi à 5° C et on a procédé pour finir à une étape de conditionnement.

Caractéristiques de la boisson finale :

- extrait sec total : 11,5 %
- teneur en protéines : 0,70 %
- teneur en lipides : 1,00 % (dont : - lait entier : 0,7%
  - cacao : 0,3 %)
- pH = 4,20
- Viscosité = 16 mPa.s (mesurée avec le viscosimètre Brookfield équipé du mobile UL à 30 tours/minute à 20° C)
- La boisson est stable après 24 heures (pas de crémage et pas de sédimentation du cacao) alors qu'une boisson avec pectine mais sans lécithine présente une décantation très nette du cacao après 24 heures, et une boisson sans pectine mais avec lécithine présente une sédimentation très nette du cacao et des protéines après 24 heures.

EXEMPLE 7 : Boisson laitière acide cacaotée thermisée obtenue à partir d'un mélange de lait enrichi en matières grasses et acidifiée par ajout d'acide citrique

Formule :

a1- Pectine HM(1)	: 0,4 %
a2- Lécithine(2)	: 0,1 %
a3- Saccharose	: 2 %
a4- Eau désionisée	: 17,5 %
b1- Lait enrichi en matières grasses(3)	: 20%
b2- Cacao D21MA(4)	: 1,5 %
b3- Saccharose	: 5 %
Acide citrique (en solution aqueuse à 50%)	qsp pH 4,2
Eau de ville (30°TH)	qsp 100 %

(1) Pectine commercialisée par SKW Biosystems sous le nom de UNIPECTINE AYD 250 : Pectine HM de citrus (DE compris entre 68 et 74 %).

(2) Lécithine commercialisée par Lucas Meyer sous le nom de EMULTOP : Lécithine déshuilée constituée à 95 % de lipides polaires caractérisée par une HLB de 9.

(3) Lait enrichi en matières grasses contenant pour 100 ml : 3,4 g de protéines, 4,9 g de glucides et 10 g de lipides.

(4) Cacao commercialisé par ADM-Cocoa : cacao contenant 21% de lipides.

Préparation de la boisson

- <u>préparation de la solution (a)</u> :
  - Le mélange pectine/lécithine/saccharose (a3) a été dispersé sous agitation dans l'eau de ville à 70°C,
  - L'agitation et la température ont été maintenues pendant 10 minutes,

- Le mélange obtenu a été pasteurisé à 85°C durant 10 minutes
- La solution a été refroidie à 20°C.

- préparation de la solution (b) :
  - Le lait enrichi en matières grasses, le saccharose (b3) et le cacao ont été versés dans l'eau de ville et mélangés sous agitation.

- La solution (a) a été ajoutée, sous agitation, à la solution (b),
- On a standardisé à pH 4,2 avec de l'acide citrique en solution aqueuse à 50%,
- La boisson a été homogénéisée à 15.10^6 Pa,
- La boisson a été préchauffée sur plaques, à 65° C,
- La boisson a été ensuite thermisée sur plaques, à 95° C, pendant 15 secondes,
- On a refroidi à 75°C et homogénéisé à 10.10^6 Pa,
- On a redroidi à 5° C et on a procédé, pour finir, à une étape de conditionnement.

Caractéristiques de la boisson finale :

- extrait sec total : 12,8 %
- teneur en protéines : 0,70 %
- teneur en lipides : 2,30 % (dont : - lait enrichi : 2%
  - cacao : 0,3%)
- pH = 4,20
- Viscosité = 18 mPa.s (mesurée avec le viscosimètre Brookfield équipé du mobile UL à 30 tours/minute à 20° C)
- La boisson est stable après 24 heures (pas de crémage et pas de sédimentation du cacao) alors qu'une boisson avec pectine mais sans lécithine présente une décantation très nette du cacao après 24 heures, et

une boisson sans pectine mais avec lécithine présente une sédimentation très nette du cacao et des protéines après 24 heures.

REVENDICATIONS

1. Utilisation de l'association d'une pectine et d'un émulsifiant ionique pour stabiliser une boisson protéique acide contenant des particules insolubles de cacao.

2. Utilisation selon la revendication 1, caractérisée en ce que la pectine est une pectine hautement méthylée.

3. Utilisation selon la revendication 1 ou la revendication 2, caractérisée en ce que l'émulsifiant ionique est une lécithine.

4. Utilisation selon la revendication 3, caractérisée en ce que la lécithine utilisée est une lécithine déshuilée dont la HLB est comprise entre 5 et 13.

5. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que la dose de pectine est comprise entre 0,1 et 1 % en poids, par rapport au poids total de la boisson.

6. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que la dose d'émulsifiant ionique est comprise entre 2 et 50 % en poids, par rapport au poids total des particules de cacao.

7. Procédé de préparation d'une boisson protéique acide, notamment une boisson laitière acide, ladite boisson comprenant des particules de cacao, comportant les étapes consistant à :

(1) réaliser une solution (a) contenant de la pectine et un émulsifiant ionique ;

(2) réaliser une solution (b) acide contenant les protéines et les particules insolubles de cacao de ladite boisson ; et

(3) mélanger les solutions (a) et (b).

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que la pectine est une pectine hautement méthylée.

9. Procédé selon la revendication 7 ou la revendication 8, caractérisé en ce que l'émulsifiant ionique est une lécithine déshuilée de HLB comprise entre 5 et 13.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 9, caractérisé en ce que la dose de pectine est comprise entre 0,1 et 1 % en poids, par rapport au poids total de la boisson.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 10, caractérisé en ce que la dose d'émulsifiant ionique est comprise entre 2 et 50 % en poids, par rapport au poids total des particules de cacao.

12. Boisson protéique acide contenant des particules insolubles de cacao, stabilisée par l'utilisation en association d'une pectine et d'un émulsifiant ionique.

13. Boisson selon la revendication précédente, caractérisée en ce qu'il s'agit d'une boisson laitière acide.

14. Boisson selon la revendication 12 ou la revendication 13, caractérisée en ce que la pectine utilisée en association avec l'émulsifiant ionique est une pectine hautement méthylée.

15. Boisson selon l'une quelconque des revendications 12 à 14, caractérisée en ce que l'émulsifiant ionique utilisé en association avec la pectine est une lécithine déshuilée de HLB comprise entre 5 et 13.

16. Boisson selon l'une quelconque des revendications 12 à 15, caractérisée en ce que la dose d'émulsifiant ionique utilisée est comprise entre 2 et 50 % en poids, par rapport au poids total des particules de cacao.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern nal Application No
PCT/FR 00/02517

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 A23C9/154 A23C9/137

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 A23C A23L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
WPI Data, PAJ, EPO-Internal, FSTA

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 198427 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D13, AN 1984-168181 XP002139452 & JP 59 091845 A (NAKAYAMA S), 26 May 1984 (1984-05-26) abstract ---	1,3,12, 13
A	US 1 993 932 A (G. JOSEPH) 12 March 1935 (1935-03-12) the whole document ---	1
A	EP 0 351 128 A (YAKULT HONSHA KK) 17 January 1990 (1990-01-17) claim 1; example 1 ---	1,12
	-/--	

[X] Further documents are listed in the continuation of box C.

[X] Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
19 December 2000	08/01/2001

Name and mailing address of the ISA	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Desmedt, G

2

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern. ial Application No
PCT/FR 00/02517

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication,where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 238 330 A (BRITISH FOOD MANUFACTURING IND) 23 September 1987 (1987-09-23) examples 1-3	1
A	US 5 543 169 A (L. COLAROW) 6 August 1996 (1996-08-06) column 3, line 12 - line 18; claims 1,9,10; examples 4-6	1
A	US 5 260 085 A (J. WISLER) 9 November 1993 (1993-11-09) claims 1,11; example 2	1
A	GB 430 154 A (K. ERSLEV) page 2, line 30 - line 33; example 3	1,3
A	US 5 328 710 A (M. MALONE) 12 July 1994 (1994-07-12) column 6, line 44 -column 7, line 32	1,3

2

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Intern ıal Application No
PCT/FR 00/02517

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 59091845 A	26-05-1984	NONE	
US 1993932 A	12-03-1935	NONE	
EP 0351128 A	17-01-1990	JP 2016933 A	19-01-1990
		JP 2524813 B	14-08-1996
		CA 1332534 A	18-10-1994
		DE 68909527 D	04-11-1993
		DE 68909527 T	20-01-1994
		US 4981701 A	01-01-1991
EP 0238330 A	23-09-1987	NONE	
US 5543169 A	06-08-1996	EP 0628256 A	14-12-1994
		AT 156666 T	15-08-1997
		AU 679507 B	03-07-1997
		AU 6324994 A	15-12-1994
		BR 9402365 A	17-01-1995
		CA 2125330 A	12-12-1994
		CN 1099569 A,B	08-03-1995
		DE 69313102 D	18-09-1997
		DE 69313102 T	11-12-1997
		DK 628256 T	09-03-1998
		ES 2106920 T	16-11-1997
		GR 3025041 T	30-01-1998
		JP 7147906 A	13-06-1995
		NO 942008 A	12-12-1994
		NZ 260573 A	27-02-1996
US 5260085 A	09-11-1993	US 5202145 A	13-04-1993
		AT 124843 T	15-07-1995
		AU 643139 B	04-11-1993
		AU 1714692 A	10-12-1992
		CA 2069360 A	06-12-1992
		CN 1068936 A,B	17-02-1993
		DE 69203394 D	17-08-1995
		DE 69203394 T	04-01-1996
		DK 517424 T	27-11-1995
		EP 0517424 A	09-12-1992
		ES 2075623 T	01-10-1995
		FI 922289 A	06-12-1992
		GR 3017199 T	30-11-1995
		HK 152296 A	16-08-1996
		IE 69120 B	07-08-1996
		JP 5176677 A	20-07-1993
		MX 9202672 A	01-12-1992
		NO 922216 A	07-12-1992
		NZ 242907 A	26-08-1993
GB 430154 A		NONE	
US 5328710 A	12-07-1994	US 5256436 A	26-10-1993

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demai nternationale No
PCT/FR 00/02517

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 A23C9/154 A23C9/137

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 A23C A23L

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
WPI Data, PAJ, EPO-Internal, FSTA

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 198427 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D13, AN 1984-168181 XP002139452 & JP 59 091845 A (NAKAYAMA S), 26 mai 1984 (1984-05-26) abrégé ---	1,3,12, 13
A	US 1 993 932 A (G. JOSEPH) 12 mars 1935 (1935-03-12) le document en entier ---	1
A	EP 0 351 128 A (YAKULT HONSHA KK) 17 janvier 1990 (1990-01-17) revendication 1; exemple 1 --- -/--	1,12

[X] Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

[X] Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
19 décembre 2000	08/01/2001

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Desmedt, G

2

Formulaire PCT/ISA/210 (deuxième feuille) (juillet 1992)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No
PCT/FR 00/02517

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec,le cas échéant, l'indicationdes passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 238 330 A (BRITISH FOOD MANUFACTURING IND) 23 septembre 1987 (1987-09-23) exemples 1-3	1
A	US 5 543 169 A (L. COLAROW) 6 août 1996 (1996-08-06) colonne 3, ligne 12 - ligne 18; revendications 1,9,10; exemples 4-6	1
A	US 5 260 085 A (J. WISLER) 9 novembre 1993 (1993-11-09) revendications 1,11; exemple 2	1
A	GB 430 154 A (K. ERSLEV) page 2, ligne 30 - ligne 33; exemple 3	1,3
A	US 5 328 710 A (M. MALONE) 12 juillet 1994 (1994-07-12) colonne 6, ligne 44 -colonne 7, ligne 32	1,3

2

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No
PCT/FR 00/02517

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 59091845 A	26-05-1984	AUCUN	
US 1993932 A	12-03-1935	AUCUN	
EP 0351128 A	17-01-1990	JP 2016933 A	19-01-1990
		JP 2524813 B	14-08-1996
		CA 1332534 A	18-10-1994
		DE 68909527 D	04-11-1993
		DE 68909527 T	20-01-1994
		US 4981701 A	01-01-1991
EP 0238330 A	23-09-1987	AUCUN	
US 5543169 A	06-08-1996	EP 0628256 A	14-12-1994
		AT 156666 T	15-08-1997
		AU 679507 B	03-07-1997
		AU 6324994 A	15-12-1994
		BR 9402365 A	17-01-1995
		CA 2125330 A	12-12-1994
		CN 1099569 A,B	08-03-1995
		DE 69313102 D	18-09-1997
		DE 69313102 T	11-12-1997
		DK 628256 T	09-03-1998
		ES 2106920 T	16-11-1997
		GR 3025041 T	30-01-1998
		JP 7147906 A	13-06-1995
		NO 942008 A	12-12-1994
		NZ 260573 A	27-02-1996
US 5260085 A	09-11-1993	US 5202145 A	13-04-1993
		AT 124843 T	15-07-1995
		AU 643139 B	04-11-1993
		AU 1714692 A	10-12-1992
		CA 2069360 A	06-12-1992
		CN 1068936 A,B	17-02-1993
		DE 69203394 D	17-08-1995
		DE 69203394 T	04-01-1996
		DK 517424 T	27-11-1995
		EP 0517424 A	09-12-1992
		ES 2075623 T	01-10-1995
		FI 922289 A	06-12-1992
		GR 3017199 T	30-11-1995
		HK 152296 A	16-08-1996
		IE 69120 B	07-08-1996
		JP 5176677 A	20-07-1993
		MX 9202672 A	01-12-1992
		NO 922216 A	07-12-1992
		NZ 242907 A	26-08-1993
GB 430154 A		AUCUN	
US 5328710 A	12-07-1994	US 5256436 A	26-10-1993