

**Procédé de séparation d'une matière céréalière en fractions
respectivement enrichies en bêta-glucane, protéines, lipides et amidon**

Domaine de l'invention

La présente invention concerne des procédés de de séparation de matière céréalière, en particulier d'avoine ou d'orge, comprenant un déshuilage par extraction à l'aide d'alcool et un fractionnement en voie sèche. L'invention concerne également les produits (fractions) obtenus par de tels procédés.

Arrière-plan technique

Les bêta-glucanes sont des polysaccharides naturels présents dans divers organismes, notamment les plantes (comme l'avoine et l'orge), les champignons (comme le shiitake et le reishi), et certaines algues et bactéries. Ce sont des molécules composées de glucose liés entre eux par des liaisons β -glycosidiques.

Les bêta-glucanes sont connus pour leurs propriétés biologiques et fonctionnelles bénéfiques pour la santé. Ils sont souvent considérés comme des fibres alimentaires solubles et ont été étudiés pour leurs bénéfices immunomodulateurs, antioxydants, hypocholestérolémiantes et antitumoraux potentiels. Les bêta-glucanes sont dès lors utilisés comme ingrédients fonctionnels dans les compléments alimentaires, les aliments santé et les produits cosmétiques.

L'avoine et l'orge ainsi que les co-produits issus de ces céréales et provenant des malteries, brasseries et laiteries végétales sont connus pour contenir des taux élevés de bêta-glucane. Parmi les principales céréales (blé, seigle, avoine et orge), l'avoine et l'orge sont celles dont les grains contiennent les plus grandes quantités de bêta-glucanes. Les grains d'avoine et d'orge sont constitués de 4 composants principaux :

- Les glumelles ou barbes (appelées aussi pellicule dans le présent texte) : c'est l'écorce fibreuse qui entoure le grain entier. L'opération consistant à retirer cette partie est appelé « ébarbage » ou

« *dépelliculage* ». Le grain débarrassé de ces glumelles est appelé gruau.

- Le son : c'est l'enveloppe protectrice (couche extérieur) de la graine. Cette partie est très riche en fibre et beta-glucane
- L'amande : c'est le cœur de la graine sans son enveloppe protectrice. L'opération qui consiste à retirer l'enveloppe du grain s'appelle le décortilage. L'amande broyée est connue sous le nom de farine.
- L'endosperme : c'est la partie principale de l'amande. Il contient les carbohydrates sous forme d'amidon et les protéines.
- Le germe : c'est la partie la plus petite de l'amande. Il contient en majorité les matières grasses du grain.

Les bêta-glucanes de l'avoine se trouvent dans l'endosperme et son enveloppe. Il faut donc décortiquer et fractionner le grain entier pour produire du son commercial enrichi en bêta-glucanes. En ayant recours à la technologie et à certaines conditions de transformation, on peut obtenir un son d'avoine naturel à teneur élevée en fibres alimentaires (tel que jusqu'à 44 %) et en bêta-glucanes (jusqu'à 22 %). Dans l'orge nue, les bêta-glucanes sont répartis plus uniformément dans le grain; par conséquent, même les produits raffinés, comme la farine d'orge, contiennent des bêta-glucanes.

Les produits et coproduits provenant de l'utilisation de l'avoine et l'orge, notamment en malterie, brasserie, distillation, laiterie végétale et meunerie, sont également riches en bêta-glucanes

Les régimes alimentaires comprenant les fibres solubles de certains aliments et ayant une teneur faible en acides gras saturés et en cholestérol peuvent réduire le risque de coronaropathie. Des études récentes ont permis de déterminer que le bêta-glucane est le composant physiologiquement actif responsable de l'effet hypocholestérolémiant qui a été observé avec la consommation d'avoine. L'allégation de santé selon laquelle une consommation régulière de bêta-glucane permet de réduire le taux de cholestérol et les risques de coronaropathie est actuellement autorisée par la FDA (Food and Drug Administration) des États-Unis et par l'AESA (l'Autorité européenne de sécurité des aliments).

Les bêta-glucanes sont des polysaccharides linéaires, non ramifiés, et non amylacés, composé de molécules de glucose liées par des liaisons $\beta(1\rightarrow4)$ et $\beta(1\rightarrow3)$, et ainsi présentent des propriétés physiques de solubilité dans l'eau et de gélification. On pense que la capacité des bêta-glucanes à former des solutions hautement visqueuses à des concentrations relativement

faibles dans l'intestin humain représente un élément fondamental des bienfaits de ces substances pour la santé. L'effet hypocholestérolémiant des fibres solubles de bêta-glucanes serait attribuable à plusieurs mécanismes d'action : l'excrétion accrue d'acides biliaires et de cholestérol, la sécrétion réduite d'insuline (entraînant une réduction de la synthèse du cholestérol), la production d'acides gras à chaîne courte (qui pourraient inhiber la biosynthèse du cholestérol), une réduction des taux d'absorption des graisses ainsi qu'une inhibition de la lipase pancréatique ou une activité réduite de la lipase gastrique.

Il a aussi été montré que les bêta-glucanes des céréales réduisent la réponse glycémique, et ce qui pourrait aider à améliorer la régulation métabolique chez les diabétiques.

Les céréales, et en particulier l'orge et l'avoine (y compris les produits et coproduits issus de l'utilisation de ces 2 céréales), contiennent d'autres constituants ayant eux aussi des caractéristiques nutritionnelles et fonctionnelles intéressantes tel que des protéines, de l'amidon et de l'huile (lipides). Tous ces composés trouvent des applications aussi bien dans l'alimentaire que dans la pharmacie ou la cosmétique.

Par ailleurs, dans le Règlement d'exécution (UE) N°828/2014 de la commission du 30 juillet 2014, l'Union Européenne reconnaît que « *la plupart des personnes qui souffrent d'une intolérance au gluten peuvent inclure l'avoine dans leur régime alimentaire sans effets nocifs sur leur santé. La communauté scientifique mène des études et des recherches suivies sur cette question.* ». Les protéines d'avoine sont ainsi susceptibles de constituer une alternative intéressante aux protéines de blé traditionnellement utilisées en alimentaire.

L'emploi de différentes technologies de fractionnement, pour récupérer les bêta-glucanes et les protéines contenus dans les grains de céréales, notamment d'avoine ou d'orge, ainsi que dans les produits et coproduits issus de l'utilisation de ces 2 céréales, est malheureusement quasi impossible en raison d'un taux de matières grasses élevé dans les grains et les produits issus de leur utilisation. Ainsi, le taux moyen de lipide dans le gruau d'avoine varie entre 4 et 8 % du poids de matière sèche, provoquant un collage sur les parois du broyeur en cas de broyage direct du grain ou du gruau.

Afin de pouvoir fractionner le grain d'avoine ou d'orge ou les produits et coproduits issus de leur utilisation, une étape préliminaire de déshuilage est nécessaire. Le procédé historique est une extraction à l'hexane. Par exemple, l'article de Wu *et al.*, « *Enriched Protein- and β -Glucan Fractions from High-*

Protein Oats by Air Classification », *Cereal Chemistry*, 1995, vol.72, n°1, p.132-134, décrit un procédé d'obtention de fractions enrichies en protéines et en bêta-glucanes à partir d'avoine, dans lequel l'avoine est d'abord dépelliculé dans un broyeur à broches, le gruau récupéré est ensuite dégraissé à l'aide d'hexane, et le gruau délipidé est ensuite broyé puis soumis à une séparation aéraulique.

Cependant, l'utilisation de ce solvant a plusieurs inconvénients majeurs. Tout d'abord, il est produit à partir du pétrole, avec pour conséquence de fortes émissions de gaz à effet de serre (par exemple, 620 kg CO₂eq/t). De plus, son degré de toxicité est important et après extraction, des résidus d'hexane sont toujours présents dans la céréale soumise au traitement.

Plus récemment, l'hexane a été remplacé par le CO₂ supercritique comme solvant d'extraction. Le principal avantage de l'utilisation de ce solvant est ne pas laisser de résidus toxiques dans la poudre mais cette nouvelle technologie reste très énergivore et coûteuse, et nécessite des investissements importants.

Par exemple, le document WO 2008/096044 décrit un procédé de production de concentrats de bêta-glucane, de protéine, d'amidon et de lipide à partir d'avoine, comprenant une étape d'extraction de l'avoine à l'aide d'un fluide supercritique, une étape de broyage à sec de la fraction délipidée, une étape de séparation de la fraction obtenue en une fraction enrichie en amidon et une fraction enrichie en beta-glucane et une étape de séparation par tamisage ou par séparation aéraulique de la fraction enrichie en amidon pour obtenir 3 fractions : une fraction comprenant un concentrat de protéine, une comprenant un concentrat de bêta-glucane et une fraction comprenant un concentrat d'amidon.

L'article de Sibakov et al., « *Lipid Removal Enhances Separation Of Oat Grain Cell Wall Material From Starch And Protein* », *Journal of Cereal Science*, 2011, vol.54, n°1, p.104-109, décrit un procédé comprenant un broyage de gruau d'avoine, une extraction des lipides à base de CO₂ supercritique, suivie d'un broyage puis d'une première étape de séparation aéraulique de l'avoine délipidé. La fraction de plus grosses particules obtenue est soumise à un broyage et à une seconde étape de séparation aéraulique pour obtenir une fraction enrichie en bêta-glucanes. La fraction de particules plus fines obtenue à l'issue de la première étape de séparation aéraulique est également soumise à une autre étape de séparation aéraulique pour obtenir une fraction enrichie en protéines et une fraction enrichie en amidon.

En outre, les procédés d'extraction des bêta-glucanes de céréales actuellement utilisés peuvent entraîner certains effets négatifs qui peuvent altérer leurs propriétés et leur fonctionnalité. Ils peuvent par exemple altérer leur structure native, ce qui peut réduire leur capacité à former un gel visqueux dans le tractus intestinal. Cette perte de structure peut entraîner une diminution de leurs effets bénéfiques, tels que la réduction du cholestérol et la régulation de la glycémie.

Il existe donc un réel besoin de développer un procédé d'obtention de fractions enrichies, respectivement, en huile (ou lipides), en amidon, en protéine et en bêta-glucane à partir de céréale, conduisant à une faible dénaturation des composants à isoler et en particulier des bêta-glucanes et des protéines, et ayant une émission de gaz à effet de serre plus réduite.

Résumé de l'invention

L'invention concerne en premier lieu un procédé de séparation d'une matière céréalière, comprenant les étapes suivantes :

- la fourniture d'au moins une matière céréalière comprenant de l'amidon, des protéines, des lipides et des bêta-glucanes ;
- le traitement de la matière céréalière par extraction solide/liquide avec une solution d'alcool comprenant au moins 50 % en volume d'alcool, de manière à obtenir une fraction solide appauvrie en lipides et une fraction liquide enrichie en lipides ;
- le broyage de la fraction solide appauvrie en lipides ;
- la séparation des particules de la fraction appauvrie en lipides broyée selon leur taille, de manière à obtenir une fraction enrichie en bêta-glucanes et une fraction appauvrie en bêta-glucanes ;
- le broyage de la fraction appauvrie en bêta-glucanes ; et
- le traitement de la fraction appauvrie en bêta-glucanes broyée par séparation aéraulique, de manière à obtenir une fraction enrichie en protéines et une fraction enrichie en amidon.

Dans des modes de réalisation, la matière céréalière est une matière céréalière d'avoine et/ou d'orge.

Dans des modes de réalisation, la matière céréalière est au moins un grain de céréale et/ou au moins un produit issu des industries de malterie, de fabrication d'extraits de malt, de brasserie, de distillation de céréale, de laiterie végétale et/ou de meunerie.

Dans des modes de réalisation, la solution d'alcool est un mélange d'alcool et d'au moins un solvant, le solvant étant de préférence choisi dans le

groupe de l'eau, du 2-méthylloxolane et des mélanges de ceux-ci, plus préférentiellement la solution d'alcool consiste en un mélange d'alcool et d'eau.

Dans des modes de réalisation, la solution d'alcool comprend de 50 à 90 % en volume d'alcool.

Dans des modes de réalisation, l'alcool de la solution d'alcool est un alcool recyclé.

Dans des modes de réalisation, l'alcool de la solution d'alcool est l'éthanol.

Dans des modes de réalisation, le broyage de la fraction appauvrie en bêta-glucanes comprend la micronisation de la fraction appauvrie en bêta-glucanes.

Dans des modes de réalisation, la séparation des particules de la fraction appauvrie en lipides broyée selon leur taille est effectuée par tamisage.

Dans des modes de réalisation, le procédé comprend en outre une étape de séparation de l'alcool de la fraction liquide enrichie en lipides, de préférence par distillation, le procédé comprenant de préférence en outre une étape de recyclage de l'alcool séparé pour l'étape d'extraction solide/liquide.

Dans des modes de réalisation, le procédé comprend en outre, avant l'étape de traitement de la matière céréalière par extraction solide/liquide, une étape de broyage et/ou d'aplatissement de la matière céréalière, de manière à obtenir une fraction broyée et/ou aplatie, la matière céréalière fournie étant de préférence un grain de céréale.

Dans des modes de réalisation, la matière céréalière est un grain de céréale comprenant une pellicule, le procédé comprenant en outre une étape de dépelliculage du grain préalablement à l'étape de broyage et/ou d'aplatissement de la matière céréalière.

Dans des modes de réalisation, la fraction enrichie en bêta-glucanes comprend une quantité de bêta-glucane supérieure ou égale à 10 % en poids, de préférence de 10 à 40 % en poids, de préférence encore de 15 à 25 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction.

Dans des modes de réalisation, la fraction enrichie en amidon comprend une quantité de glucides supérieure ou égale à 40 % en poids, de préférence de 40 à 90 % en poids, de préférence encore de 50 à 85 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction.

Dans des modes de réalisation, la fraction enrichie en protéines comprend une quantité de protéines supérieure ou égale à 15 % en poids, de

préférence de 15 à 35 % en poids, de préférence encore de 15 à 30 % en poids, plus préférentiellement de 20 à 30 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction.

La présente invention permet de répondre au besoin exprimé ci-dessus. Elle fournit plus particulièrement un procédé amélioré de séparation d'une matière céréalière permettant le fractionnement de quatre composants d'intérêt (huile, bêta-glucanes, amidon, protéines) qui est simple, efficace, plus économique, qui conduit à une faible dénaturation (transformation) des composants fractionnés, notamment des bêta-glucanes et des protéines, qui est respectueux de l'environnement, avec une consommation d'eau plus faible et des émissions de gaz à effet de serre réduites, et générant un minimum d'effluents faciles à recycler.

Cela est accompli grâce à la combinaison d'une étape de déshuilage par extraction à l'aide d'un solvant spécifique, à savoir une solution d'alcool comprenant au moins 50 % en volume d'alcool, et d'un procédé de fractionnement par voie sèche utilisant une ou plusieurs étapes de broyage et une étape de séparation aéraulique.

Dans des modes de réalisation particulièrement avantageux, dans lesquels l'alcool, et en particulier l'éthanol, utilisé pour le déshuilage est recyclé pour être réutilisé dans l'étape d'extraction, le procédé selon l'invention permet de réduire encore davantage les émissions de gaz à effet de serre et ainsi que la consommation de solvants et la génération d'effluents.

Brève description des figures

La **figure 1** représente un organigramme d'un exemple de procédé selon l'invention.

Description détaillée

L'invention est maintenant décrite plus en détail et de façon non limitative dans la description qui suit.

Sauf indication contraire, tous les pourcentages sont des pourcentages massiques.

Dans le présent texte, les quantités indiquées pour une espèce donnée peuvent s'appliquer à cette espèce selon toutes ses définitions (telles que mentionnées dans le présent texte), y compris les définitions plus restreintes.

Dans le présent texte, par « *fraction enrichie en une substance X* » obtenue après un certain traitement, on entend une fraction dans laquelle le

rapport des proportions molaires substance X / matière sèche totale est supérieur à celui de la fraction avant traitement.

Dans le présent texte, les termes « *lipides* », « *huile* » et « *matières grasses* » ont la même signification et sont utilisés de manière interchangeable.

L'invention concerne un procédé de séparation d'une matière céréalière, en particulier pour obtenir une fraction enrichie en lipides, une fraction enrichie en bêta-glucanes, une fraction enrichie en amidon et une fraction enrichie en protéines. Dans le contexte de la présente invention, on entend par « *matière céréalière* » toute matière à base de, ou issue de, au moins une céréale, sous toute forme possible (par exemple, entière, broyée, pulvérulente, aplatie, *etc.*). Plus particulièrement, il peut s'agit de la céréale elle-même (brute), toute partie de celle-ci, ou toute matière obtenue après traitement, transformation ou utilisation de la céréale.

Le procédé selon l'invention fait intervenir une étape de déshuilage des grains par extraction à l'aide avec une solution d'alcool comprenant au moins 50 % en volume d'alcool suivi d'un fractionnement par voie sèche de la matière céréalière. Par « *voie sèche* », on entend toute opération, telle que les opérations de broyage ou séparation aéraulique, qui s'effectue sans utilisation d'eau.

Les céréales font partie de la famille des poaceae. Elles produisent des grains, qui comprennent de l'amidon, des protéines, des lipides et des fibres solubles, en particulier des bêta-glucanes. De manière générale, les grains de céréale comprennent au moins une amande entourée d'une enveloppe. Toutefois, dans le présent texte, le terme « *grain* » peut désigner de manière générale le grain total (complet) ainsi que toute partie du grain (par exemple le grain débarrassé de ses glumelles, ou l'amande, *etc.*), sauf indication contraire.

Dans le cadre de la présente invention, la matière céréalière de départ peut être, ou provenir de, toute céréale appropriée. Cependant, de manière particulièrement préférée, cette céréale est choisie dans le groupe constitué de l'avoine, de l'orge et des mélanges de ceux-ci.

Dans la présente invention, on peut utiliser toute matière céréalière adaptée, comprenant de l'amidon, des protéines, des lipides et des bêta-glucanes.

Ainsi, de manière avantageuse, la matière céréalière de départ utilisée dans l'invention peut être un grain de céréale (en particulier un grain d'avoine

et/ou orge). Le grain d'avoine dépelliculé (c'est-à-dire, le grain dont on a retiré les glumelles) est appelé gruau. Le grain d'orge dépelliculé est appelé orge mondé. Dans le présent texte, par les termes « *grain d'avoine* » et « *grain d'orge* », on entend à la fois le grain total et toute partie du grain (par exemple, le gruau d'avoine ou l'orge mondé), sauf indication contraire. Les grains d'avoine et d'orge présentent l'avantage d'être riches en bêta-glucane (ils peuvent en comprendre de 3 à 7 % en poids pour l'avoine et de 3 à 11 % en poids pour l'orge). De préférence, on utilise comme matière première de départ un grain de céréale, en particulier un grain d'avoine et/ou d'orge, comprenant une pellicule et un gruau.

Alternativement ou additionnellement, on peut, de manière avantageuse, utiliser comme matière céréalière de départ tout produit issu de l'utilisation ou transformation d'une céréale (en particulier l'avoine ou l'orge), notamment dans les procédés de fermentation et de distillation, pour la production de céréale germée (en particulier le malt), pour la production de boisson végétale ou pour la production de farines. Plus particulièrement, des produits utilisables dans le procédé selon l'invention sont :

- les coproduits de malterie et de la fabrication d'extraits de malt : lors du procédé de germination de l'orge, il y a formation de racinelles (petites racines). Après séchage, les grains sont traités pour éliminer les racinelles ainsi que l'enveloppe du grain. Ces 2 produits sont riches en protéines et bêta-glucanes.
- Les coproduits de brasserie et/ou de la distillation de céréale : après l'étape de fermentation, le « moût » est filtré afin de retirer l'ensemble des résidus solides provenant du grain de céréale. Ce substrat est riche en protéines et bêta-glucanes.
- Les coproduits de laiterie végétale : lors de la production de la boisson végétale, une opération de filtration ou décantation est effectuée afin d'éliminer les résidus solides provenant du grain de céréale. Ces résidus sont appelés okara. Ces résidus contiennent un taux élevé de protéines et de bêta-glucanes.
- Les produits de meunerie.

Lorsque la matière céréalière est un grain de céréale, et plus particulièrement un grain d'avoine et/ou orge, le procédé selon l'invention comprend de manière avantageuse une étape de retrait de la pellicule (ou dépelliculage) des grains de céréales (en particulier d'avoine et/ou d'orge). En effet, la pellicule est composée majoritairement de fibres non solubles peu comestibles. De plus, la majorité des contaminants de la graine d'avoine ou

d'orge se trouvent dans la pellicule, son retrait permet ainsi de réduire les risques de contamination des fractions préparées.

De préférence le dépelliculage est un dépelliculage mécanique, effectué par exemple par abrasion, compression, impact, cisaillement ou tout autre action mécanique appropriée. Plus préférentiellement, le dépelliculage est effectué par abrasion.

Le dépelliculage peut être réalisé à l'aide de tout dispositif adapté, notamment utilisant une des forces mécaniques mentionnées ci-dessus, en particulier l'abrasion. Avantageusement, le dépelliculage est effectué au moyen d'un ébarbeur. Les ébarbeurs fonctionnent selon le principe d'une machine de polissage par friction. Ils peuvent être utilisés pour enlever les barbes, délier les grains doubles et pour traiter la surface des grains de céréale. Selon un exemple de procédé de dépelliculage au moyen d'un ébarbeur, une vis d'alimentation transporte les céréales dans la chambre de travail où un rotor dans un manchon perforé soumet le produit traité à des efforts mécaniques par friction. L'intensité de la friction peut être réglée, par exemple par un contrepoids réglable, ou par des ressorts réglables à la sortie de la machine. Les éléments détachés qui sont séparés du produit traité (le grain), tels que les barbes ou les impuretés adhérant à la surface, peuvent sortir de la machine à travers une sortie séparée aspirée.

L'utilisation d'un ébarbeur pour effectuer le dépelliculage est avantageuse puisque l'ébarbeur nettoie la surface du grain en même temps qu'il détache la pellicule du grain par la contrainte mécanique. De plus, cette étape de traitement permet d'améliorer les propriétés d'écoulement des grains.

La matière céréalière peut être soumise à une étape de broyage et/ou d'aplatissement et une fraction broyée et/ou aplatie est alors collectée. Cette étape est en particulier réalisée lorsque la matière céréalière de départ est un grain de céréale. Lorsque le procédé comprend une étape de dépelliculage telle que décrite ci-dessus, l'étape de broyage et/ou d'aplatissement est de manière préférée effectuée après le dépelliculage (la matière céréalière soumise à cette étape de broyage et/ou d'aplatissement étant alors un grain dépelliculé). Cette étape de broyage et/ou d'aplatissement peut être omise, notamment lorsque la matière céréalière de départ est sous forme pulvérulente ou aplatie, par exemple dans des modes de réalisation dans lesquels la matière céréalière de départ est un produit issu de l'utilisation d'une céréale. *A contrario*, lorsque la matière céréalière n'est pas sous forme pulvérulente ou aplatie, le procédé selon l'invention comprend de préférence cette étape de broyage et/ou d'aplatissement de ladite matière céréalière.

Le broyage peut être effectué au moyen de tous types de broyeur, notamment par tout broyeur mécanique à compression, impact, cisaillement ou utilisant toute autre action mécanique appropriée. De préférence, les particules obtenues après broyage ont un diamètre médian en volume (D50) supérieur ou égal à 500 μm (le D50 pouvant être mesuré selon la norme NF ISO 13320-1). Cette étape de broyage peut être réalisée quelle que soit la matière céréalière (notamment, grain de céréale et/ou produit issu de l'utilisation d'une céréale).

L'aplatissement peut être effectué à l'aide d'un aplatisseur à céréale, de préférence utilisant la force mécanique de compression. Cette étape d'aplatissement est de préférence réalisée lorsque la matière céréalière utilisée est un grain de céréale.

La matière céréalière (dans des modes de réalisation, la fraction broyée et/ou aplatie obtenue après broyage et/ou aplatissement) est soumise à une extraction solide/liquide réalisée à l'aide d'une solution d'alcool. La solution d'alcool selon l'invention comprend au moins 50 % en volume d'alcool. La solution d'alcool peut être l'alcool lui-même (elle comprend alors 100 % en volume d'alcool). Cependant, il s'agit de préférence d'un mélange comprenant au moins un alcool et au moins un solvant. Le solvant est de préférence choisi dans le groupe constitué de l'eau, du 2-méthylloxolane et des mélanges de ceux-ci. De préférence encore, la solution d'alcool est une solution aqueuse d'alcool, c'est-à-dire une solution comprenant de l'eau et de l'alcool. De manière encore plus préférée, la solution aqueuse d'éthanol consiste en de l'eau et de l'alcool. De manière avantageuse, la solution d'alcool comprend moins de 10 % en volume, de préférence moins de 5 % en volume, de préférence encore moins de 2 % en volume, de CO_2 supercritique et de préférence de fluide supercritique ; plus préférentiellement la solution d'alcool est dépourvue de CO_2 supercritique, plus particulièrement dépourvue de fluide supercritique.

La solution d'alcool comprend de préférence de 50 à 90 % en volume, de préférence encore de 60 à 90 % en volume, plus préférentiellement de 70 à 90 % en volume, encore plus préférentiellement de 80 à 90 % en volume, d'alcool (par rapport au volume total de la solution d'alcool utilisée pour effectuer l'extraction). Dans des modes de réalisation, la solution d'alcool comprend de 50 à 60 %, ou de 60 à 70 %, ou de 70 à 80 %, ou de 80 à 90 %, en volume, d'alcool.

L'alcool est de préférence choisi dans le groupe constitué de l'éthanol, du méthanol, du pentanol, de l'alcool isoamylique et des mélanges de ceux-ci.

De manière particulièrement préférée, l'alcool est l'éthanol. En d'autres termes, la solution d'alcool utilisée selon l'invention est de préférence une solution d'éthanol.

L'extraction est avantageusement effectuée par mise en contact de la matière céréalière (par exemple la fraction broyée et/ou aplatie) avec la solution d'alcool (de préférence d'éthanol) dans un réacteur, de préférence sous agitation. De préférence, la matière céréalière (par exemple la fraction broyée et/ou aplatie) est mise en contact avec la solution d'alcool (de préférence d'éthanol) dans un ratio massique de 1:3 à 1:8, de préférence encore dans un ratio massique de 1:4 à 1:7 (par exemple dans un ratio massique de 1:3 à 1:4, ou de 1:4 à 1:5, ou de 1:5 à 1:6, ou de 1:6 à 1:7, ou de 1:7 à 1:8). La mise en contact a avantageusement lieu pendant une durée de 15 à 120 min, de préférence de 20 à 60 min. De préférence, les particules de matière céréalière sont ensuite séparées de la solution d'alcool par filtration, par exemple sur une toile de maillage 10 µm.

De manière particulièrement avantageuse, lorsque la solution d'alcool est une solution d'éthanol, l'éthanol utilisé dans la solution d'éthanol est produit par fermentation à partir d'un substrat tel que décrit dans la demande de brevet FR 2211884 déposée le 11 novembre 2022 et intitulée « *Procédé de préparation d'un substrat pour la fermentation* ». En particulier, le substrat de fermentation peut être préparé par un procédé comprenant les étapes suivantes : la fourniture d'au moins une graine de légumineuse comprenant de l'amidon et des protéines ; la micronisation de ladite au moins une graine, de manière à obtenir une fraction micronisée ; la purification de la fraction micronisée (de préférence par séparation aéraulique), de manière à collecter une fraction enrichie en amidon et appauvrie en protéine ; le mélange de la fraction enrichie en amidon et appauvrie en protéine avec un liquide, de manière à former un fluide d'amidon ; l'hydrolyse de l'amidon par mélange de vapeur d'eau avec le fluide d'amidon (de préférence effectuée à l'aide d'un dispositif d'injection directe de vapeur en mode continu), de manière à obtenir un fluide d'amidon hydrolysé ; et de préférence l'introduction dans le fluide d'amidon hydrolysé d'une ou plusieurs enzymes glucosidases et/ou saccharidases. L'utilisation d'un tel procédé pour préparer le substrat de fermentation pour la production de l'éthanol a pour avantage d'avoir un taux d'émission de gaz à effet de serre relativement faible, pouvant être inférieur à 400 kg de CO₂eq/t d'éthanol

De préférence, l'alcool (de préférence l'éthanol) utilisé pour préparer la solution d'alcool est un alcool recyclé, c'est-à-dire qu'il a déjà été

précédemment utilisé dans un procédé de traitement, de préférence dans un procédé d'extraction, de préférence encore dans une étape d'extraction d'un procédé selon l'invention.

L'étape d'extraction selon l'invention permet d'extraire au moins une partie des lipides de la matière céréalière dans la solution d'alcool (de préférence d'éthanol). Ainsi, à l'issue de l'étape d'extraction, et de préférence de l'étape de filtration, on obtient une fraction liquide enrichie en lipides et une fraction solide appauvrie en lipides (appelée également tourteau).

Le tourteau est avantageusement soumis à une étape de séchage. Préférentiellement, il est séché dans une étuve sous vide, de préférence à une température de 30 à 50°C. De préférence, le tourteau est séché pendant une durée de 2 à 10 heures.

L'étape d'extraction peut être répétée une ou plusieurs fois sur le tourteau, de préférence après le séchage du tourteau. En d'autres termes, le procédé selon l'invention peut comprendre une, deux ou plus étapes d'extraction à l'aide d'une solution d'alcool (de préférence d'éthanol).

La fraction liquide enrichie en lipides (comprenant le mélange alcool – matières grasses) est de préférence soumise à une étape de purification afin de séparer l'alcool (de préférence l'éthanol) de la fraction enrichie en lipides. De préférence encore, l'alcool (de préférence l'éthanol) est séparé par distillation. En particulier, la fraction liquide enrichie en lipides peut être distillée à une température de 30 à 70°C, de préférence dans une colonne à plateaux mise sous vide. L'huile est récupérée en bas de colonne (formant une fraction enrichie en lipides purifiée) tandis que l'alcool (de préférence l'éthanol) est collecté en haut de colonne.

De manière particulièrement avantageuse, l'alcool (de préférence l'éthanol) récupéré après séparation de la fraction liquide enrichie en lipides est recyclé, et est plus particulièrement réutilisé pour un nouveau cycle d'extraction du procédé selon l'invention.

Le procédé selon l'invention comprend une étape de broyage de la fraction solide appauvrie en lipides (tourteau), de préférence séchée, puis une étape de séparation des particules obtenues en fonction de leur taille. Ces étapes ont pour but de séparer la fraction beta-glucane des fractions amidon et protéines. Pour le broyage, on peut utiliser tout type de broyeur adapté, notamment tout broyeur utilisant une force mécanique d'abrasion, de compression, d'impact, de cisaillement ou tout autre action mécanique. En particulier, un broyeur pendulaire utilisant la force de compression peut être utilisé. A l'issue du broyage, on obtient un mélange de fragments de l'enveloppe

(fibres essentiellement) (appelés également son dans le présent texte) et de poudre d'amande (appelé également farine dans le présent texte).

L'étape de séparation des particules obtenues à l'issu du broyage est de préférence effectuée par tamisage. En particulier, les particules peuvent être séparées par passage sur un tamis de maillage adapté permettant de séparer les sons de la farine. Par exemple, les particules d'une taille inférieure à une taille comprise entre 200 et 600 μm (par exemple d'une taille inférieure à une taille comprise entre 200 et 250 μm , ou entre 250 et 300 μm , ou entre 300 et 350 μm , ou entre 350 et 400 μm , ou entre 400 et 500 μm , ou entre 500 et 600 μm) peuvent être séparées des sons d'une taille supérieure ou égale à une telle taille. On peut notamment utiliser un tamis de maillage compris entre 200 et 600 μm (par exemple un tamis de maillage compris entre 200 et 250 μm , ou entre 250 et 300 μm , ou entre 300 et 350 μm , ou entre 350 et 400 μm , ou entre 400 et 500 μm , ou entre 500 et 600 μm). Les sons séparés lors de cette étape (c'est-à-dire les particules de taille supérieure ou égale à la taille précédemment mentionnée, plus particulièrement les particules de taille supérieure ou égale au maillage du tamis utilisé, donc les particules retenues par le tamis) correspondent à une fraction enrichie en bêta-glucanes ; la farine obtenue après séparation (c'est-à-dire les particules de taille inférieure à la taille précédemment mentionnée, plus particulièrement les particules de taille inférieure au maillage du tamis utilisé, donc les particules passant à travers le tamis) correspond à une fraction appauvrie en bêta-glucanes.

De préférence, la fraction enrichie en bêta-glucanes comprend une quantité de glucides supérieure ou égale à 40 % en poids, de préférence une quantité de 40 à 90 % en poids, de préférence encore de 40 à 80 % en poids, plus préférentiellement de 45 à 70 % en poids (par rapport au poids total de matière sèche de la fraction). En particulier, la quantité de glucides dans la fraction enrichie en beta-glucane peut comprendre de 40 à 50 % en poids, ou de 50 à 60 % en poids, ou de 60 à 65 % en poids, ou de 65 à 70 % en poids, ou de 70 à 75 % en poids, ou de 75 à 80 % en poids, ou de 80 à 90 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction. La quantité de glucides peut être mesurée selon la norme ISO 15914.

De préférence, la fraction enrichie en beta-glucanes comprend une quantité de protéine inférieure ou égale à 30 % en poids, de préférence une quantité de 0,5 à 30 % en poids, de préférence encore de 3 à 20 % en poids, plus préférentiellement de 5 à 15 % en poids (par rapport au poids total de matière sèche de la fraction). Dans des modes de réalisation, la quantité de protéine dans la fraction enrichie en beta-glucanes peut valoir, par rapport au

poids total de matière sèche de la fraction, de 0,5 à 3 % en poids, ou de 3 à 5 % en poids, ou de 5 à 7 % en poids, ou de 7 à 10 % en poids, ou de 10 à 12 % en poids, ou de 12 à 15 % en poids, ou de 15 à 20 % en poids, ou de 20 à 30 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction. La quantité de protéine peut être mesurée selon la norme ISO 5983-2 (méthode Kjeldahl).

De préférence, la fraction enrichie en bêta-glucanes comprend une quantité de bêta-glucane supérieure ou égale à 10 % en poids, de préférence une quantité de 10 à 40 % en poids, de préférence encore de 15 à 25 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction ; en particulier la fraction peut comprendre une quantité de bêta-glucane de 10 à 13 % en poids, ou de 13 à 15 % en poids, ou de 15 à 17 % en poids, ou de 17 à 20 % en poids, ou de 20 à 22 % en poids, ou de 22 à 25 % en poids, ou de 25 à 30 % en poids, ou de 30 à 35 % en poids, ou de 35 à 40 % en poids par rapport au poids total de matière sèche de la fraction. La quantité de bêta-glucane peut être mesurée selon la méthode AOAC 995.16.

De préférence, la fraction enrichie en bêta-glucane comprend une quantité de matière grasse (lipides) inférieure ou égale à 5 % en poids, de préférence une quantité de 0,5 à 5 % en poids, de préférence encore de 0,5 à 3 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction ; en particulier la fraction peut comprendre une quantité de matière grasse de 0,5 à 1 % en poids, ou de 1 à 2 % en poids, ou de 2 à 3 % en poids, ou de 3 à 4 % en poids, ou de 4 à 5 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction. La quantité de matière grasse peut être mesurée selon la méthode AOAC 922.06.

La fraction appauvrie en bêta-glucanes (farine), obtenue après séparation de la fraction enrichie en bêta-glucane, est soumise à une étape de broyage, une fraction broyée étant alors collectée.

De manière particulièrement avantageuse, ce broyage comprend, ou est, une micronisation, de préférence par voie sèche. La fraction broyée obtenue est alors une fraction micronisée.

L'étape de micronisation permet de désolidariser les protéines des granules d'amidons pour permettre leur séparation ultérieure.

Par « *micronisation* », on entend un broyage permettant l'obtention de particules de diamètre médian en volume inférieur à 100 μm , de préférence inférieur à 50 μm , de préférence encore inférieur à 30 μm . Le diamètre médian en volume (D50) des particules peut être mesurée selon la norme NF ISO 13320-1.

La micronisation peut être effectuée par tout broyeur adapté (notamment, tout broyeur utilisant des forces mécaniques d'abrasion, de compression, d'impact ou de cisaillement). Par exemple, on peut utiliser un broyeur utilisant la force d'impact.

La micronisation est de manière très préférée effectuée à température ambiante (soit entre 15 et 30°C).

La micronisation présente l'avantage supplémentaire d'être peu émettrice de gaz à effet de serre, celle-ci étant de préférence effectuée à température ambiante et par voie sèche.

Le procédé selon l'invention comprend une étape de séparation des granules d'amidon des protéines de la fraction appauvrie en bêta-glucanes broyée, de préférence encore micronisée.

A l'issue de la séparation, une fraction enrichie en amidon, de préférence une fraction enrichie en amidon et appauvrie en protéine, est collectée. On récupère aussi une fraction enrichie en protéine, de préférence une fraction enrichie en protéine et appauvrie en amidon. Par « *fraction enrichie en amidon et appauvrie en protéine* », on entend une fraction dans laquelle le rapport des proportions molaires amidon / protéine (sur matière sèche) est supérieur à celui de la fraction soumise à la purification. Par « *fraction enrichie en protéine et appauvrie en amidon* », on entend une fraction dans laquelle le rapport des proportions molaires protéine / amidon (sur matière sèche) est supérieur à celui de la fraction soumise à la purification.

Compte tenu de la différence de taille entre les protéines et les granules d'amidon (D50 d'environ 1 à 5 µm pour les protéines et d'environ 10 à 30 µm pour les granules d'amidon) et de densité, on peut avantageusement utiliser une séparation basée sur une différence de taille, de densité ou de poids des particules. Dans le procédé selon l'invention, la séparation est une séparation aéraulique. Par « *séparation aéraulique* », on entend toute technologie de séparation utilisant un jet de gaz (de préférence d'air) entraînant au moins une partie des particules à séparer. De manière plus préférée, la séparation est une séparation cyclonique. Elle peut être effectuée au moyen d'un cyclone, avantageusement associé à un sélecteur. Par « *sélecteur* », on entend tout élément rotatif à vitesse variable et équipé de pales radiales installé dans une partie (de préférence la partie supérieure) d'un séparateur cyclonique. Cet équipement permet d'augmenter l'efficacité de séparation des particules en fonction de leur densité. L'utilisation d'un appareil de séparation aéraulique permet la récupération des particules les plus légères, entraînées par le flux de gaz, à une extrémité de l'appareil (fraction enrichie en protéine) tandis que

les particules plus lourdes sont collectées à une autre extrémité (fraction enrichie en amidon). En d'autres termes, on obtient à l'issue de la séparation aéraulique une fraction de particules plus légères correspondant à la fraction enrichie en protéines et une fraction de particules plus lourdes correspondant à la fraction enrichie en amidon.

La séparation aéraulique est de manière préférée effectuée à l'aide d'un sélecteur fonctionnant à une vitesse de rotation entre 7 000 et 14 000 tr/min, de préférence encore entre 8 000 et 13 000 tr/min, plus préférentiellement entre 9 000 et 12 000 tr/min. Le flux de gaz (de préférence d'air) passant dans le sélecteur a de manière préférée un débit entre 40 et 200 m³/h, de préférence encore entre 60 et 150 m³/h, plus préférentiellement entre 80 et 120 m³/h.

De préférence, la fraction enrichie en amidon comprend une quantité de glucides supérieure ou égale à 40 % en poids, de préférence une quantité de 40 à 90 % en poids, de préférence encore de 50 à 85 % en poids, plus préférentiellement de 60 à 82 % en poids (par rapport au poids total de matière sèche de la fraction). En particulier, la quantité de glucides dans la fraction enrichie en amidon récupérée peut comprendre de 40 à 50 % en poids, ou de 50 à 60 % en poids, ou de 60 à 65 % en poids, ou de 65 à 70 % en poids, ou de 70 à 75 % en poids, ou de 75 à 80 % en poids, ou de 80 à 90 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction.

De préférence, la fraction enrichie en amidon comprend une quantité de protéine inférieure ou égale à 15 % en poids, de préférence une quantité de 0,5 à 15 % en poids, de préférence encore de 3 à 15 % en poids, plus préférentiellement de 8 à 15 % en poids (par rapport au poids total de matière sèche de la fraction). Dans des modes de réalisation, la quantité de protéine dans la fraction enrichie en amidon récupérée peut valoir, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction, de 0,5 à 3 % en poids, ou de 3 à 5 % en poids, ou de 5 à 7 % en poids, ou de 7 à 10 % en poids, ou de 10 à 12 % en poids, ou de 12 à 15 % en poids.

De préférence, la fraction enrichie en amidon comprend une quantité de fibre inférieure ou égale à 10 % en poids, de préférence une quantité de 0,5 à 10 % en poids, de préférence encore de 1 à 8 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction ; en particulier la fraction peut comprendre une quantité de fibre de 0,5 à 2 % en poids, ou de 2 à 4 % en poids, ou de 4 à 6 % en poids, ou de 6 à 8 % en poids, ou de 8 à 10 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction. On entend par « fibre », toutes les molécules polymériques végétales, solubles ou insolubles, autres que l'amidon et les fragments d'amidon. Les fibres incluent

en particulier la cellulose, l'hémicellulose, la lignine, les bêta-glucanes et la pectine. La quantité de fibre peut être mesurée selon la méthode AOAC 2011.25.

De préférence, la fraction enrichie en amidon collectée comprend une quantité de matière grasse (lipides) inférieure ou égale à 5 % en poids, de préférence une quantité de 0,5 à 5 % en poids, de préférence encore de 0,5 à 3 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction ; en particulier la fraction peut comprendre une quantité de matière grasse de 0,5 à 1 % en poids, ou de 1 à 2 % en poids, ou de 2 à 3 % en poids, ou de 3 à 4 % en poids, ou de 4 à 5 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction.

De préférence, la fraction enrichie en protéines comprend une quantité de protéines supérieure ou égale à 15 % en poids, de préférence une quantité de 15 à 35 % en poids, de préférence encore de 15 à 30% en poids, plus préférentiellement de 20 à 30 % en poids (par rapport au poids total de matière sèche de la fraction). Dans des modes de réalisation, la quantité de protéine dans la fraction enrichie en protéines récupérée peut valoir, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction, de 15 à 18 % en poids, ou de 18 à 22 % en poids, ou de 22 à 25 % en poids, ou de 25 à 28 % en poids, ou de 28 à 32 % en poids, ou de 32 à 35% en poids.

De préférence, la fraction enrichie en protéines comprend une quantité de glucides inférieure ou égale à 75 % en poids, de préférence une quantité de 0,5 à 70 % en poids, de préférence encore de 20 à 70% en poids, plus préférentiellement de 40 à 70 % en poids (par rapport au poids total de matière sèche de la fraction). Dans des modes de réalisation, la quantité de glucides dans la fraction enrichie en protéines récupérée peut valoir, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction, de 0,5 à 20 % en poids, ou de 20 à 30 % en poids, de 30 à 40 % en poids, ou de 40 à 50 % en poids, ou de 50 à 60 % en poids, ou de 60 à 70 % en poids, ou de 70 à 75 % en poids.

De préférence, la fraction enrichie en protéines comprend une quantité de fibre inférieure ou égale à 10 % en poids, de préférence une quantité de 0,5 à 10 % en poids, de préférence encore de 1 à 8 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction ; en particulier la fraction peut comprendre une quantité de fibre de 0,5 à 2 % en poids, ou de 2 à 4 % en poids, ou de 4 à 6 % en poids, ou de 6 à 8 % en poids, ou de 8 à 10 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction.

De préférence, la fraction protéique collectée comprend une quantité de matière grasse (lipides) inférieure ou égale à 5 % en poids, de préférence une

quantité de 0,5 à 5 % en poids, de préférence encore de 0,5 à 3 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction ; en particulier, la fraction peut comprendre une quantité de matière grasse de 0,5 à 1 % en poids, ou de 1 à 2 % en poids, ou de 2 à 3 % en poids, ou de 3 à 4 % en poids, ou de 4 à 5 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction.

Les quantités de glucides, protéine, fibre et matière grasse peuvent être déterminées comme décrit ci-dessus.

Un exemple de procédé selon l'invention est représenté en figure 1. Dans cet exemple, une matière céréalière 1, en particulier d'avoine et/ou d'orge, subit de préférence un premier broyage 2 et une fraction broyée 3 est obtenue. Cette fraction broyée 3 est soumise à un traitement par extraction 4 à l'aide d'une solution d'alcool, de préférence une solution d'éthanol. A l'issue de cette extraction 4, on collecte une fraction liquide 5 enrichie en lipides comprenant un mélange alcool/lipides et une fraction solide 6 appauvrie en lipides. La fraction solide appauvrie en lipides 6 est ensuite soumise à une deuxième étape de broyage 7. La fraction 8 récupérée correspond à un mélange de farine (amande broyée) et de son. Une étape de séparation 9 des particules de la fraction 8, en fonction de leur taille, en particulier par tamisage, est alors réalisée afin de séparer la farine du son. Deux fractions sont collectées : la fraction de plus grosses particules correspond au son et à une fraction enrichie en bêta-glucanes 10 et la fraction de plus fines particules correspond à la farine et à une fraction appauvrie en bêta-glucanes 11. La fraction appauvrie en bêta-glucanes 11 est soumise à une étape de broyage 12, de préférence de micronisation, suivie d'une étape de séparation des particules 13 par séparation aéraulique. On obtient alors deux fractions : une fraction de particules plus légères correspondant à une fraction enrichie en protéine 14 et une fraction de particules plus lourdes correspondant à une fraction enrichie en amidon 15.

L'invention concerne également une fraction obtenue par, ou susceptible d'être obtenue par, un procédé de séparation tel que décrit ci-dessus.

En particulier, l'invention concerne également une fraction enrichie en lipides obtenue par, ou susceptible d'être obtenue par, un procédé de séparation tel que décrit ci-dessus.

L'invention concerne également une fraction enrichie en bêta-glucanes obtenue par, ou susceptible d'être obtenue par, un procédé de séparation tel que décrit ci-dessus.

L'invention concerne également une fraction enrichie en protéines obtenue par, ou susceptible d'être obtenue par, un procédé de séparation tel que décrit ci-dessus.

L'invention concerne également une fraction enrichie en amidon obtenue par, ou susceptible d'être obtenue par, un procédé de séparation tel que décrit ci-dessus.

Les fractions enrichies en lipides, en bêta-glucanes, en protéines ou en amidon peuvent être telles que décrites ci-dessus.

Exemples

Les exemples suivants illustrent l'invention sans la limiter.

Dans les exemples, les méthodes d'analyse et de mesure suivantes ont été utilisées :

- Mesure de la quantité de protéines : méthode Kjeldahl à l'aide d'un titrateur FOSS selon la norme ISO 5983-2 ;
- Mesure de la quantité de lipides : méthode AOAC 922.06 ;
- Mesure de la quantité de glucides (amidon) : méthode selon la norme ISO 15914 ;
- Mesure de la quantité de fibres totales : méthode AOAC 2011.25 ;
- Mesure de la quantité de bêta-glucane : méthode AOAC 995.16.

Exemple 1 : Production d'une fraction enrichie en bêta-glucane

25 kg de gruau d'avoine grossièrement broyé ont été introduits dans un réacteur de type réacteur Nutsche d'une capacité de 250 litres.

Le réacteur est équipé d'un filtre 10 µm en bas de cuve.

La composition du gruau d'avoine introduit dans le réacteur est indiquée dans le tableau ci-dessous (en pourcentage massique).

[Table 1]

Humidité	12,0 %
Protéines	11,1 %
Matières grasses	5,8 %
Glucides	58,9 %
Fibres	10,8 %
Cendres	1,4 %

134 kg (170 litres) d'éthanol déshydraté ont été mélangés à 30 kg d'eau afin d'obtenir une solution aqueuse d'éthanol avec une concentration d'éthanol de 85 % v/v. La solution d'éthanol a été préparée à température ambiante.

La solution d'éthanol a été introduite dans le réacteur, le ratio massique solution d'éthanol:gruau étant de 6,6:1. Le mélange gruau/solution d'éthanol a été maintenu sous agitation pendant 45 minutes à température ambiante.

Après ce temps d'extraction, le liquide a été vidangé en passant par le filtre 10 µm, sous pression constante de 2 bar. Le tourteau a ensuite été séché dans une étuve sous vide à une température de 45°C jusqu'à disparition de toute trace d'éthanol.

La solution d'éthanol contenant les matières grasses a été distillée dans une colonne à plateau configurée pour obtenir en haut de colonne un éthanol à 96 % v/v. Cet alcool pourra ainsi être recyclé dans une nouvelle extraction.

L'huile d'avoine a été récupérée en bas de colonne.

Une deuxième extraction a été effectuée sur le tourteau séché dans les mêmes conditions que la première (c'est-à-dire, 45 minutes de temps de contact sous agitation avec 200 litres d'éthanol à 85 % v/v dans l'eau).

Le rendement d'extraction en matières grasses est de 91 % (en poids). Une quantité faible de farine est présente dans l'huile obtenue, cette farine provenant du passage de particules inférieures à 10 µm à travers le filtre du réacteur d'extraction.

Le bilan lipidique des opérations d'extraction est indiqué dans le tableau ci-dessous :

[Table 2]

	Quantité (kg)	Matières grasses (% en poids)	Quantité matières grasses (kg)	Rendement en huile de l'extraction (%)
Gruau	25	5,8	1,45	
Huile collectée après la première extraction			1,13	77,9
Huile collectée après la seconde extraction			0,19	91,0
Farine déshuillée obtenue après la	23,87	1,3	0,31	

première extraction				
Farine déshuilée obtenue après la seconde extraction	23,68	0,5	0,12	

La farine déshuilée a ensuite été broyée selon le procédé suivant. Le son (enveloppe externe fibreuse de l’avoine) est séparé au moyen d’un moulin Buhler MLU 202 en configuration blé tendre et tamis de 250 µm. La fraction son obtenue à l’issu de cette séparation est une fraction enrichie en bêta-glucanes, la fraction farine blanche restant après séparation du son correspond à une fraction appauvrie en bêta-glucanes

Le bilan massique de l’opération de séparation est résumé dans le tableau ci-dessous :

[Table 3]

	Bilan massique (% en poids)
Fraction son	24,7
Fraction farine blanche	73,8
Pertes	1,5

Les pertes sont dues à une baisse d’humidité et à quelques traces de poudres restées sur les parois des gaines d’acheminement de la poudre.

Le bilan du taux de fibre donné dans le tableau ci-dessous (en pourcentage massique par rapport au poids total de matière sèche (MS)) indique un quasi triplement du taux de bêta-glucane dans la fraction enrichie en bêta-glucanes (son) par rapport à la farine obtenue après l’extraction, pour un rendement massique de la fraction son de 24,7 %

[Table 4]

	Taux de fibres total (TDF) (%/MS)	Taux de bêta-glucane (%/MS)
Farine d’avoine déshuilée	10,6	5,1
Fraction son	26,3	14,9
Fraction farine blanche	5,3	2,2

Exemple 2 : Production d’une farine d’avoine déshuilée

25 kg de gruau d’avoine grossièrement broyé ont été introduits dans un réacteur de type réacteur Nutsche d’une capacité de 250 litres. Le réacteur est équipé d’un filtre 10 µm en bas de cuve.

Le gruau est tel que décrit dans l’exemple 1.

Une seule extraction a été opérée sous les mêmes conditions que dans l’exemple 1 (soit 45 minutes de temps de contact, sous agitation, avec 200 litres d’éthanol à 85 % v/v dans l’eau, avec un ratio massique de solution aqueuse d’éthanol sur gruau de 6.6).

L’huile a été séparée de l’éthanol par distillation, comme décrit dans l’exemple 1. Le rendement d’extraction en matières grasses est de 82,8 % en poids. Une quantité faible de farine est présente dans l’huile obtenue (particules inférieures à 10 µm).

Le bilan lipidique de l’opération d’extraction est indiqué dans le tableau ci-dessous :

[Table 5]

	Quantité (kg)	Matières grasses (% en poids)	Quantité matières grasses (kg)	Rendement en huile de l’extraction (%)
Gruau	25	5,8	1,45	
Huile collectée après l’extraction			1,20	82,8
Farine déshuilée	23,8	1,0	0,24	

Exemple 3 : Production d’une farine d’avoine déshuilée

25 kg de gruau d’avoine grossièrement broyé ont été introduits dans un réacteur de type réacteur Nutsche d’une capacité de 250 litres. Le réacteur est équipé d’un filtre 10 µm en bas de cuve.

Le gruau est tel que décrit dans l’exemple 1.

100,6 kg (127,3 litres) d’éthanol déshydraté ont été mélangés à 22,5 kg d’eau afin d’obtenir une solution aqueuse d’éthanol avec une concentration

d'alcool à 85% v/v. La solution d'éthanol a été préparée à température ambiante.

La solution d'éthanol a été introduite dans le réacteur, le ratio massique solution d'éthanol:grauu étant de 4,9:1. Le mélange grau/solution d'éthanol a été maintenu sous agitation pendant 45 minutes à température ambiante.

Après ce temps d'extraction, le liquide a été vidangé en passant par le filtre 10 µm. L'opération se fait sous pression constante de 2 bar. Le tourteau a ensuite été séché dans une étuve sous vide à une température de 45°C jusqu'à disparition de toute trace d'éthanol.

La solution d'éthanol contenant les matières grasses a été distillée dans une colonne à plateau configurée pour obtenir en haut de colonne un éthanol à 96 % v/v. Cet alcool pourra ainsi être recyclé pour effectuer une nouvelle extraction.

L'huile d'avoine a été récupéré en bas de colonne.

Le rendement d'extraction en matières grasses est de 80,7 % en poids. Une quantité faible de farine est présente dans l'huile obtenue.

Le bilan lipidique de l'opération d'extraction est indiqué dans le tableau ci-dessous :

[Table 6]

	Quantité (kg)	Matières grasses (% en poids)	Quantité matières grasses (kg)	Rendement en huile de l'extraction (%)
Gruau	25	5,8	1,45	
Huile collectée après l'extraction			1,17	80,7
Farine déshuilée	23.83	1,1	0,26	

Exemple 4 : Production d'une farine d'avoine déshuilée

25 kg de grau d'avoine grossièrement broyé ont été introduits dans un réacteur de type réacteur Nutsche d'une capacité de 250 litres. Le réacteur est équipé d'un filtre 10 µm en bas de cuve.

Le grau est tel que décrit dans l'exemple 1.

74 kg (93,7 litres) d'éthanol déshydraté ont été mélangés à 18,6 kg d'eau afin d'obtenir une solution aqueuse d'éthanol avec une concentration d'alcool à 83 % v/v. La solution d'éthanol a été préparée à température ambiante.

La solution d'éthanol a été introduite dans le réacteur, le ratio massique solution d'éthanol:gruau étant de 3,7:1. Le mélange gruau/solution d'éthanol a été maintenu sous agitation pendant 30 minutes à température ambiante.

Après ce temps d'extraction, le liquide a été vidangé en passant par le filtre 10 µm. L'opération a été faite sous pression constante de 2 bar. Le tourteau a ensuite été séché dans une étuve sous vide à une température de 45°C jusqu'à disparition de toute trace d'éthanol.

La solution d'éthanol contenant les matières grasses a été distillée dans une colonne à plateau configurée pour obtenir un alcool à 96 % v/v. Cet alcool pourra ainsi être recyclé pour effectuer une nouvelle extraction.

L'huile d'avoine a été récupérée en bas de colonne.

Le rendement d'extraction en matières grasses est de 77, 2 % en poids. Une quantité faible de farine est retrouvée dans l'huile obtenue.

Le bilan lipidique de l'opération d'extraction est indiqué dans le tableau ci-dessous :

[Table 7]

	Quantité (kg)	Matières grasses (% en poids)	Quantité matières grasses (kg)	Rendement en huile de l'extraction (%)
Gruau	25	5,8	1,45	
Huile collectée après l'extraction			1,12	77,2
Farine déshuillée	23,88	1,3	0,31	

Exemple 5 : Production d'une fraction enrichie en protéines et d'une fraction enrichie en amidon

La fraction farine blanche (farine d'avoine sans le son) obtenue dans l'exemple 1 a été micronisée au moyen d'un broyeur puis soumise à une séparation aéraulique (turbo-séparation) cyclonique. La fraction enrichie en

protéines (appelée fraction protéines) plus légère a été collectée en haut du cyclone tandis que la fraction enrichie en amidon (appelée fraction amidon) plus lourde a été collectée en bas du cyclone. Le détail des équipements est indiqué ci-dessous :

- Broyeur ZPS (70ZPS+70 ATP, Hosokawa-Alpine®) :
 - Vitesse du broyeur : 14 000 tr/min
 - Orientation chicane :face
 - Débit d’air :100 m³/h
 - Alimentation : 105 tr/min
 - Vitesse du sélecteur : 3 800 tr/min
- Turboséparateur 70 ATP (Hosokawa-Alpine®)
 - Débit d’air : 100 m³/h
 - Alimentation : 105 tr/min
 - Vitesse du sélecteur : 9 000 tr/min

Le bilan massique de l’opération est résumé dans le tableau ci-dessous :

[Table 8]

	Bilan massique (% en poids)
Fraction protéines	30,3
Fraction amidon	66,8
Pertes	2,9

Les pertes sont dues à une baisse d’humidité et à quelques traces de poudres restées sur les parois des gaines d’acheminement de la poudre.

Le bilan protéique et glucidique donné dans le tableau ci-dessous (en pourcentage massique par rapport au poids total de matière sèche (MS)) indique une augmentation de 35 % du taux de protéines dans la fraction protéines par rapport à la fraction farine blanche, pour un rendement massique de la fraction de 30.3%,

[Table 9]

	Taux de protéines (%/MS)	Taux de glucides (%/MS)
Fraction farine blanche	11,8	78,0
Fraction protéines	15,9	74,0
Fraction amidon	10,1	79,8

Exemple 6 : Production d'une fraction enrichie en protéines et d'une fraction enrichie en amidon

La fraction farine blanche (farine d'avoine sans le son) obtenue dans l'exemple 1 a été micronisée au moyen d'un broyeur puis soumise à une séparation aéraulique (turbo-séparation) cyclonique. La fraction protéines plus légère a été collectée en haut du cyclone tandis que la fraction amidon plus lourde a été collectée en bas du cyclone. Les équipements et conditions opératoires utilisés pour réaliser ces étapes sont les mêmes que ceux indiqués dans l'exemple 5, à l'exception de la vitesse du sélecteur du turboséparateur qui est de 12 000 tr/min.

Le bilan massique de l'opération est résumé dans le tableau ci-dessous :

[Table 10]

	Bilan massique (% en poids)
Fraction protéines	12,0
Fraction amidon	85,9
Pertes	2,1

Les pertes sont dues à une baisse d'humidité et à quelques traces de poudres restées sur les parois des gaines d'acheminement de la poudre.

Le bilan protéique et glucidique donné dans le tableau ci-dessous (en pourcentage massique par rapport au poids total de matière sèche (MS)) montre que le taux de protéines a doublé dans la fraction protéines par rapport à la fraction farine blanche, pour un rendement massique de la fraction de 12,0 %.

[Table 11]

	Taux de protéines (%/MS)	Taux de glucides (%/MS)
Fraction farine blanche	11,8	78,0
Fraction protéines	23,4	68,3
Fraction amidon	10,3	79,3

Revendications

1. Procédé de séparation d'une matière céréalière, comprenant les étapes suivantes :
 - la fourniture d'au moins une matière céréalière (1) comprenant de l'amidon, des protéines, des lipides et des bêta-glucanes ;
 - le traitement de la matière céréalière par extraction solide/liquide (4) avec une solution d'alcool comprenant au moins 50 % en volume d'alcool, de manière à obtenir une fraction solide appauvrie en lipides (6) et une fraction liquide enrichie en lipides (5) ;
 - le broyage (7) de la fraction solide appauvrie en lipides (6) ;
 - la séparation (9) des particules de la fraction appauvrie en lipides broyée (8) selon leur taille, de manière à obtenir une fraction enrichie en bêta-glucanes (10) et une fraction appauvrie en bêta-glucanes (11) ;
 - le broyage (12) de la fraction appauvrie en bêta-glucanes (11) ; et
 - le traitement de la fraction appauvrie en bêta-glucanes broyée par séparation aéraulique (13) , de manière à obtenir une fraction enrichie en protéines (14) et une fraction enrichie en amidon (15).
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la matière céréalière (1) est une matière céréalière d'avoine et/ou d'orge.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la matière céréalière (1) est au moins un grain de céréale et/ou au moins un produit issu des industries de malterie, de fabrication d'extraits de malt, de brasserie, de distillation de céréale, de laiterie végétale et/ou de meunerie.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, dans lequel la solution d'alcool est un mélange d'alcool et d'au moins un solvant, le solvant étant de préférence choisi dans le groupe de l'eau, du 2-méthylloxolane et des mélanges de ceux-ci, plus

préférentiellement la solution d'alcool consiste en un mélange d'alcool et d'eau.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, dans lequel la solution d'alcool comprend de 50 à 90 % en volume d'alcool.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel l'alcool de la solution d'alcool est un alcool recyclé.
7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, dans lequel l'alcool de la solution d'alcool est l'éthanol.
8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, dans lequel le broyage (12) de la fraction appauvrie en bêta-glucanes (10) comprend la micronisation de la fraction appauvrie en bêta-glucanes (10).
9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, dans lequel la séparation (9) des particules de la fraction appauvrie en lipides broyée (8) selon leur taille est effectuée par tamisage.
10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, comprenant en outre une étape de séparation de l'alcool de la fraction liquide enrichie en lipides, de préférence par distillation, le procédé comprenant de préférence en outre une étape de recyclage de l'alcool séparé pour l'étape d'extraction solide/liquide (4).
11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, comprenant en outre, avant l'étape de traitement de la matière céréalière par extraction solide/liquide, une étape de broyage (2) et/ou d'aplatissement de la matière céréalière, de manière à obtenir une fraction broyée (3) et/ou aplatie, la matière céréalière (1) fournie étant de préférence un grain de céréale.
12. Procédé selon la revendication 11, dans lequel la matière céréalière (1) est un grain de céréale comprenant une pellicule, le procédé comprenant en outre une étape de dépelliculage du grain préalablement à l'étape de broyage (2) et/ou d'aplatissement de la matière céréalière (1).

13. Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, dans lequel la fraction enrichie en bêta-glucanes (11) comprend une quantité de bêta-glucane supérieure ou égale à 10 % en poids, de préférence de 10 à 40 % en poids, de préférence encore de 15 à 25 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction.
14. Procédé selon l'une des revendications 1 à 13, dans lequel la fraction enrichie en amidon (15) comprend une quantité de glucides supérieure ou égale à 40 % en poids, de préférence de 40 à 90 % en poids, de préférence encore de 50 à 85 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction.
15. Procédé selon l'une des revendications 1 à 14, dans lequel la fraction enrichie en protéines (14) comprend une quantité de protéines supérieure ou égale à 15 % en poids, de préférence de 15 à 35 % en poids, de préférence encore de 15 à 30 % en poids, plus préférentiellement de 20 à 30 % en poids, par rapport au poids total de matière sèche de la fraction.