RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 474 053**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21) **N° 81 01145**

(54) **Récupération d'inuline et de fructose.**

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). **C 13 K 11/00; C 12 P 19/00.**

(22) Date de dépôt..... 22 janvier 1981.
(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Pays-Bas, 22 janvier 1980, n° 80 00380.*

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 30 du 24-7-1981.

(71) Déposant : STAMICARBON BV, résidant aux Pays-Bas.

(72) Invention de : Pieter Laurens Kerkhoffs et Lambertus Albertus Christiaan Schiepers.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Regimbeau, Corre, Martin et Schrimpf,
26, av. Kléber, 75116 Paris.

La présente invention concerne un procédé pour la récupération d'inuline et de fructose à partir de matières végétales contenant de l'inuline.

Il est connu que l'inuline, un polymère naturel du fructose, est présente dans diverses plantes. Le fructose est un sucre qui a un pouvoir sucrant par unité de poids supérieur à celui du saccharose et peut être utilisé comme édulcorant dans des aliments et des produits du même genre et dans des préparations pharmaceutiques, notamment. Il a été proposé antérieurement de produire du fructose en extrayant l'inuline de matières végétales riches en inuline et en hydrolysant ensuite l'inuline en fructose. Des matières premières utilisables à cet effet sont les tubercules et les racines de topinambour (Helianthus tuberosus), de costus (Saussurea lappa) et de dahlia.

L'utilisation de ces matières premières présente l'inconvénient que ces plantes ne sont pas encore cultivées à une échelle industrielle. Il faudra donc développer des variétés appropriées, amener les cultivateurs à cultiver des plantes qui sont nouvelles pour eux et résoudre de nombreux problèmes dans les domaines de la fertilisation et de la lutte contre les mauvaises herbes, les insectes et les maladies des plantes.

Le but de l'invention est de trouver un procédé pour la récupération d'inuline et de fructose dans lequel on évite ces inconvénients.

Selon l'invention, on peut obtenir du fructose en récupérant l'inuline à partir d'une matière végétale contenant de l'inuline et en hydrolysant l'inuline en fructose dans un environnement aqueux et en isolant ensuite le fructose, le procédé étant caractérise en ce qu'on utilise comme matière végétale des racines forcées de chicorée (Cichorium intybus L. var. foliosum).

Ce procédé présente divers avantages. La chicorée est cultivée à grande échelle comme légume, de sorte qu'il n'y a aucun des inconvénients associés à l'introduction d'une nouvelle culture. Les racines forcées constituent des déchets créés dans la récolte de la chicorée, de sorte que le prix peut être bas. La chicorée est récoltée durant 7 ou 8 mois de l'année, de sorte que de la matière première fraîche pour une usine est disponible pendant une longue période. Cela contraste avec la plupart des autres produits des champs, comme par exemple la betterave à sucre, qui est récoltée en 2 à 3 mois.

La chicorée (Cichorium intybus L. var. foliosum) est cultivée de la manière suivante. On effectue les semailles au printemps et la première année les plantes sont récoltées à l'automne. On coupe les feuilles et on s'en débarrasse et les racines sont forcées pour une deuxième période de croissance, éventuellement après stockage intermédiaire. A cet effet, les racines peuvent être plantées à l'extérieur et couvertes d'une couche de terre. En variante, les racines, éventuellement couvertes de terre, peuvent être placées dans des récipients se trouvant dans un hangar sombre. Les racines produisent alors une couronne blanche de feuilles que l'on mange comme légume. On recueille la plante à la récolte, on coupe la couronne que l'on vend comme légume, tandis que la racine restante est considérée comme un déchet. Les racines sont détruites ou utilisées comme fourrage. Dans le présent contexte, l'expression "racine forcée de chicorée" doit être comprise comme désignant toute racine restant après la seconde période de croissance et après récolte de la partie de la plante utilisée comme légume.

Pour le procédé selon l'invention, les racines sont recueillies et traitées directement ou conservées pendant un certain temps. Les racines sont lavées et hachées ou pulvérisées au moyen d'un équipement connu, par exemple, dans les industries de traitement de la betterave à sucre et de la pomme de terre. L'inuline pourrait être isolée par évaporation ou cristallisation ou par séchage par pulvérisation. Dans la plupart des cas, toutefois, l'inuline sera soumise à une hydrolyse sous la forme d'une solution aqueuse. Cette hydrolyse peut être effectuée par une voie chimique sous l'influence d'un acide organique ou inorganique approprié, par exemple de l'acide phosphorique, de l'acide sulfurique, de l'acide chlorhydrique ou de l'acide oxalique. On peut se reporter à ce sujet à la documentation technique publiée, par exemple Biotechnology and Bioengineering Vol. XX, pages 447-450 (1978). Toutefois, l'hydrolyse peut aussi être effectuée dans un environnement neutre à faiblement acide en contact avec une préparation d'enzyme ayant une activité d'inulinase. De telles préparations d'enzymes sont connues et peuvent être obtenues à partir de cultures de Saccharomyces fragilis et Fusarium roseum, par exemple. Une autre possibilité est de combiner l'extraction et l'hydrolyse enzymatique en mettant la matière végétale hachée en contact avec une solution aqueuse d'une préparation d'enzyme ayant une activité d'inulinase.

Le fructose peut être recueilli à partir de la solution aqueuse de fructose obtenue par hydrolyse chimique et enzymatique par une méthode connue, par exemple par évaporation et/ou cristallisation. La méthode enzymatique semble avoir l'avantage que le fructose ainsi formé cristallise mieux. Le fructose peut aussi être vendu sous la forme d'une solution aqueuse concentrée.

L'invention est illustrée par l'exemple non-limitatif suivant.

Exemple

On cultive de la chicorée de la manière usuelle et on la récolte après la seconde période, souterraine, de croissance. On coupe les feuilles et on recueille les racines restantes, on les lave et on les dépouille de la saleté. On coupe 100 grammes de racines en morceaux mesurant environ 4 x 0,2 x 0,2 cm. La matière hachée est soumise à une extraction par 150 grammes d'eau à 80°C pendant une heure. La matière solide est séparée par centrifugation, rincée une fois avec 10 g d'eau à 80°C et soumise à une expression. On se débarrase du résidu, 3,6 grammes. Les extrait combinés sont évaporés de manière à donner 150 cm^3 de solution d'inuline. On règle cette solution à un pH de 5,0 au moyen d'acide acétique et on la chauffe à 55°C. Après addition de 2,3 grammes de solution d'inulinase (activité 300 SE/gramme ; fournisseur : Novo Industri AS, Danemark), on maintient la solution à 55°C pendant 7 heures. On traite la solution avec 10 grammes de charbon activé et, après élimination du carbone par filtration, on fait arriver la solution d'abord sur un échangeur d'ions fortement basique (Asmit) et ensuite sur un échangeur d'ions faiblement acide (Lewatit CNP 80). La solution est ensuite évaporée à sec. Après addition de germes cristallins, la masse de cristaux formée est agitée avec 50 cm^3 d'éthanol à 5°C. Les cristaux sont ensuite séparés par filtration, lavés à l'éthanol froid et séchés. De cette manière, on obtient 9,3 grammes de fructose cristallin.

REVENDICATIONS

1 - Procédé pour la préparation de fructose en récupérant l'inuline à partir de matières végétales contenant de l'inuline et en hydrolysant l'inuline en fructose dans un environnement aqueux, caractérisé en ce que comme matière végétale on utilise des racines forcées de chicorée (Cichorium intylus L. var. foliosum).

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on hydrolyse l'inuline à l'aide d'une préparation d'enzyme appropriée ayant une activité d'inulinase.

3 - Le fructose obtenu par un procédé selon l'une des revendications précédentes.