

(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
05 novembre 2020 (05.11.2020)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2020/221978 A1

(51) Classification internationale des brevets :

A23J 1/14 (2006.01) A23L 13/40 (2016.01)
A23J 3/14 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/FR2020/050726

(22) Date de dépôt international :

29 avril 2020 (29.04.2020)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

19 04521 29 avril 2019 (29.04.2019) FR

(71) Déposant : **ROQUETTE FRERES** [FR/FR] ; 1 rue de la Haute Loge, 62136 LESTREM (FR).

(72) Inventeurs : **LAROCHE, Christophe** ; 44 rue Pipon, 35300 FOUGERES (FR). **CALMON, Lucile** ; 7 rue de Toul, Appartement 53, 59800 LILLE (FR).

(74) Mandataire : **PLASSERAUD IP** ; 66 rue de la Chaussée d'Antin, 75440 PARIS CEDEX 09 (FR).

(81) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible*) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée:

- avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues (règle 48.2(h))

(54) Title: GELLING LEGUMINOUS PROTEIN

(54) Titre : PROTEINE DE LEGUMINEUSE GELIFIANTE

(57) Abstract: The invention relates to a leguminous protein composition having an improved gel strength at neutral pH and to a method for the production thereof.

(57) Abrégé : L'invention porte sur une composition protéique de légumineuse ayant une force de gel améliorée à pH neutre ainsi que son procédé de production.



WO 2020/221978 A1

PROTEINE DE LEGUMINEUSE GELIFIANTE

Domaine technique

[1] L'invention relève du domaine des protéines végétales, en particulier des
5 isolats protéiques de légumineuse, encore plus particulièrement des isolats
protéiques de pois.

Technique antérieure

[2] Les besoins quotidiens humains en protéines sont compris entre 12 et
20% de la ration alimentaire. Ces protéines sont fournies aussi bien par des
10 produits d'origine animale (viandes, poissons, œufs, produits laitiers) que par des
produits d'origine végétale (céréales, légumineuses, algues).

[3] Cependant, dans les pays industrialisés, les apports en protéines sont
majoritairement sous la forme de protéines d'origine animale. Or, de nombreuses
études démontrent qu'une consommation excessive de protéines d'origine
15 animale au détriment des protéines végétales est une des causes d'augmentation
de cancers et maladies cardio-vasculaires.

[4] Par ailleurs, les protéines animales présentent beaucoup de
désavantages, tant sur le plan de leur allergénicité, concernant notamment les
protéines issues du lait ou des œufs, que sur le plan environnemental en relation
20 avec les méfaits de l'élevage intensif.

[5] Ainsi, il existe une demande croissante des industriels pour des composés
d'origine végétale possédant des propriétés nutritionnelles et fonctionnelles
intéressantes sans pour autant présenter les inconvénients de composés d'origine
animale.

25 [6] Le soja a été, et reste, la première alternative végétale aux protéines
animales. L'utilisation du soja possède néanmoins des désavantages certains. La
graine de soja est plus que fréquemment d'origine OGM et l'obtention de sa
protéine passe par une étape de déshuilage utilisant du solvant.

[7] Depuis les années 70, les légumineuses à graines, dont en particulier le pois, se sont fortement développé en Europe, majoritairement en France, comme ressource protéique alternative aux protéines animales à destination de l'alimentation animale et humaine. Le pois contient environ 27 % en poids de matières protéiques. Le terme « pois » est ici considéré dans son acception la plus large et inclut en particulier toutes les variétés sauvages de « pois lisse » (« smooth pea »), et toutes les variétés mutantes de « pois lisse » et de « pois ridé » (« wrinkled pea »), et ce quelles que soient les utilisations auxquelles on destine généralement lesdites variétés (alimentation humaine, nutrition animale et/ou autres utilisations). Ces graines sont non-OGM et ne nécessitent pas de déhuilage solvanté.

[8] La protéine de pois, majoritairement de la globuline de pois, est extraite et valorisée industriellement depuis bon nombre d'années. On peut citer, comme exemple de procédé d'extraction de la protéine de pois, le brevet EP1400537. Dans ce procédé, la graine est broyée en absence d'eau (procédé dit de « broyage à sec ») afin d'obtenir une farine. Cette farine sera ensuite mise en suspension dans de l'eau afin d'en extraire la protéine. D'autres procédés d'extraction de protéines de légumineuses sont également décrits dans les documents US4060203 A, FR2889416 A1 et WO 2011/124862 A1. Le document JP55-131351 A décrit la fabrication d'un isolat de protéine de soja dans laquelle une farine, sous forme de fines particules, est mise en solution aqueuse, et une fraction protéique est précipitée en mettant ladite solution aqueuse à pH acide. La solution de protéine précipitée est ensuite neutralisée puis traitée thermiquement, et éventuellement atomisée, afin de former un isolat de protéine de soja.

[9] Les protéines de légumineuses, et en particulier celle de pois, sont cependant nettement moins gélifiantes que celles de soja. Comme présenté dans « Accessing gelling ability of vegetable proteins using rheological and fluorescence techniques » (Bastistaa & al., International Journal of Biological Macromolecules 36 (2005) 135–143, 2005), les protéines de pois et de lupin sont présentées comme moins gélifiantes que la protéine de soja.

[10] Il est donc d'intérêt d'obtenir une protéine de légumineuse, en particulier un isolat protéique de légumineuse, encore plus particulièrement un isolat protéique de pois dont le pouvoir gélifiant ou la force de gel est amélioré. Ces protéines de légumineuses peuvent être intégrées dans des produits alimentaires ou pharmaceutiques. Ces produits peuvent présenter des pH très variables, allant de 4 à 9. Toutefois, dans de nombreuses applications, telles que les substituts de viande ou de poisson, ces protéines sont mises en œuvre à « pH neutre », *i.e.* un pH allant d'environ 6 à environ 8. A titre d'exemple, on peut citer les substituts de viande et de poisson dans lesquels de telles protéines sont utiles pour faire adhérer, après gélification, d'autres protéines texturées entre elles. C'est ainsi qu'il est particulièrement avantageux de pouvoir fournir de nouvelles protéines de légumineuses présentant, comme propriété fonctionnelle améliorée, une force de gel supérieure à pH neutre.

[11] Il y a déjà eu des tentatives de réduire la taille de particules d'isolats et de concentrats de protéines et d'étudier les propriétés fonctionnelles des compositions résultantes. Par exemple, le document Sun et al. (Reduction of particle size based on superfine grinding: *Effects on structure, rheological and gelling properties of whey protein concentrate*, Journal of Food Engineering, Vol. 186, 2016, Pages 69-76) décrit le broyage d'un concentré de protéines de lactosérum utilisant un broyeur à nano-billes. Différentes propriétés des protéines sont étudiées parmi lesquelles la taille de particules, les forces de gel à différents pH, la coloration et la structure par infra-rouge. En ce qui concerne les forces de gel, il résulte du broyage des compositions protéiques présentant, par rapport aux protéines avant broyage, des protéines aux forces de gel à pH acide (4,5) plus fortes et aux forces de gel à pH neutre (6,5) et basique (8,5) plus faibles.

[12] Le document Hayakawa et al. (*Microparticulation by Jet Mill Grinding of Protein Powders and Effects on Hydrophobicity*, Journal of Food Science, Vol. 58, Issue n°5, 1993, pages 1026-1029) décrit quant à lui la microparticulation de protéines de type caséine et blanc d'œuf, ainsi que de fibres de soja en utilisant un broyeur à jets d'air. Ce document ne décrit pas de protéines de légumineuses. Il ne décrit pas non plus d'augmentation de la force de gel des protéines.

[13] Le document Liu et al. (*Ball-milling changed the physicochemical properties of SPI and its cold-set gels*, Journal of Food Engineering, Vol.195, 2017, pages 158-165) décrit l'utilisation de broyeur à billes de type planet BM et Mixer Mill MM400 sur un isolat de protéine de soja, pour en réduire légèrement la taille de particules (taille moyenne de 80 μm). Toutefois, si la force de gel de cet isolat en conditions acides (en présence de glucono-delta-lactone) a pu être augmentée dans le cas du broyage utilisant un broyeur de type Mixer Mill MM400, cette augmentation reste très faible (une augmentation maximale de l'ordre de 30%). Par ailleurs, le broyage par le broyeur de type planet BM n'a conduit à aucune différence sur les forces de gel observées. Egalement, ce document n'étudie pas la force de gel des protéines mises en œuvre à pH neutre.

[14]

Description générale de l'invention

[15] Selon un premier aspect de l'invention, il est proposé une composition protéique de légumineuse, la légumineuse étant notamment choisie parmi le pois, le lupin et la féverole, caractérisée en ce que la force de gel de la composition protéique selon le test A est supérieure à 200 Pa, préférentiellement supérieure à 250 Pa, encore plus préférentiellement supérieure à 300 Pa et tout préférentiellement supérieure à 350 Pa. De manière préférentielle la composition protéique de légumineuse est un isolat protéique de légumineuse et plus préférentiellement un isolat protéique de pois.

[16] Selon un autre aspect, il est proposé un procédé de production d'une composition protéique selon l'invention, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 1) mise en œuvre de graines de légumineuses, préférentiellement choisie entre le pois, le lupin et la féverole;
- 2) broyage des graines et réalisation d'une suspension aqueuse;
- 3) séparation par force centrifuge des fractions insolubles;
- 4) coagulation des protéines par chauffage au pH isoélectrique à une température comprise entre 55°C +/- 2°C et 65°C +/- 2°C, préférentiellement 60°C +/- 2°C, pendant un temps compris entre 3,5 min et 4,5 min, préférentiellement 4 min;

- 5) récupération du floc protéique coagulé par centrifugation;
- 6) rectification du pH à une valeur comprise entre $6 \pm 0,5$ et $9 \pm 0,5$;
- 7) optionnellement, traitement thermique;
- 8) séchage du floc protéique coagulé ;
- 5 9) broyage du floc protéique coagulé par un broyeur à jets d'air et séché afin d'obtenir une taille de particules D90 inférieure à 20 microns, préférentiellement inférieure à 15 microns, encore plus préférentiellement inférieure à 10 microns.

[17] Selon un dernier aspect de l'invention, il est proposé les utilisations industrielles, dans un produit alimentaire ou pharmaceutique, en particulier
10 alimentaires animales et humaines, de la composition protéique de légumineuse, préférentiellement de l'isolat protéique de légumineuse, choisi entre le pois, le lupin et la féverole, encore plus préférentiellement de l'isolat protéique de pois selon l'invention.

[18] L'invention sera mieux comprise grâce à la description détaillée ci-
15 dessous.

Description détaillée de l'invention

[19] Selon un premier aspect de l'invention, il est donc proposé une composition protéique de légumineuse, la légumineuse étant notamment choisie parmi le pois, le lupin et la féverole, caractérisée en ce que la force de gel de la
20 composition protéique selon le test A est supérieure à 200 Pa, préférentiellement supérieure à 250 Pa, encore plus préférentiellement supérieure à 300Pa et tout préférentiellement supérieure à 350 Pa. La légumineuse est tout préférentiellement le pois. A titre d'exemple, la force de gel de la composition protéique selon le test A peut être inférieure à 450 Pa, par exemple inférieure à
25 400 Pa. De manière préférentielle la composition protéique de légumineuse est un isolat protéique de légumineuse et plus préférentiellement un isolat protéique de pois.

[20] Le terme « composition protéique » doit se comprendre dans la présente demande comme une composition obtenue par extraction et raffinage, la dite
30 composition comportant des protéines, macromolécules formées d'une ou de

plusieurs chaînes polypeptidiques constituées de l'enchaînement de résidus d'acides aminés liés entre eux par des liaisons peptidiques. Dans le cadre particulier des protéines de pois, la présente invention concerne plus particulièrement les globulines (environ 50-60% des protéines du pois). Les globulines de pois se subdivisent principalement en trois sous-familles : les légumineuses, les vicilines et les convicilines.

[21] Par « légumineuse », on comprendra dans la présente demande la famille de plantes dicotylédones de l'ordre des *Fabales*. C'est l'une des plus importantes familles de plantes à fleurs, la troisième après les *Orchidaceae* et les *Asteraceae* par le nombre d'espèces. Elle compte environ 765 genres regroupant plus de 19 500 espèces. Plusieurs légumineuses sont d'importantes plantes cultivées parmi lesquelles le soja, les haricots, les pois, le pois chiche, la féverole, l'arachide, la lentille cultivée, la luzerne cultivée, différents trèfles, les fèves, le caroubier, la réglisse, le lupin.

[22] Par « pouvoir gélifiant », on entend la propriété fonctionnelle consistant en l'habilité d'une composition protéique à former un gel ou un réseau, faisant augmenter la viscosité et faisant générer un état de la matière intermédiaire entre les états liquides et solides. On peut également utiliser le terme « force de gel ». Pour quantifier ce pouvoir gélifiant, il est donc nécessaire de générer ce réseau et d'évaluer sa force. Pour effectuer cette quantification, dans la présente invention, on utilise le test A dont la description est la suivante :

- [23]**
- 1) Solubilisation à 60°C +/- 2°C de la composition protéique testée dans de l'eau titrant 15% +/- 2% en matière sèche et à pH 7;
 - 2) Agitation pendant 5 min à 60°C +/- 2°C;
 - 3) Refroidissement à 20°C +/- 2°C et agitation durant 24 heures à 350 tr/min;
 - 4) Mise en œuvre de la suspension dans un rhéomètre à contrainte imposée équipé avec un cylindre concentrique;
 - 5) Mesure des modules élastiques G' et modules visqueux G'' en appliquant un profil de température suivant:
 - a. Phase 1: Mesure du paramètre G' après stabilisation à 20°C +/- 2°C et chauffage d'une température de 20°C +/- 2°C à une température de 80°C +/-

2°C en 10 minutes;

b. Phase 2: stabilisation à une température de 80°C $\pm$ 2°C pendant 110 minutes;

c. Phase 3: refroidissement d'une température de 80°C $\pm$ 2°C à une température de 20°C $\pm$ 2°C en 30 min et mesure de G'2 après stabilisation à 20°C $\pm$ 2°C ;

5 6) Calcul du pouvoir gélifiant égal à G'2 – G'1.

[24] De manière préférée, les rhéomètres à contrainte imposée sont choisis parmi les modèles DHR 2 (TA, instruments) et MCR 301 (Anton Paar), avec un mobile de type cylindre concentrique. Ils possèdent un système de régulation de température à effet Peltier. Afin d'éviter les problèmes d'évaporation à haute
10 température, de l'huile de paraffine est ajoutée sur les échantillons.

[25] Un « rhéomètre » au sens de l'invention est un appareil de laboratoire capable de faire des mesures relatives à la rhéologie d'un fluide ou d'un gel. Il applique une force à l'échantillon. Généralement de faible dimension caractéristique (très faible inertie mécanique du rotor), il permet d'étudier
15 fondamentalement les propriétés mécaniques d'un liquide, d'un gel, d'une suspension, d'une pâte, etc., en réponse à une force appliquée.

[26] Les modèles dits « à contrainte imposée » permettent, en appliquant une sollicitation sinusoïdale (mode oscillation), de déterminer les grandeurs viscoélastiques intrinsèques de la matière, qui dépendent notamment du temps
20 (ou de la vitesse angulaire ω) et de la température. En particulier, ce type de rhéomètre permet d'accéder au module complexe G*, permettant lui-même d'avoir accès aux modules G' ou partie élastique et G'' ou partie visqueuse;

[27] Les trois premières étapes consistent en une remise en suspension de la protéine dans de l'eau, dans des conditions précises permettant de maximiser la
25 mesure postérieure.

[28] L'eau choisie est préférentiellement de l'eau osmosée, mais on peut également utiliser de l'eau potable.

[29] Sa température est de 60°C $\pm$ 2°C lors de la remise en suspension initiale (1ère et 2ème étapes) puis de 20°C $\pm$ 2°C après solubilisation pendant 24h et
30 refroidissement avant mesure (3ème étape). D'une manière générale et sauf

indication contraire, lorsqu'une température est donnée dans la présente description, elle comprend toujours une variation de $\pm 2^{\circ}\text{C}$, par exemple $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ou $80^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

[30] On ajoute une quantité définie de protéine dans ladite eau afin d'obtenir
5 une suspension titrant $15\% \pm 2\%$ en matière sèche. Pour ce faire, on utilise le matériel bien connu de l'homme du métier tel que béchers, barreaux magnétiques. Agiter un volume de 50mL pendant minimum 10h à 350 tr/min à température ambiante. D'une manière générale et sauf indication contraire, les teneurs en matières sèches données dans la présente description comprennent toujours une
10 variation de $\pm 2\%$, par exemple $15\% \pm 2\%$. Le pH est ajusté à $7 \pm 0,5$ à l'aide d'un pHmètre et de réactifs acido-basiques, comme bien connu dans l'art antérieur.

[31] La quatrième étape consiste à introduire l'échantillon dans le rhéomètre en couvrant celui-ci avec une fine couche d'huile afin de limiter l'évaporation.

[32] On applique alors lors de la cinquième étape un barème de température
15 suivant : a. Phase 1 : chauffage d'une température de $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ à une température de $80^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ en 10 minutes ; b. Phase 2 : stabilisation à une température de $80^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant 110 minutes ; c. Phase 3 : refroidissement d'une température de $80^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ à une température de $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ en 30 min.

[33] La mesure du paramètre G' est effectuée en continu pendant ce barème
20 et est enregistrée.

[34] La sixième et dernière étape du test A consiste en l'exploitation de l'enregistrement. On extrait deux valeurs : $G'1$ = valeur de G' en début de phase 1 après stabilisation à $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ et $G'2$ = valeur de G' en fin de phase 3 après stabilisation à $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

25 **[35]** Le pouvoir gélifiant est égal à $G'2 - G'1$.

[36] De manière préférentielle, la composition protéique de légumineuse selon l'invention présente une richesse en protéine supérieure à 80%, préférentiellement supérieure à 85%, encore plus préférentiellement supérieure à 90% en poids de matière sèche par rapport au poids total de la matière sèche.

[37] La richesse en protéine est mesurée par toute technique bien connue de l'homme du métier. De préférence, on réalise un dosage de l'azote total (en pourcentage en poids d'azote par rapport au poids sec total de la composition) et on multiplie le résultat par le coefficient 6,25. Cette méthodologie bien connue
5 dans le domaine des protéines végétales se base sur le constat que les protéines contiennent en moyenne 16% d'azote. Toute méthode de dosage de la matière sèche bien connue de l'homme du métier peut être également utilisée.

[38] De manière encore plus préférentielle, la composition protéique présente une taille de particules D90 inférieure à 20 microns, préférentiellement inférieure à
10 15 microns, encore plus préférentiellement inférieure à 10 microns.

[39] Par « D90 », on entend dans la présente invention la taille de particules en microns séparant en deux populations en nombre contenant respectivement 90% et 10% de l'ensemble des particules totale de la composition protéique.

[40] Pour effectuer cette mesure du D90, on utilise préférentiellement un
15 granulomètre laser, encore plus préférentiellement le Mastersizer 2000 de la société Malvern. Les paramètres utilisés sont les suivants : Utilisation en voie liquide, dispersion dans de l'alcool éthylique ; Indice de réfraction : 1,52 ; Indice d'absorption : 0,1 ; pas d'utilisation d'ultrasons.

[41] Préférentiellement, la composition protéique selon l'invention présente une
20 solubilité à pH neutre importante. Pour quantifier la solubilité de la composition protéique, on utilise selon la présente invention le test B. Ce test B consiste en les étapes suivantes :

[42] Dans un bécher de 400 mL, on introduit 150 g d'eau distillée à une température de 20°C +/- 2°C sous agitation avec un barreau magnétique et on
25 ajoute précisément 5 g d'échantillon de protéine de légumineuse à tester. Si besoin, on ajuste le pH à 7 avec NaOH 0,1 N ou HCl 0,1 N. On complète le contenu en eau pour atteindre 200 g d'eau. On mélange pendant 30 minutes à 1000 rpm et on centrifuge pendant 15 minutes à 3000 g. On collecte 25 g du surnageant que l'on introduit dans un cristalliseur préalablement séché et taré. On
30 place le cristalliseur dans une étuve à 103°C +/- 2°C pendant 1 heure. On le place

ensuite dans un dessiccateur (avec agent déshydratant) pour refroidir à température ambiante et on le pèse.

[43] La solubilité correspond au contenu en matières sèches solubles, exprimé en % en poids par rapport au poids de l'échantillon. La solubilité est calculée avec la formule suivante :

[44] [Math. 1]

$$\% \text{ solubilité} = \frac{(m1 - m2) \times (200 + P)}{P1 \times P} \times 100$$

où :

P = poids, en g, de l'échantillon = 5 g

m1 = poids, en g, du cristalliseur après séchage

10 m2 = poids, en g, du cristalliseur vide

P1 = poids, en g, de l'échantillon collecté = 25 g

[45] Avantageusement, la solubilité de la composition protéique de l'invention selon le test B va de 30 à 65%, par exemple de 33 à 62%, notamment de 38 à 15 60%.

[46] Un avantage supplémentaire de l'invention est qu'il est possible d'augmenter les propriétés gélifiantes des protéines de pois, tout en maintenant leur solubilité. Or, ces propriétés peuvent apparaître comme difficilement conciliables : par exemple, une augmentation de la solubilité d'une protéine en effectuant une protéolyse se combine avec une perte de ses propriétés gélifiantes. Sans être liée à une quelconque théorie, ceci s'explique par le fait que, généralement, pour obtenir la formation d'un gel protéique, il faut, une fois les protéines agrégées, que celles-ci forment un réseau. En conséquence, les protéines gélifiantes étant plus grosses, même une fois remises en solution, 20 celles-ci présentent généralement une solubilité moins bonne. Or, l'invention permet de concilier les deux propriétés.

[47] Selon un autre aspect, il est proposé un procédé permettant de produire une composition protéique de légumineuse selon l'invention caractérisé en ce qu'il

comprend les étapes suivantes :

- 1) mise en œuvre de graines de légumineuses, préférentiellement choisie entre le pois, le lupin et la féverole;
- 2) broyage des graines et réalisation d'une suspension aqueuse;
- 5 3) séparation par force centrifuge des fractions insolubles;
- 4) coagulation des protéines par chauffage au pH isoélectrique à une température comprise entre $55^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ et $65^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, préférentiellement $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, pendant un temps compris entre 3,5 min et 4,5 min, préférentiellement 4 min ;
- 5) récupération du floc protéique coagulé par centrifugation ;
- 10 6) rectification du pH à une valeur comprise entre $6 \pm 0,5$ et $9 \pm 0,5$;
- 7) optionnellement, traitement thermique ;
- 8) séchage du floc protéique coagulé ;
- 9) broyage du floc protéique coagulé par un broyeur à jets d'air afin d'obtenir une taille de particules D90 inférieure à 20 microns, préférentiellement inférieure à 15
- 15 microns, encore plus préférentiellement inférieure à 10 microns.

[48] Le procédé démarre donc par une étape 1) de mise en œuvre de graines de légumineuses, préférentiellement choisie entre le pois, le lupin et la féverole.

[49] Lorsque la légumineuse choisie est le pois, les pois mis en œuvre dans l'étape 1) auront pu subir au préalable des étapes bien connues de l'homme du métier, telles que notamment un nettoyage (élimination des particules non désirées telles que pierres, insectes morts, résidus de terre, etc.) ou bien encore l'élimination des fibres externes du pois (enveloppe externe cellulosique) par une étape bien connue appelée « dehulling ».

[50] Des traitements visant à améliorer l'organoleptique tels qu'un chauffage à sec (ou roasting) ou un blanchiment par voie humide sont également possibles. Pour le blanchiment, la température est préférentiellement comprise entre $70^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ et $90^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ et le pH est ajusté entre $8 \pm 0,5$ et $10 \pm 0,5$, préférentiellement à $9 \pm 0,5$. Ces conditions sont maintenues pendant 2 à 4 min, préférentiellement pendant 3 min.

30 **[51]** Le procédé selon l'invention comprend une étape 2) de broyage des graines et réalisation d'une suspension aqueuse. Si les grains sont déjà en

présence d'eau, l'eau est conservée mais peut également être renouvelée, et les grains sont directement broyés. Si les grains sont secs, on réalise tout d'abord une farine et celle-ci est mise en suspension dans l'eau.

[52] Le broyage est effectué par tout type de technologie adéquate connu de l'homme du métier tel que des broyeurs à billes, des broyeurs coniques, des broyeurs hélicoïdaux, des broyeurs à jets d'air ou bien des systèmes rotor/rotor.

[53] Lors du broyage, de l'eau peut être ajoutée de manière continue ou discontinue, au début, au milieu ou en fin de broyage, afin d'obtenir en fin d'étape une suspension aqueuse de pois broyés titrant entre 15% et 25% en poids de matière sèche (MS), préférentiellement 20% en poids de MS, par rapport au poids de ladite suspension.

[54] En fin de broyage, un contrôle du pH peut être effectué. De préférence, le pH de la suspension aqueuse de pois broyés en fin d'étape 2 est ajusté entre 5,5 +/- 0,5 et 10 +/- 0,5, par exemple le pH est ajusté va de 6 +/- 0,5 à 9 +/- 0,5. Alternativement le pH est ajusté entre 8 +/- 0,5 et 10 +/- 0,5, par exemple le pH est ajusté à 9. La rectification de pH peut être effectuée par ajout d'acide et/ou de base, par exemple de la soude ou de l'acide chlorhydrique.

[55] Le procédé selon l'invention consiste ensuite en une étape 3) de séparation par force centrifuge des fractions insolubles. Celle-ci sont majoritairement constituées d'amidon et de polysaccharides appelés « fibres internes ». On concentre ainsi les protéines solubles dans le surnageant.

[56] Le procédé selon l'invention comprend une étape 4) de coagulation des protéines par chauffage au pH isoélectrique à une température comprise entre 55°C +/- 2°C et 65°C +/- 2°C, préférentiellement 60°C +/- 2°C, pendant un temps compris entre 3,5 min et 4,5 min, préférentiellement 4 min. Le but est ici de séparer les protéines de pois d'intérêt des autres constituants du surnageant de l'étape 3). Un tel exemple de procédé est par exemple décrit dans le brevet EP1400537 de la Demanderesse, du paragraphe 127 au paragraphe 143. Il est capital de bien contrôler le barème temps/température : comme il sera exemplifié ci-après dans la partie exemple, ces paramètres sont clés afin d'obtenir une composition protéique gélifiante selon l'invention.

[57] L'étape 5) suivante consiste en la récupération du floc protéique coagulé par centrifugation. On sépare ainsi les fractions solides ayant concentré les protéines, des fractions liquides ayant concentré les sucres et les sels.

[58] Dans une étape 6), le floc est remis en suspension dans de l'eau et son pH est rectifié à une valeur comprise entre $6 \pm 0,5$ et $9 \pm 0,5$. La matière sèche est ajustée entre 10% et 20%, préférentiellement 15% en poids de matière sèche par rapport au poids de ladite suspension. Le pH est ajusté à l'aide de tout réactif(s) acide(s) et basique(s). L'utilisation d'acide ascorbique, d'acide citrique et de potasse, de soude sont préférés.

[59] Il est possible de réaliser une étape 7), optionnelle, consistant en un traitement thermique visant à garantir la qualité microbiologique de la protéine. Ce traitement thermique peut également servir à fonctionnaliser la composition protéique. Il est donc préférentiellement effectué selon un barème classique de $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ à $160^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant 0,01s à 3s, préférentiellement entre 1 et 2 secondes suivi d'un refroidissement immédiat.

[60] Dans une étape 8), le floc protéique coagulé est séché pour atteindre une matière sèche supérieure à 80%, préférentiellement supérieure à 90% en poids de matière sèche par rapport au poids de ladite matière sèche. On utilise pour ce faire toute technique bien connue de l'homme du métier comme par exemple la lyophilisation ou bien encore l'atomisation. L'atomisation est la technologie préférée, en particulier l'atomisation à multiple effet.

[61] La teneur en matière sèche est mesurée par toute méthode bien connue de l'homme de l'art. De manière préférentielle, la méthode dite « par dessiccation » est utilisée. Elle consiste à déterminer la quantité d'eau évaporée par chauffage d'une quantité connue d'un échantillon de masse connue : On pèse l'échantillon au départ et on mesure une masse m_1 en g ; On évapore l'eau en plaçant l'échantillon dans une enceinte chauffée jusqu'à stabilisation de la masse de l'échantillon, l'eau étant complètement évaporée (de préférence, la température est de 105°C sous pression atmosphérique), on pèse l'échantillon final et on mesure une masse m_2 en g. La matière sèche est obtenue par le calcul suivant : $(m_2 / m_1) \times 100$.

[62] La dernière étape 9) est tout comme l'étape 4) précédente, clé pour l'obtention de la composition protéique selon l'invention. Elle consiste en un broyage du floc protéique coagulé et séché afin d'obtenir une taille de particules D90 inférieure à 20 microns, préférentiellement inférieure à 15 microns, encore plus préférentiellement inférieure 10 microns. On utilise dans cette étape du procédé de l'invention un broyeur à jets d'air. On préfère néanmoins l'utilisation d'un broyeur à jets d'air opposés, encore plus préférentiellement le Netzsch CGS10. Ce type de broyeurs opère la réduction de taille en générant des collisions : les particules, accélérées par des jets de gaz à grande vitesse sont fragmentées par choc.

[63] Dans un procédé avantageux de l'invention, la force de gel de la composition protéique selon le test A est d'au moins 150% de la force de gel du floc protéique séché à l'étape 8, avantageusement d'au moins 200%, par exemple d'au moins 300%. La force de gel de la composition protéique selon le test A peut être, par exemple, d'au plus 600% de la force de gel du floc protéique séché à l'étape 8.

[64] Comme susmentionné, un des avantages de l'invention est que la solubilité de la protéine peut être maintenue lors de l'étape de broyage. Avantageusement, la solubilité de la composition protéique selon le test B est d'au moins 75% de la solubilité du floc protéique séché à l'étape 8, avantageusement d'au moins 90%.

[65] Un avantage de l'invention est que les compositions protéiques de l'invention peuvent présenter une force de gel plus importante à différents pH, et en particulier à pH neutre, comme dans les conditions du test A. L'utilisation de la composition protéique selon l'invention est avantageuse dans tout type de produit alimentaire et pharmaceutique : le produit alimentaire ou pharmaceutique peut avoir un pH allant de 4 à 9, par exemple de 5 à 8,5, notamment de 6 à 8 ou encore d'environ 7.

[66] Selon un dernier aspect de l'invention, il est proposé les utilisations industrielles, en particulier alimentaires animales et humaines, de la composition protéique de légumineuse, préférentiellement de l'isolat protéique de légumineuse,

choisi entre le pois, le lupin et la féverole, encore plus préférentiellement de l'isolat protéique de pois selon l'invention.

[67] Du fait de son pouvoir gélifiant amélioré, la composition protéique selon l'invention est particulièrement adaptée pour les applications alimentaires telles que les yaourts végétaux ou les succédanés de viandes (« meat-analogs » en anglais). Elle peut notamment être utilisée dans des substituts de viande ou de poisson. Elle peut notamment être utilisée comme agent liant, par exemple comme agent liant utile à la fabrication de substituts de viande ou de poisson. Un autre aspect de l'invention est donc un substitut de viande ou de poisson comprenant la composition protéique de l'invention.

[68] L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples non-limitatifs ci-dessous.

Exemples

[69] Exemple 1 : Production d'une composition protéique de légumineuse selon l'invention

[70] Après décorticage des fibres externes sur broyeur à marteaux, on broie des graines de pois afin d'obtenir une farine. Celle-ci est ensuite mise à tremper dans de l'eau à la concentration finale de 25 % en poids de matière sèche par rapport au poids de ladite suspension, à un pH de 6,5, pendant 30 minutes à température ambiante. La suspension de farine à 25 % en poids de matière sèche est alors introduite dans une batterie d'hydrocyclones, séparant une phase légère constituée du mélange protéines, fibres internes (pulpes) et solubles et une phase lourde, renfermant l'amidon. La phase légère en sortie d'hydrocyclones est ensuite amenée à une teneur en matière sèche de 10,7 % par rapport au poids de ladite suspension. On procède à la séparation des fibres internes par passage sur des décanteurs centrifuges de type WESTFALIA. La phase légère en sortie de décanteur centrifuge renferme un mélange de protéines et de solubles, tandis que la phase lourde renferme les fibres de pois.

On procède à la coagulation des protéines à leur point isoélectrique par ajustement de la phase légère de sortie de décanteur centrifuge à un pH de 4,6 et

chauffage à 60°C de cette solution pendant 4 min. Après coagulation des protéines, on récupère un floc protéique. Celui-ci est remis en suspension à 15,1% de matière sèche par rapport au poids de ladite suspension dans de l'eau potable. Le pH de la suspension est rectifié à une valeur de 7 avec de la potasse. On

5 réalise enfin un traitement thermique à 130°C pendant 0,4s suivi d'un refroidissement flash. La suspension est enfin atomisée sur un atomiseur NIRO à multiple-effet MSD, la température d'entrée de l'air étant de 180°C, et celle de sortie étant de 80°C. La poudre obtenue tirait 92,3% de matière sèche par rapport au poids total de la matière sèche dont 85,5% de protéines. Cette poudre est

10 appelée « Base pour composition selon l'invention »

Cette poudre a ensuite été broyée à l'aide d'un broyeur à jets d'air opposés Netzsch CGS10 afin d'obtenir une poudre dont la taille de particules D90 est de 7,3 microns.

La composition protéique en poudre obtenue est appelée « Composition protéique

15 micronisée selon l'invention ».

[71] Exemple 2 : Exemple comparatif visant à démontrer l'influence du barème de chauffage de la composition protéique lors de la coagulation de celle-ci

[72] Le but de cet exemple est de démontrer l'impact du barème de coagulation sur les fonctionnalités de la composition protéique selon l'invention.

20 **[73]** Après décorticage des fibres externes sur broyeur à marteaux, on broie des graines de pois afin d'obtenir une farine. Celle-ci est ensuite mise à tremper dans de l'eau à la concentration finale de 25,1 % en poids de matière sèche par rapport au poids de ladite suspension, à un pH de 6,5, pendant 30 minutes à température ambiante. La suspension de farine à 25 % en poids de matière

25 sèche est alors introduite dans une batterie d'hydrocyclones, séparant une phase légère constituée du mélange protéines, fibres internes (pulpes) et solubles et une phase lourde, renfermant l'amidon. La phase légère en sortie d'hydrocyclones est ensuite amenée à une teneur en matière sèche de 11,2 % par rapport au poids de ladite suspension. On procède à la séparation des fibres internes par passage sur

30 des décanteurs centrifuges de type WESTFALIA. La phase légère en sortie de

décanteur centrifuge renferme un mélange de protéines et de solubles, tandis que la phase lourde renferme les fibres de pois.

- On procède à la coagulation des protéines à leur point isoélectrique par ajustement de la phase légère de sortie de décanteur centrifuge à un pH de 4,6 et
- 5 chauffage à 70°C de cette solution pendant 4 min. Après coagulation des protéines, on récupère un floc protéique. Celui-ci est remis en suspension à 14,9% de matière sèche par rapport au poids de ladite suspension dans de l'eau potable. Le pH de la suspension est rectifié à une valeur de 7 avec de la potasse. On
- 10 réalise enfin un traitement thermique à 130°C pendant 0,4s suivi d'un refroidissement flash. La suspension est enfin atomisée sur un atomiseur NIRO à multiple-effet MSD, la température d'entrée de l'air étant de 180°C, et celle de sortie étant de 80°C. La poudre obtenue tire à 91,9% de matière sèche par rapport au poids total de la matière sèche dont 84,9% de protéines. Cette poudre est appelée « Base pour Composition protéique comparative n°1 ».
- 15 Cette poudre a ensuite été broyée à l'aide d'un broyeur à jets d'air opposés Netzsch CGS10 afin d'obtenir une poudre dont la taille de particules D90 est de 8,2 microns.

La composition protéique en poudre obtenue est appelée « Composition protéique micronisée comparative n°1 ».

- 20 **[74]** Exemple 3 : Comparaison des différentes compositions protéiques obtenues dans les exemples 1 et 2

[75] Afin de comparer les compositions protéiques, on utilise le Test A tel que décrit précédemment, ainsi que la matière sèche et la richesse protéique :

[76] [Tableau 1]

	Base pour composition protéique selon l'invention	Composition protéique micronisée selon l'invention	Base pour composition protéique comparative n°1	Composition protéique micronisée comparative n°1
Matière sèche (%)	92,3	96,7	91,9	96,5
Richesse protéique (% Matière sèche)	85,5	85,0	84,9	86,1

Pouvoir gélifiant (Pa) selon le Test A	98	375	103	109
D90 (en microns)	233,2	7,3	187,1	8,2

[77] Le Tableau 1 ci-dessus démontre sans équivoque l'extrême importance de la synergie du barème de température de coagulation et de la réduction de la granulométrie à une taille de particules D90 inférieure à 10 microns, afin de maximiser le pouvoir gélifiant. Le pouvoir gélifiant de la composition protéique micronisée selon la présente invention est environs 4 fois plus élevé que la base pour composition protéique selon l'invention, la base pour composition protéique comparative n°1 et la composition protéique micronisée comparative n°1.

[78] Exemple 4 : Production d'une composition protéique de légumineuse selon l'invention

Après décorticage des fibres externes sur broyeur à marteaux, on broie des graines de pois afin d'obtenir une farine. Celle-ci est ensuite mise à tremper dans de l'eau à la concentration finale de 25 % en poids de matière sèche par rapport au poids de ladite suspension, à un pH de 6,5, pendant 30 minutes à température ambiante. La suspension de farine à 25 % en poids de matière sèche est alors introduite dans une batterie d'hydrocyclones, séparant une phase légère constituée du mélange protéines, fibres internes (pulpes) et solubles et une phase lourde, renfermant l'amidon. La phase légère en sortie d'hydrocyclones est ensuite amenée à une teneur en matière sèche de 10 % par rapport au poids de ladite suspension. On procède à la séparation des fibres internes par passage sur des décanteurs centrifuges de type WESTFALIA. La phase légère en sortie de décanteur centrifuge renferme un mélange de protéines et de solubles, tandis que la phase lourde renferme les fibres de pois.

On procède à la coagulation des protéines à leur point isoélectrique par ajustement de la phase légère de sortie de décanteur centrifuge à un pH de 5,0 et chauffage à 60°C de cette solution pendant 4 min. Après coagulation des protéines, on récupère un floc protéique. Celui-ci est remis en suspension à 18 %

de matière sèche par rapport au poids de ladite suspension dans de l'eau potable. Le pH de la suspension est rectifié à une valeur de 7 avec de la soude. On réalise enfin un traitement thermique à 130°C pendant 0,4s suivi d'un refroidissement flash. La suspension est enfin atomisée sur un atomiseur NIRO à multiple-effet

5 MSD, la température d'entrée de l'air étant de 180°C, et celle de sortie étant de 80°C. La poudre obtenue tire 93,2% de matière sèche par rapport au poids total de la matière sèche dont 80,7% de protéines. Cette poudre est appelée « Base 2 pour composition selon l'invention »

Cette poudre a ensuite été broyée à l'aide d'un broyeur à jets d'air opposés

10 Netzsch CGS10 pendant deux durées différentes, de manière à obtenir première poudre dont la taille de particules D90 est de 16,9 microns et une seconde poudre dont la taille de particules D90 est de 7,9 microns. Les compositions protéiques en poudre obtenues sont appelées respectivement « Composition protéique micronisée selon l'invention 2 » et « Composition protéique micronisée selon

15 l'invention 3 ».

Afin de comparer les compositions protéiques, on utilise les Test A et B tels que décrits précédemment, ainsi que la matière sèche et la richesse protéique :

[79] [Tableau 2]

	Base 2 pour composition protéique selon l'invention	Composition protéique micronisée selon l'invention 2	Composition protéique micronisée selon l'invention 3
Matière sèche (%)	93,2	96,2	95,6
Richesse protéique (% Matière sèche)	80,7	81,3	81,7
Pouvoir gélifiant (Pa) selon le Test A	112	229	235
Solubilité (%) selon le Test B	43,5	33,8	42,7
D90 (en microns)	253,2	16,9	7,9

Le Tableau 2 ci-dessus démontre encore qu'il est possible de maximiser le pouvoir gélifiant. Le pouvoir gélifiant des compositions protéiques micronisées selon la présente invention est plus de 2 fois plus élevé. Par ailleurs, il est également possible de maintenir la solubilité de la protéine.

Revendications

[Revendication 1] Composition protéique de légumineuse, la légumineuse étant notamment choisie parmi le pois, le lupin et la féverole, caractérisée en ce que la force de gel de la composition protéique selon le test A est supérieure à 200 Pa.

- 5 **[Revendication 2]** Composition protéique selon la revendication 1 dans laquelle la composition protéique de légumineuse est un isolat protéique de légumineuse.

[Revendication 3] Composition protéique selon la revendication 1 ou 2 dans laquelle la légumineuse est le pois.

- 10 **[Revendication 4]** Composition protéique selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisée en ce qu'elle possède une richesse en protéine supérieure à 80%, préférentiellement supérieure à 85%, encore plus préférentiellement supérieure à 90% en poids de matière sèche par rapport au poids total de la matière sèche.

- 15 **[Revendication 5]** Composition protéique selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisée en ce qu'elle présente une taille de particules D90 inférieure à 20 microns, préférentiellement inférieure à 15 microns, encore plus préférentiellement inférieure à 10 microns.

[Revendication 6] Composition protéique selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisée en ce qu'elle présente une solubilité selon le test B allant de 30 à 65%, par exemple de 33 à 62%, notamment de 38 à 60%.

- 20 **[Revendication 7]** Procédé de production d'une composition protéique selon les revendications 1 à 6 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 1) mise en œuvre de graines de légumineuses, préférentiellement choisie entre le pois, le lupin et la féverole;
- 2) broyage des graines et réalisation d'une suspension aqueuse;
- 25 3) séparation par force centrifuge des fractions insolubles;
- 4) coagulation des protéines chauffage au pH isoélectrique à une température comprise entre 55°C +/- 2°C et 65°C +/- 2°C, préférentiellement 60°C +/- 2°C, pendant un temps compris entre 3,5 min et 4,5 min, préférentiellement 4 min;
- 5) récupération du floc protéique coagulé par centrifugation ;
- 30 6) rectification du pH à une valeur comprise entre 6 +/- 0,5 et 9 +/- 0,5 ;

- 7) optionnellement, traitement thermique ;
- 8) séchage du floc protéique coagulé ;
- 9) broyage du floc protéique coagulé et séché par un broyeur à jets d'air afin d'obtenir une taille de particules D90 inférieure à 20 microns, préférentiellement inférieure à 15 microns, encore plus préférentiellement inférieure à 10 microns.

[Revendication 8] Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce que le traitement thermique de l'étape 7 consiste en un barème de 100°C $\pm$ 2°C à 160°C $\pm$ 2°C pendant 0,01s à 3s, préférentiellement entre 1 et 2 secondes suivi d'un refroidissement immédiat.

- 10 **[Revendication 9]** Procédé selon l'une des revendications 7 à 8 caractérisé en ce que le séchage de l'étape 8 est réalisé par atomisation, de préférence par atomisation à multiple effet.

[Revendication 10] Procédé selon l'une des revendications 7 à 9 caractérisé en ce que le broyage de l'étape 9 est réalisé à l'aide d'un broyeur à jets d'air opposés.

- 15 **[Revendication 11]** Procédé selon l'une des revendications 7 à 10 caractérisé en ce que la force de gel de la composition protéique selon le test A est d'au moins 150% de la force de gel du floc protéique séché à l'étape 8.

[Revendication 12] Utilisation de la composition selon l'une des revendications 1 à 6 dans un produit alimentaire ou pharmaceutique.

- 20 **[Revendication 13]** Utilisation selon la revendication 12 dans laquelle le produit alimentaire ou pharmaceutique a un pH allant de 4 à 9, par exemple de 5 à 8,5, notamment de 6 à 8 ou encore d'environ 7.

[Revendication 14] Utilisation selon la revendication 12 ou 13 caractérisée en ce que le produit est un substitut de viande ou de poisson.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/FR2020/050726

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**A23J 1/14**(2006.01)i; **A23J 3/14**(2006.01)i; **A23L 13/40**(2016.01)i

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)

A23J; 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 practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, BIOSIS

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	FR 2889416 A1 (ROQUETTE FRERES [FR]) 09 February 2007 (2007-02-09) page 3, line 26 - page 4, line 8 page 6, lines 19-26 page 13, line 14 - page 14, line 9 page 17, lines 33-36 example 1; table I	1-14
X	WO 2011124862 A1 (ROQUETTE FRERES [FR]; DHALLEINE CLAIRE [FR]; PASSE DAMIEN [FR]) 13 October 2011 (2011-10-13) page 2, lines 17-20 page 3, lines 14-19 page 5, lines 15-24 page 19, lines 7-13 examples 1, 3; table I	1-14
X	JP S55131351 A (AJINOMOTO KK; NISSHIN FLOUR MILLING CO) 13 October 1980 (1980-10-13) example	1, 2, 4-14



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family 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 application or patent 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

26 August 2020

Date of mailing of the international search report

16 September 2020

Name and mailing address of the ISA/EP

European Patent Office
p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk
Netherlands

Telephone No. (+31-70)340-2040

Facsimile No. (+31-70)340-3016

Authorized officer

Vermeulen, Stéphane

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/FR2020/050726

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4060203 A (EDWARDS RONALD ALEXANDER NIXON ET AL) 29 November 1977 (1977-11-29) column 2, line 50 - column 3, line 60	1-14
X	LIU BOHUI ET AL. "Ball-milling changed the physicochemical properties of SPI and its cold-set gels" <i>JOURNAL OF FOOD ENGINEERING, BARKING, ESSEX, GB</i> , Vol. 195, 04 October 2016 (2016-10-04), pages 158-165 DOI: 10.1016/J.JFOODENG.2016.10.006 ISSN: 0260-8774, XP029805485 figures 2C, 4A, 4B page 163, paragraphs 3.9, 3.10 page 164, paragraph 4.	1, 2, 4-14
X	WO 0037485 A1 (UNIV MCGILL [CA]; ALLI INTEAZ [CA]; ABDOLGADER RAMADAN [CA]) 29 June 2000 (2000-06-29) page 1, lines 6-9 page 2, line 15 - page 3, line 8 page 4, lines 18-28 page 7, line 22 - page 8, line 4	1, 2, 4-6, 12-14
Y	ISAO HAYAKAWA ET AL. "Microparticulation by Jet Mill Grinding of Protein Powders and Effects on Hydrophobicity" <i>JOURNAL OF FOOD SCIENCE</i> , US, Vol. 58, No. 5, 01 September 1993 (1993-09-01), pages 1026-1029 DOI: 10.1111/j.1365-2621.1993.tb06104.x ISSN: 0022-1147, XP055678477 Microparticulation; page 1027, left-hand column figure 3c	1-14
Y	SUN CHANCHAN ET AL. "Reduction of particle size based on superfine grinding: Effects on structure, rheological and gelling properties of whey protein concentrate" <i>JOURNAL OF FOOD ENGINEERING</i> , Vol. 186, October 2016 (2016-10), pages 69-76 XP055678355 4. Conclusions; page 74, right-hand column	1-14

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/FR2020/050726

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)		Publication date (day/month/year)	
FR	2889416	A1	09 February 2007	AT	482625	T	15 October 2010
				CA	2617698	A1	15 February 2007
				EP	1909593	A1	16 April 2008
				ES	2353730	T3	04 March 2011
				FR	2889416	A1	09 February 2007
				US	2008226810	A1	18 September 2008
				WO	2007017572	A1	15 February 2007
WO	2011124862	A1	13 October 2011	CA	2794613	A1	13 October 2011
				CN	102858186	A	02 January 2013
				EP	2555634	A1	13 February 2013
				ES	2575088	T3	24 June 2016
				FR	2958501	A1	14 October 2011
				US	2013017310	A1	17 January 2013
				WO	2011124862	A1	13 October 2011
JP	S55131351	A	13 October 1980	NONE			
US	4060203	A	29 November 1977	NONE			
WO	0037485	A1	29 June 2000	AU	1765000	A	12 July 2000
				US	6569484	B1	27 May 2003
				WO	0037485	A1	29 June 2000

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2020/050726

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. A23J1/14 A23J3/14 A23L13/40 ADD.		
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) A23J 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 cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data, BIOSIS		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	FR 2 889 416 A1 (ROQUETTE FRERES [FR]) 9 février 2007 (2007-02-09) page 3, ligne 26 - page 4, ligne 8 page 6, lignes 19-26 page 13, ligne 14 - page 14, ligne 9 page 17, lignes 33-36 exemple 1; tableau I -----	1-14
X	WO 2011/124862 A1 (ROQUETTE FRERES [FR]; DHALLEINE CLAIRE [FR]; PASSE DAMIEN [FR]) 13 octobre 2011 (2011-10-13) page 2, lignes 17-20 page 3, lignes 14-19 page 5, lignes 15-24 page 19, lignes 7-13 exemples 1, 3; tableau I ----- -/-	1-14
☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ 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'appartenant 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'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention 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 26 août 2020		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 16/09/2020
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Vermeulen, Stéphane

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	JP S55 131351 A (AJINOMOTO KK; NISSHIN FLOUR MILLING CO) 13 octobre 1980 (1980-10-13) Exemple -----	1,2,4-14
X	US 4 060 203 A (EDWARDS RONALD ALEXANDER NIXON ET AL) 29 novembre 1977 (1977-11-29) colonne 2, ligne 50 - colonne 3, ligne 60 -----	1-14
X	LIU BOHUI ET AL: "Ball-milling changed the physicochemical properties of SPI and its cold-set gels", JOURNAL OF FOOD ENGINEERING, BARKING, ESSEX, GB, vol. 195, 4 octobre 2016 (2016-10-04), pages 158-165, XP029805485, ISSN: 0260-8774, DOI: 10.1016/J.JFOODENG.2016.10.006 figures 2C, 4A, 4B page 163, alinéas 3.9, 3.10 page 164, alinéa 4. -----	1,2,4-14
X	WO 00/37485 A1 (UNIV MCGILL [CA]; ALLI INTEAZ [CA]; ABDOLGADER RAMADAN [CA]) 29 juin 2000 (2000-06-29) page 1, lignes 6-9 page 2, ligne 15 - page 3, ligne 8 page 4, lignes 18-28 page 7, ligne 22 - page 8, ligne 4 -----	1,2,4-6, 12-14
Y	ISAO HAYAKAWA ET AL: "Microparticulation by Jet Mill Grinding of Protein Powders and Effects on Hydrophobicity", JOURNAL OF FOOD SCIENCE, vol. 58, no. 5, 1 septembre 1993 (1993-09-01), pages 1026-1029, XP055678477, US ISSN: 0022-1147, DOI: 10.1111/j.1365-2621.1993.tb06104.x Microparticulation; page 1027, colonne de gauche figure 3c -----	1-14
Y	SUN CHANCHAN ET AL: "Reduction of particle size based on superfine grinding: Effects on structure, rheological and gelling properties of whey protein concentrate", JOURNAL OF FOOD ENGINEERING, vol. 186, octobre 2016 (2016-10), pages 69-76, XP055678355, 4. Conclusions; page 74, colonne de droite -----	1-14

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2020/050726

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2889416	A1	09-02-2007	AT 482625 T	15-10-2010
			CA 2617698 A1	15-02-2007
			EP 1909593 A1	16-04-2008
			ES 2353730 T3	04-03-2011
			FR 2889416 A1	09-02-2007
			US 2008226810 A1	18-09-2008
			WO 2007017572 A1	15-02-2007

WO 2011124862	A1	13-10-2011	CA 2794613 A1	13-10-2011
			CN 102858186 A	02-01-2013
			EP 2555634 A1	13-02-2013
			ES 2575088 T3	24-06-2016
			FR 2958501 A1	14-10-2011
			US 2013017310 A1	17-01-2013
			WO 2011124862 A1	13-10-2011

JP S55131351	A	13-10-1980	AUCUN	

US 4060203	A	29-11-1977	AUCUN	

WO 0037485	A1	29-06-2000	AU 1765000 A	12-07-2000
			US 6569484 B1	27-05-2003
			WO 0037485 A1	29-06-2000
