

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

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(10) Numéro de publication internationale
WO 2019/122749 A1

(43) Date de la publication internationale
27 juin 2019 (27.06.2019)

(51) Classification internationale des brevets :

C08B 30/12 (2006.01) A23L 29/212 (2016.01)
C08L 3/02 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/FR2018/053456

(22) Date de dépôt international :

20 décembre 2018 (20.12.2018)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

17 62645 20 décembre 2017 (20.12.2017) FR
18 51658 26 février 2018 (26.02.2018) FR
18 53466 19 avril 2018 (19.04.2018) FR
18 72125 30 novembre 2018 (30.11.2018) FR

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

(72) Inventeurs : **BOCK, Solène** ; 370 avenue de Dunkerque, 59130 LAMBERSART (FR). **WIATZ, Vincent** ; 154 rue du Retour, 59840 Premesques (FR). **QUETIER, Claude** ; 82 avenue du Président Kennedy, 59130 Lambersart (FR).

(74) Mandataire : **CABINET PLASSERAUD** ; 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, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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), eurasiatique (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: METHOD OF PREPARING A HEAT-MODIFIED STARCH

(54) Titre : PROCÉDÉ DE PRÉPARATION D'UN AMIDON THERMIQUEMENT MODIFIÉ

(57) Abstract: The invention relates to a method of producing a heat-modified starch comprising the steps of: (i) preparing a starch milk containing between 30 and 40% by weight, preferably between 35 and 37% by weight, solid matter, (ii) adding a powdery alkaline agent such as to obtain a final conductivity of between 0.7 and 2.5 mS/cm, (iii) ensuring a contact time of between 0.5 and 5 hours, (iv) filtering and drying the starch milk, (v) and heating the dried starch to bring it to a temperature of more than 180°C for a dwell time of between 8 and 50 minutes, preferably between 10 and 40 minutes, even more preferably between 12 and 35 minutes.

(57) Abrégé : L'invention est relative à un procédé de production d'un amidon thermiquement modifié comprenant les étapes consistant à : (i) préparer un lait d'amidon présentant une matière sèche comprise entre 30 et 40 %, de préférence entre 35 et 37 % en poids, (ii) ajouter un agent alcalin en poudre de manière à obtenir une conductivité finale comprise entre 0,7 et 2,5 mS/cm, (iii) assurer un temps de contact compris entre 0,5 et 5 heures, (iv) filtrer et sécher le lait d'amidon, (v) chauffer ledit amidon séché de manière à le porter à une température de plus de 180°C pendant un temps de séjour compris entre 8 et 50 minutes, de préférence entre 10 et 40 minutes, plus préférentiellement encore entre 12 et 35 minutes.



WO 2019/122749 A1

Procédé de préparation d'un amidon thermiquement modifié

L'invention se rapporte à la production d'amidon thermiquement modifié, amidon dont la viscosité est stabilisée suite à ce traitement thermique. De tels amidons thermiquement modifiés trouvent alors une utilisation comme agents texturants et épaississants dans de nombreuses applications alimentaires, notamment dans les soupes, sauces, dans les desserts comme les yaourts, les laits fermentés brassés, yaourts thermisés, les crèmes dessert, mais aussi les boissons, les plats préparés, les préparations à base de viande ou de poisson, tel que le surimi.

10

Contexte de l'Invention

Synthétisé par voie biochimique, source d'hydrates de carbone, l'amidon est l'une des matières organiques les plus répandues du monde végétal, où il constitue la réserve nutritionnelle des organismes.

15

Depuis toujours, les amidons sont utilisés dans l'industrie alimentaire, non seulement comme ingrédient nutritif mais également pour leurs propriétés technologiques, comme agent épaississant, liant, stabilisant ou gélifiant.

Par exemple, les amidons natifs sont utilisés dans les préparations nécessitant une cuisson. L'amidon de maïs, notamment, est la base des « poudres à flan ».

20

Comme il est riche en amylose, il rétrograde et donc gélifie fortement. Il permet d'obtenir des flans fermes après cuissons et refroidissement.

Il convient également pour les crèmes pâtisseries.

25

Mais celles-ci ne peuvent pas entrer dans les pâtisseries destinées à être congelées car, à la décongélation, le phénomène de synérèse, qui se traduit par une expulsion d'eau, détruit la texture de la crème.

Ainsi, à l'état natif, l'amidon est d'application limitée en raison de la synérèse, mais également en raison de :

30

- sa faible résistance aux contraintes de cisaillement et aux traitements thermiques,
- sa faible processabilité et
- sa faible solubilité dans des solvants organiques communs.

De ce fait, pour répondre aux besoins technologiques exigeants d'aujourd'hui, les propriétés de l'amidon doivent être optimisées par diverses méthodes dites de « modification ».

35

Ces principales modifications visent alors à adapter l'amidon aux contraintes technologiques résultant de la cuisson, mais aussi de la congélation/décongélation, de l'appertisation ou de la stérilisation, et à le rendre compatible avec une alimentation moderne (micro-ondes, préparations instantanées, "hautes températures" ...).

La modification de l'amidon vise alors à corriger un ou certains des défauts mentionnés ci-avant, améliorer ainsi sa polyvalence et satisfaire la demande des consommateurs.

5 Les techniques de modification de l'amidon ont été globalement classées en quatre catégories : physiques, chimiques, enzymatiques et génétiques, la finalité étant de produire divers dérivés avec des propriétés physicochimiques optimisées.

Les modifications chimiques et physiques sont celles le plus souvent mises en œuvre.

10 Le traitement chimique consiste à introduire des groupes fonctionnels dans l'amidon, ce qui altère remarquablement ses propriétés physico-chimiques. De telles modifications des amidons natifs granulaires altèrent en effet profondément le comportement en gélatinisation, collage et rétrogradation.

15 Généralement, ces modifications sont réalisées par dérivatisation chimique, comme l'estérfication, l'éthérfication, la réticulation ou le greffage

Cependant, les modifications chimiques sont moins recherchées par le consommateur dans les applications alimentaires (également pour des raisons d'environnement), même si certaines modifications sont considérées comme sûres.

20 Des modifications physiques variées sont de ce fait proposées, par exemple :

25 - le traitement par la chaleur humide (terme anglosaxon de « Heat Moisture Treatment » ou HMT), consistant à traiter l'amidon à des niveaux d'humidité contrôlée (22-27 %) et à haute température, pendant 16 heures, afin d'altérer la structure et les propriétés physicochimiques de l'amidon ;

- la « recuite » (terme anglosaxon d' « annealing »), consistant à traiter l'amidon en excès d'eau, à des températures en-deçà de la température de gélatinisation, afin d'approcher la température de transition vitreuse ;

30 - le traitement à ultra haute pression (terme anglosaxon de « High Pressure Processing » ou HPP), par lequel on hydrate les régions amorphes du granule d'amidon, ce qui conduit à une distorsion des parties cristallines du granule et favorise l'accessibilité desdites régions cristallines à l'eau ;

35 - le traitement au plasma de décharge lumineuse, qui génère, à température ambiante, des électrons à haute énergie et d'autres espèces hautement actives. Appliqués à l'amidon, ces espèces actives excitent les groupes chimiques de l'amidon et provoquent une réticulation importante des macromolécules ;

- le traitement de pression osmotique (d'acronyme anglosaxon « OPT »), réalisé en présence de solutions à haute teneur en sels. L'amidon est suspendu dans du sulfate de sodium afin de produire une suspension uniforme.

5 L'amidon passe du type B au type A après traitement, en acquérant ainsi une température de gélatinisation qui augmente de manière significative ;

- le traitement par « inhibition thermique ». En toute généralité, l'inhibition thermique s'entend de la déshydratation d'un amidon jusqu'à atteindre l'état anhydre ou substantiellement anhydre (i.e. < 1 % d'humidité), puis un traitement thermique à plus de 100°C pendant une période de temps suffisante pour « inhiber » l'amidon, en l'occurrence ici pour lui conférer des propriétés d'amidons réticulés. Il est par ailleurs nécessaire de placer l'amidon dans des conditions de pH au moins neutre à préférentiellement alcalin avant de procéder à l'étape de déshydratation poussée.

10

15

Une alternative de traitement par « inhibition thermique » a été proposée en phase solvant, qui consiste à chauffer un amidon granulaire non prégélatinisé en milieu alcoolique, en présence d'une base et de sels, à une température de 120°
20 à 200 °C, pendant 5 minutes à 2 heures.

20

Quoi qu'il en soit, le processus d'inhibition thermique conduit alors à obtenir une pâte d'amidon présentant des propriétés de résistance accrue à la rupture de viscosité, et une texture non cohésive.

25

Le domaine technique auquel se rattache l'invention est celui du traitement par inhibition thermique de l'amidon, sans solvant hydro-alcoolique.

Dans ce domaine technique particulier, on peut citer plus particulièrement l'US
30 6.221.420 qui décrit un amidon thermiquement inhibé, obtenu par déshydratation puis traitement thermique.

Les principales étapes sont :

- la déshydratation de l'amidon à une teneur en eau inférieure à 1% réalisée à une température comprise entre 100 et 125°C, puis
- le traitement thermique de l'amidon sec ainsi obtenu, à environ 140°C, dans un lit fluidisé réactionnel, pendant une durée de l'ordre de 20 heures.

35

De manière préférentielle, avant l'étape de déshydratation de l'amidon, il est recommandé de procéder à une étape d'alcalinisation de l'amidon, permettant de porter le pH

de la suspension d'amidon à une valeur comprise entre 7 et 10, de préférence comprise entre 8 et 10.

A ce stade, avant l'étape de déshydratation proprement dite qui précède l'étape d'inhibition, la teneur en eau de l'amidon (telle qu'exemplifiée) est alors comprise entre 8 et 10 %.

L'US 2001/0017133 décrit un procédé similaire, dans lequel l'amidon est également déshydraté en dessous de 125°C avant que le processus d'inhibition ne soit démarré (à une température de plus de 100°C, préférentiellement compris entre 120 et 180°C, plus préférentiellement comprise entre 140 et 160°C) pendant une durée jusqu'à 20 heures, préférentiellement comprise entre 3 heures 30 et 4 heures 30.

Avant l'étape de déshydratation, l'étape d'alcalinisation classique conduit à une suspension d'amidon présentant une valeur de pH comprise entre 7,5 et 11,2, de préférence comprise entre 8 et 9,5%, et une teneur en eau compris entre 2 et 15 %.

Une variante a été proposé dans la demande de brevet WO 2014/042537, variante qui porte sur un chauffage d'un amidon alcalin à des températures comprises entre 140 et 190°C, en veillant à ce que le procédé d'inhibition soit initié et conduit en présence d'eau en quantité suffisante, soit plus de 1% d'eau.

En d'autres termes, ce procédé recommande d'inhiber thermiquement un amidon préalablement alcalinisé sans procéder à une étape de déshydratation.

La préparation d'amidon ou l'amidon est ainsi amenée à un pH compris entre 9,1 et 11,2, préférentiellement à une valeur de l'ordre de 10, et l'humidité est ajustée entre 2 et 22 %, préférentiellement entre 5 et 10%.

L'inhibition thermique est réalisée ensuite directement sur cette poudre ou cet amidon, à une température comprise entre 140 et 190°C, préférentiellement entre 140 et 180°C, pendant une durée de 30 minutes.

De tout ce qui précède, on constate que les procédés d'inhibition thermique mis en œuvre pour stabiliser la viscosité des amidons mettent en jeu des procédés nécessitent

- la mise en œuvre de longues durées de traitement, i.e. jusqu'à 20 heures, et
- le contrôle de la teneur en eau des amidons à traiter, en fonction des procédés proposés dans l'état de l'art, que ce soit à des valeurs de moins de 1 % ou au contraire entre 2 et 22%.

Il demeure donc un besoin de disposer d'un procédé original d'inhibition de l'amidon, permettant de réduire encore le temps de réaction, et sans qu'il ne soit nécessaire de contrôler la teneur en eau de l'amidon à « inhiber thermiquement ».

Description de l'invention

Ainsi, l'invention concerne un procédé de production d'un amidon thermiquement modifié à partir d'un lait d'amidon comprenant les étapes consistant à :

- 5 (i) préparer un lait d'amidon présentant une matière sèche comprise entre 30 et 40 %, de préférence entre 35 et 37 % en poids,
- (ii) ajouter un agent alcalin en poudre de manière à obtenir une conductivité finale comprise entre 0,7 et 2,5 mS/cm,
- (iii) assurer un temps de contact compris entre 0,5 et 5 heures,
- 10 (iv) filtrer et sécher le lait d'amidon,
- (v) chauffer ledit amidon séché de manière à le porter à une température de plus de 180 °C pendant un temps de séjour compris entre 8 et 50 minutes, de préférence entre 10 et 40 minutes, plus préférentiellement encore entre 12 et 35 minutes.

15 L'amidon à utiliser dans le procédé de l'invention peut être de toute origine, par exemple le maïs, le maïs waxy, l'amylomaïs, le blé, le blé waxy, le pois, la pomme de terre, la pomme de terre waxy, le tapioca, le tapioca waxy, le riz, le konjac, etc.

De manière préférentielle, on choisira de l'amidon de maïs, plus particulièrement de l'amidon de maïs waxy (à haute teneur en amylopectine), la fécule de pomme de terre, 20 le manioc et le pois, comme il sera exemplifié ci-après.

L'agent alcalin est préférentiellement choisi dans le groupe constitué de l'hydroxyde de sodium, le carbonate de sodium, le pyrophosphate tétrasodique, l'orthophosphate d'ammonium, l'orthophosphate disodique, le phosphate trisodique, le carbonate de calcium, 25 l'hydroxyde de calcium, le carbonate de potassium, et hydroxyde de potassium pris seul ou en combinaison, plus préférentiellement encore le carbonate de sodium.

Le procédé conforme à l'invention demande tout d'abord la préparation d'un lait d'amidon à une matière sèche comprise entre 30 et 40 %, de préférence entre 35 et 37 % en 30 poids. Comme il sera exemplifié ci-après, la matière sèche est fixée à 36,5 % en poids.

L'étape suivante consiste alors à contrôler l'imprégnation alcaline de l'amidon en ajoutant l'agent alcalin sous forme poudre pour obtenir une conductivité finale sur la poudre remise en suspension à 20 % de matière sèche, comprise entre 0,7 et 2,5 mS/cm.

Il est assuré ensuite un temps de contact compris entre 0,5 et 5 heures.

35

La société Demanderesse a en effet trouvé que :

- l'ajout de l'agent alcalin, plus particulièrement le carbonate de sodium directement en phase lait permet d'atteindre plus efficacement les hautes valeurs de pH

recherchées (sont entre 10,2 et 10,8, de préférence comprises entre 10,5 et 10,65) qu'une pulvérisation de carbonate de sodium sur l'amidon en phase sèche, au sens où l'ajout en phase lait permet une meilleure migration du carbonate à l'intérieur des granules d'amidon en comparaison à une imprégnation en poudre.

5

Par ailleurs, comme l'imprégnation en phase poudre nécessite d'ajuster l'humidité de l'amidon à des valeurs élevées, une partie de l'énergie dédiée au traitement du produit sera donc perdue pour assurer l'évaporation de l'eau résiduelle.

10

- le contrôle du niveau d'imprégnation de l'amidon via des mesures de conductivité permet d'atteindre la précision requise pour lesdites hautes valeurs de pH.

15

La dernière étape consiste à chauffer l'amidon sec ainsi obtenu de manière à le porter à une température de plus de 180°C pendant un temps de séjour compris entre 8 et 50 minutes, de préférence entre 10 et 40 minutes, plus préférentiellement encore entre 12 et 35 minutes.

La société Demanderesse a noté que la durée du temps de séjour pouvait être ajustée en fonction de la nature de l'amidon choisi.

20

Ainsi, comme il sera notamment exemplifié ci-après le traitement d'amidon de maïs waxy nécessite des temps de séjour de 15 minutes à 20 minutes, jusqu'à 30, voire 35 minutes, tandis que le traitement de l'amidon de pois ne prend que de 10 à 25 minutes.

25

Ce traitement sera réalisé de manière avantageuse, comme il sera exemplifié ci-après, dans des dispositifs de traitement thermique combinant les échanges de chaleur par conduction et par convection, dispositif de type turbosécheur, par exemple au moins un turbosécheur continu de type VOMM, qui permet ainsi, en fonction de la taille dudit VOMM, d'atteindre un temps de réaction très court, de l'ordre de quelques minutes, soit moins de 5 minutes par étage de traitement thermique.

30

Les consignes de température sont alors fixées à des valeurs de plus de 190°C, de préférence comprise entre 195 et 240°C, et le delta T, défini comme la différence de température entre la température de consigne et la température du produit en sortie du réacteur, soit compris entre 15 et 25°C.

35

Les amidons thermiquement modifiés selon l'invention seront avantageusement utilisés, en fonction de leurs propriétés respectives, en tant qu'agent épaississant ou agent texturant dans des applications alimentaires, notamment dans les soupes, sauces, boissons et plats préparés et dans les desserts comme les yaourts et laits fermentés brassés et les yaourts thermisés.

Par leurs propriétés texturantes et gélifiantes, ils trouveront également de nombreuses applications dans les domaines aussi variés que :

- 5 - sauces et soupes acides (pasteurisées et stérilisées),
- sauces pour pâtes au jus de viande,
- desserts comme les yaourts, les laits fermentés brassés, les yaourts thermisés, les crèmes dessert,
- mayonnaise et vinaigrette à chaud,
- garniture de tarte, fruit ou garniture de viande ou de viande stable et sucrée ou
- 10 - salée, dîners (plats cuisinés courte durée de conservation),
- pudding (mélange sec à cuire),
- pots de bébé / préparations pour nourrissons,
- boissons,
- plats préparés, les préparations à base de viande ou de poisson, tel que le surimi.
- 15 - aliments pour animaux

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples qui suivent, lesquels se veulent illustratifs et non limitatifs.

20

Matériel et méthodes

Mesure de la conductivité

La méthode mise en œuvre ici est adaptée de la Pharmacopée Européenne – édition
25 officielle en vigueur – Conductivité (§ 2.2.38).

Matériels :

Conductivimètre électronique KNICK 703 équipé également de sa cellule de mesure et vérifié selon le mode opératoire décrit dans le manuel d'instructions qui s'y rapporte.

Mode opératoire :

30 On prépare une solution contenant 20 g d'échantillon et 80 g d'eau distillée présentant une résistivité supérieure à 500 000 ohms.cm.

On effectue la mesure, à 20 °C, à l'aide du conductivimètre en se reportant au mode opératoire indiqué dans le manuel d'utilisation de l'appareil.

Les valeurs sont exprimées en microSiemens/cm ($\mu\text{S/cm}$).

35

Mesure de la viscosité d'une suspension d'amidon à l'aide du Rapid Viscosimeter

Analyser (RVA)

Cette mesure est réalisée à pH acide (entre 2,5 et 3,5) dans des conditions de concentration déterminées et suivant un profil d'analyse température/temps adapté.

Deux solutions tampons sont préparées :

Tampon A

Dans un bécher de 1 litre, contenant 500 ml d'eau déminéralisée, on ajoute

- 91,0 g d'acide citrique monohydrate (pureté > 99,5 %) et homogénéise,
- 33,0 g de chlorure de sodium (pureté > 99,5 %), et homogénéise jusqu'à dissolution complète,
- 300,0 g de soude 1N.

On transvase dans une fiole jaugée de 1 L et complète avec de l'eau déminéralisé à 1 L.

Tampon B

On mélange 100 g de Tampon A avec 334 ,0 g d'eau déminéralisée.

On prépare le produit à analyser de la manière suivante :

Une masse de 1,37 g du produit sec à analyser ainsi obtenu est introduite directement dans le bol du viscosimètre, et on introduit de la solution Tampon B jusqu'à l'obtention d'une masse égale à 28,00 ± 0,01 g. On homogénéise à la pale d'agitation du Rapid Visco Analyser (RVA-NewPort Scientific).

Le profil d'analyse temps/ température et vitesse dans le RVA est alors réalisé comme suit :

Temps hh:mm:ss	Température °C	Vitesse de rotation Tour/min (RPM)
00:00:00	50	100
00:00:10	50	500
00:00:20	50	960
00:00:30	50	160
00:01:00	50	160
00:05:00	92	160
00:17:00	92	160
00:20:00	50	160

Fin de test : 00:20:05 (hh:mm:ss)

Température initiale : 50°C ± 0,5°C

Intervalle d'acquisition des données : 2 secondes

Sensibilité : basse (low)

Les résultats des mesures sont donnés en RVU (unité utilisée pour exprimer la viscosité obtenue sur le RVA), sachant que 1 unité RVU = 12 cPoises (cP).

Pour rappel, 1 cP = 1 mPa.s.

Les résultats seront donc présentés en mPa.s.

Les mesures seront de viscosité réalisées « au pic », i.e. valeur de viscosité maximale entre 4 et 6 minutes, et « à la chute », i.e. la différence entre la valeur de la viscosité au pic et celle mesurée à 17 minutes.

5 **Exemple 1 : préparation d'amidons thermiquement modifiés « A ».**

1) L'alcalinisation de l'amidon de maïs waxy est conduite selon les étapes suivantes :

- Préparer une suspension d'amidon à 36.5% de matière sèche (MS) ;
- 10 - Ajouter du carbonate de sodium en poudre pour obtenir une conductivité finale sur la poudre remise en suspension à 20% MS entre 1,75 et 2 mS/cm;
- Assurer un temps de contact de 5h ;
- Filtrer et sécher à une humidité d'équilibre de l'amidon entre 10-14%

15 2) Traitement thermique

Le produit ainsi obtenu est traité thermiquement dans des turboréacteurs continus de type VOMM en série, dont la température de consigne est fixée à 200°C et configurés pour faire subir au produit un temps de séjour de 20 min, et de manière à ce que la différence de température entre la consigne et la température du produit en sortie du réacteur, qu'on appelle

20 Delta T, soit d'une valeur de l'ordre de 16 à 17°C.

Paramètres de process

Exp	Conductivité sur produit après imprégnation remis à 20%MS en mS/cm	Humidité du produit avant traitement thermique	Delta T	T°C consigne	Temps de séjour min
A-1	2	11.6	17	200	20
A-2	1.75	10.1	16	200	20

25 Les mesures de viscosité RVA sont réalisées et sont présentée dans le tableau ci-dessous.

Résultats

Exp	RVA Pic (mPa.s)	RVA Chute (mPa.s)
Base maïs waxy	1020	914
A-1	577	63
A-2	627	52

Exemple 2 : préparation d'amidons thermiquement modifiés « B ».

1) L'alcalinisation de l'amidon de maïs waxy est conduite selon les étapes suivantes :

- 5 - Préparer une suspension d'amidon à 36.5% de matière sèche (MS) ;
- Ajouter du carbonate de sodium en poudre pour obtenir une conductivité finale sur la poudre remise en suspension à 20% MS de 1,2 et 1,32 mS/cm ;
- Assurer un temps de contact de 1h ;
- Filtrer et sécher à une humidité d'équilibre de l'amidon entre 10-14%.

10

2) Traitement thermique

Le produit ainsi obtenu est traité thermiquement dans des turboréacteurs continus de type VOMM en série, dont la température de consigne est fixée à 210°C et configurés pour faire subir au produit un temps de séjour entre 15 et 20 min, et de manière à ce que la différence de température entre la consigne et la température du produit en sortie du réacteur, qu'on appelle Delta T, soit d'une valeur de l'ordre de 21 à 23°C.

15

Paramètres de process

Exp.	Conductivité sur produit après imprégnation remis à 20%MS en mS/cm	Humidité du produit avant traitement thermique en %	Delta T	T°C consigne	Temps de séjour (min)
Base maïs waxy	0.03	12	0	0	0
B-1	1.2	11	21	210	20
B-2	1.32	10	23	210	15

20

Les mesures de viscosité RVA sont réalisées et sont présentée dans le tableau ci-dessous.

Résultats

Essais	RVA Pic (mPa.s)	RVA Chute (mPa.s)
Base maïs waxy	1020	914
B-1	606	-2
B-2	682	69

25

Exemple 3 : préparation d'amidons thermiquement modifiés « C ».

3) L'alcalinisation de l'amidon de maïs waxy est conduite selon les étapes suivantes :

- 5
- Préparer une suspension d'amidon à 36.5% de matière sèche (MS) ;
 - Ajouter du carbonate de sodium en poudre pour obtenir une conductivité finale sur la poudre remise en suspension à 20% MS de 1,4 mS/cm ou 1,6 mS/cm;
 - Assurer un temps de contact de 1h ;
 - Filtrer et sécher à une humidité d'équilibre de l'amidon entre 10-14%.

10

4) Traitement thermique

Le produit ainsi obtenu est traité thermiquement dans des turboréacteurs continus de type VOMM en série, dont la température de consigne est fixée à 210°C et configurés pour faire subir au produit un temps de séjour entre 25 et 30 min, et de manière à ce que la différence de température entre la consigne et la température du produit en sortie du réacteur, qu'on appelle Delta T, soit d'une valeur de l'ordre de 22°C.

15

Paramètres de process

Exp.	Conductivité sur produit après imprégnation remis à 20%MS en mS/cm	Humidité du produit avant traitement thermique en %	Delta T	T°C consigne	Temps de séjour (min)
Base maïs waxy	0.03	12	0	0	0
C-1	1,4	10,7	22	210	25
C-2	1,4	10,7	22	210	30
C-3	1,6	10,4	22	200	30

Les mesures de viscosité RVA sont réalisées et sont présentée dans le tableau ci-dessous.

20

Résultats

Essais	RVA Pic (mPa.s)	RVA Chute (mPa.s)
Base maïs waxy	1020	914
C-1	409	-116
C-2	358	-130
C-3	282	-94

Exemple 4 : préparation d'amidons thermiquement modifiés « D ».

L'alcalinisation de l'amidon de maïs waxy est conduite selon les étapes suivantes :

- Préparer une suspension d'amidon à 36.5% de matière sèche (MS) ;

5 - Ajouter du carbonate de sodium en poudre pour obtenir une conductivité finale sur la poudre remise en suspension à 20% MS de 1,4 mS/cm ;

- Assurer un temps de contact de 1h ;

- Filtrer et sécher à une humidité d'équilibre de l'amidon entre 10-14%.

10 5) Traitement thermique

Le produit ainsi obtenu est traité thermiquement dans des turboréacteurs continus de type VOMM en série, dont la température de consigne est fixée à 210°C et configurés pour faire subir au produit un temps de séjour de 35 min, et de manière à ce que la différence de température entre la consigne et la température du produit en sortie du réacteur, qu'on appelle

15 Delta T, soit d'une valeur de l'ordre de 22°C.

Paramètres de process

Exp.	Conductivité sur produit après imprégnation remis à 20%MS en mS/cm	Humidité du produit avant traitement thermique en %	Delta T	T°C consigne	Temps de séjour (min)
Base maïs waxy	0,03	12	0	0	0
D	1,4	10,7	22	210	35

20

Les mesures de viscosité RVA sont réalisées et sont présentée dans le tableau ci-dessous.

Résultats

Essais	RVA Pic (mPa.s)	RVA Chute (mPa.s)
Base maïs waxy	1020	914
D	274	-182

25

En conclusion de ces 4 premiers exemples :

Chaque famille d'amidons thermiquement modifiés selon l'invention présente une stabilité améliorée durant le process d'utilisation par rapport à l'amidon natif : moins de

phénomènes de prise en viscosité et de rétrogradation sont observés lors de l'utilisation de ces amidons.

Sur ce dernier point, on constate en effet que plus la chute RVA tend vers 0 ou devient négative, plus le produit sera fonctionnalisé et moins il exprimera de rétrogradation.

5

Conclusion finale pour les résultats de ces 4 premiers exemples

Les amidons thermiquement modifiés de la famille « D » représentent les produits les plus résistants aux cisaillements, à l'acidité des milieux et aux traitements thermiques.

10

Les amidons thermiquement modifiés de la famille « C » sont un peu moins résistants que les amidons thermiquement modifiés de la famille « D », les amidons thermiquement modifiés de la famille « B » le sont un peu moins que les amidons thermiquement modifiés de la famille « C » et les amidons thermiquement modifiés de la famille « A » moins que Les amidons thermiquement modifiés de la famille « B ».

15

Le choix de l'utilisation de ces amidons se fera donc en fonction de l'application visée et donc des conditions de cisaillement, d'acidité et de température de mise en œuvre, comme il sera démontré ci-après dans les exemples de réalisation.

Exemple 5 : Etude comparative

20

Une analyse est réalisée comparant les produits selon l'invention avec des produits du commerce de même catégorie, selon le protocole suivant :

- Remise en suspension de l'amidon à 36,5 % de matière sèche.
- Neutralisation par de l'acide chlorhydrique à 20% à pH 5.5 +/- 1
- Filtration, Lavage afin d'obtenir une conductivité inférieure à 500 μ S, Séchage à l'humidité classique de l'amidon entre 10 et 14%

25

Exp	Humidité %	pH à 20%MS	Conductivité à 20%MS	RVA Chute (mPa.s)	RVA Pic (mPa.s)
C-1	11	6.5	70	-94	372
C-2	14	6.42	115	-101	383
D	11	6.28	55	-159	251
B-1	10.7	5.73	130	8	564
B-2	10.5	5.75	90	89	645
A-1	12.3	6.1	279	147	562
A-2	12	5.1	110	175	586
NOVATION® 2300	12.8	5.7	164	-186	276
NOVATION® 2600	12.3	5.5	113	30	603
CLARIA® PLUS	12.5	5.7	114	-132	399

- 15-20 min pour obtenir un composé équivalent au NOVATION® 2600
- 20-30 min obtenir un composé équivalent au CLARIA® PLUS
- 25-35 min obtenir un composé équivalent au NOVATION® 2300
- Produit moins fonctionnalisé

5 Dépendant des autres paramètres de process tel que le Delta T et la dose de carbonate.

Exemple 6 : Mise en œuvre des amidons thermiquement modifiés « D » dans de la sauce tomate - Ketchup

L'analyse est réalisée sur la base de la recette témoin suivante :

5

Ingrédients	Quantité (%)
<i>Pré-mélange à la tomate à 14,9° de brix</i>	
Eau	23,0
Concentré de tomate à 28 %	26,0
<i>Pré-mélange d'amidon</i>	
Eau	5,0
Amidon testé	3,2
sel	2,0
<i>Pré-mélange vinaigre</i>	
Vinaigre 8°	8,8
<i>Pré-mélange sirop de sucres à 53,1° de Brix</i>	
Eau	17,0
Saccharose	15,0
<i>Total</i>	100

Le procédé de préparation de la sauce tomate – Ketchup est le suivant :

Pour un lot de 1,5 kg :

10

1. Etape de cuisson sur cuiseur Hotmix Pro Combi de 2 L :

Consignes : 100°C, 30 minutes, vitesse 1

a. Mélanger la pré-mélange à la tomate sur vitesse 1 – 120 rpm – 1 minute

b. Ajout des pré-mélanges amidon et sel

c. Cuisson 100°C, 30 minutes, à vitesse 1

Consignes : 100°C, vitesse 2

15

d. Ajout du pré-mélange de vinaigre et sirop de saccharose à 100°C, vitesse 2 jusqu'à atteindre une température de 92°C

2. Emballage / conditionnement

Remplissage de flacons en verre de 375 ml à une température de 60-65°C.

3. Pasteurisation

20

Autoclave 85°C pendant 8 minutes (équipement: STERIFLOW rotary bi-process Ø 900 mm – 1 panier – Réf : NS 911 R MP FLW STEAM, année 2017, www.steriflow.com/en ; Rotation: non (statique) - traitement thermique par pasteurisation avec cascade d'eau)

25

Au final, la recette est caractérisée par :

- Contenu total en eau : 43 %
- pH : 3,66
- Brix : 29,5]

Les différents amidons testés sont les suivants :

- Amidon modifié thermiquement « D » selon l'invention (préparé selon l'exemple 4)
- CLEARAM[®] CH2020 commercialisé par la société Demanderesse (amidon de maïs waxy réticulé adipate acétylé)
- NOVATION[®] 2300 commercialisé par la société INGREDION
- CLARIA[®]+ commercialisé par la société TATE & LYLE

L'évaluation des différentes sauces tomates est réalisée par les mesures suivantes :

1. Niveau de cuisson de l'amidon

Le niveau de cuisson est déterminé par microscopie optique (microscope LEICA – lentille x 20 et amplification x 150). L'échantillon est dispersé dans de l'eau déminéralisée, puis coloré au lugol dans le but de mettre en évidence les granules d'amidon. L'iode réagit avec l'amylose et forme des complexes de structure en spirale. Une couleur bleu / violet résulte si l'amidon est riche en amylose. Sinon, la couleur des granules d'amidon reste brun / jaune.

Les observations en microscopie optique fournissent différentes informations:

→ vérifier la présence et l'apparence des granules d'amidon. Ils peuvent être présents comme « non cuits » ; « Faiblement cuits » ; « Moyennement cuits » ; « Bien cuits » ; « Fragmentés » ; ou « solubilisés (absents) ».

→ L'observation sous lumière polarisée révélera ou non la croix de biréfringence du granulé d'amidon non cuit (ce qui permet de contrôler la cuisson effective ou non de l'amidon).

2. Caractérisation sensorielle

Les caractérisations sensorielles sont des appréciations subjectives et les commentaires en termes de visuel et de texture (avec cuillère et / ou en bouche), ont été émises par un panel de 5 personnes entraînées. Elles permettent surtout ici d'appréhender les qualités des produits fabriqués et ne sont produites ici qu'à titre illustratif.

3. Viscosité

Les mesures sont réalisées sur rhéomètre rotatif DV1 BROOKFIELD,

En général, la rhéologie des produits alimentaires est caractérisée par un comportement non newtonien: la viscosité change en fonction du niveau de cisaillement appliqué.

Est utilisé ici le viscosimètre BROOKFIELD à 3 vitesses de rotation pour confirmer (ou non) ce comportement.

Conditions de mise en œuvre :

- Broche : # 63
- Vitesse de rotation : 5 ; 10 ; 20 tours par minute
- Gamme complète : 24000; 12000; 6000 mPa.s
- Temps de rotation : 30 secondes
- Température de l'échantillon : 25 °C (ambient)
- Récipient / quantité Bocal en verre / 200 mL

Répétabilité: moyenne de 3 mesures. Précision: 5%

4. Rhéologie

4.a. Mesure d'écoulement

Equipement: ANTON PAAR, rhéomètre MCR301

Caractérisation du comportement des fluides non newtoniens. L'instrument impose un champ de contrainte spécifique ou une déformation au fluide, et surveille la déformation ou la contrainte résultante.

Les résultats sont exprimés dans une courbe à échelle logarithmique de viscosité (Pa.s) en fonction du taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$).

Les résultats remarquables sont la viscosité à $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$ (cisaillement équivalent de la texture mesurée avec une cuillère) et $\dot{\gamma} = 40 \text{ s}^{-1}$ (cisaillement équivalent de la texture mesurée dans la bouche).

Le seuil d'écoulement représente la contrainte minimale appliquée pour mettre en mouvement un produit ou un matériau.

Il est calculé avec la modélisation de Herschel Bulkley, à partir de la courbe de contrainte en fonction du cisaillement (résultant de la courbe d'écoulement).

Géométrie: cylindres concentriques

Analyse: Oscillation

Température: 20 °C (+1 min de stabilisation de la température)

Durée: 10 minutes

Contrainte d'oscillation: 0,1 à 1000 Pa

Répétabilité: moyenne de 3 mesures

Précision: 5%

4.b. Comportement viscoélastique G'/G''

Équipement: TA INSTRUMENTS, Rhéomètre DHR-2

Caractérisation du comportement des fluides non newtoniens. L'instrument impose un champ de contrainte spécifique ou une déformation au fluide, et surveille la déformation ou la contrainte résultante.

Les résultats sont exprimés dans un tableau avec un module d'élasticité (G') qui caractérise la partie solide et le module visqueux (G'') qui caractérisent la partie liquide.

Les interprétations générales de l'analyse des produits alimentaires sont des "comportements de type liquide" si ($G' < G''$) ou "comportement de type solide" si ($G' > G''$).

Géométrie: cylindres concentriques

Analyse: Oscillation

Température: 20 °C (+1 min de stabilisation de la température)

Fréquence de stress: 1 Hz

Contrainte d'oscillation: 0,02 à 880 Pa

Répétabilité: moyenne de 3 mesures

Précision: 5%

Résultats et discussions :

1. Comportement à la cuisson

Le microscope permet une analyse qualitative du niveau de cuisson des grains d'amidons.

De façon générale, il n'y a pas de différence significative observée entre le niveau de cuisson sortie HOTMIX et après passage à l'autoclave. L'étape de pasteurisation en l'autoclave est donc considérée comme une étape de « sanitisation » et non pas de cuisson additionnelle.

Les observations microscopiques des deux amidons CLARIA[®]+ et NOVATION[®] 2300 montrent des grains d'amidons bien cuits.

L'observation microscopique du CLEARAM[®] CH2020 montre des grains d'amidon bien cuits, ainsi que quelques débris

L'observation microscopique de l'amidon modifié thermiquement « D » selon l'invention montre des grains d'amidons bien cuits et quelques grains crus.

Pour ce produit, comparé aux autres, on observe moins de débris et une cuisson légèrement inférieure. Il est le plus résistant des produits testés.

2. Caractérisation sensorielle

Les échantillons ont été évalués à la cuillère et classés du plus épais (le plus visqueux) au plus fluide (moins visqueux).

Echantillons testés	Valeurs de rang pour le test à la cuillère (plus épais = 9 ; plus fluide = 1)
Amidon waxy chimiquement modifié CLEARAM [®] CH2020	8 - 9
Amidon modifié thermiquement « D »	8
NOVATION [®] 2300	9
CLARIA [®] +	8
Amidon waxy standard	1

5 Il n'y a pas de différence significative, ce qui indique que l'amidon modifié thermiquement selon l'invention est une alternative aux produits classiquement proposés pour conférer aux amidons natifs des propriétés d'amidons chimiquement modifiés.

3. Mesure de viscosité.

10 Le graphe de la figure 1 présente le profil de viscosité BROOKFIELD des 4 produits testés aux trois vitesses de rotation (5, 10 et 20 rpm).

Nous confirmons le comportement rhéofluidifiant global : plus le cisaillement est important, moins le produit est visqueux. Pour certains échantillons, à la vitesse de 10 et 20 rpm, la viscosité atteint les limites de mesure (échelle complète).

15 Le classement des produits (du plus épais au plus fluide), dans le tableau ci-dessous, est avec des essais mesurés à 5 rpm.

Echantillons testés	Valeurs de rang pour la viscosité (plus épais = 8 ; plus fluide= 1)
Amidon waxy chimiquement modifié CLEARAM [®] CH2020	6-7
Amidon modifié thermiquement « D »	4
NOVATION [®] 2300	8
CLARIA [®] +	5
Amidon waxy standard	1

20 Considérant toute la gamme de viscosité obtenue avec les différents essais amidons inhibés thermiquement (de 11260 à 21770 mPa-1), l'amidon modifié thermiquement « D » selon l'invention représente le produit le plus fluide et le NOVATION[®] 2300 représente le produit le plus épais.

4. Mesures de rhéologie

4.a. Ecoulement

Le seuil d'écoulement représente la contrainte minimale appliquée pour mettre en mouvement un produit ou un matériau.

5 Il est calculé avec la modélisation de Herschel Bulkley, à partir de la courbe de contrainte en fonction du cisaillement (résultant de la courbe d'écoulement) – cf. figure 2.

Les seuils d'écoulement calculés des essais de ketchup sont représentés dans le tableau ci-dessous, classés du plus épais aux plus fluides.

Echantillons testés	Valeurs de rang pour l'écoulement (plus épais = 8 ; plus fluide = 1)
Amidon waxy chimiquement modifié CLEARAM® CH2020	5-6
Amidon modifié thermiquement « D »	7
NOVATION® 2300	7
CLARIA®+	6
Amidon waxy standard	1

10

Le comportement de l'amidon modifié thermiquement « D » selon l'invention est équivalent au NOVATION® 2300.

Sur le graphique des résultats d'écoulement, utilisé pour déterminer le seuil d'écoulement, il est choisi de considérer la viscosité à un taux de cisaillement de 10 s⁻¹ (cisaillement représentatif de celui appliqué avec une cuillère).

15

Les résultats sont présentés dans le graphe de la figure 3, repris dans le tableau ci-dessous.

Echantillons testés	Valeurs de rang pour la viscosité à 10 s ⁻¹ (plus épais = 9 ; plus fin = 1)
Amidon waxy chimiquement modifié CLEARAM® CH2020	8-9
Amidon modifié thermiquement « D »	5
NOVATION® 2300	7
CLARIA®+	6
Amidon waxy standard	1

L'amidon modifié thermiquement « D » présente une valeur de viscosité moyenne.

20

4.b. Comportement viscoélastique G'/G''

Pour tous les essais Ketchup, G' est dominant, preuve que le ketchup a un "comportement de type solide".

Mais ils montrent un comportement viscoélastique différent.

Echantillons testés	Valeurs de rang pour le G' (plus épais = 9 ; plus fluide = 1)
Amidon waxy chimiquement modifié CLEARAM® CH2020	9
Amidon modifié thermiquement « D »	9
NOVATION® 2300	9
CLARIA® +	9
Amidon waxy standard	6

Résultats en ligne avec les résultats précédents.

5 **Conclusion :**

L'amidon modifié thermiquement « D » selon l'invention présente, dans l'application sauce ketchup, un comportement équivalent au témoin amidon waxy modifié chimique, et à celui de l'amidon thermiquement inhibé NOVATION® 2300.

10

Exemple 7 : Mise en œuvre des amidons thermiquement modifiés « B », « C » et « D » dans des yaourts ou laits fermentés brassés

Recette classique de yaourt (ou lait fermenté) brassé, contenant de l'amidon pour une texture plus crémeuse.

15

Ingredients	Composition (%)
Lait entier (UHT)	91.5
Saccharose	7.5
Amidon	1.0
Ferments lactiques (YF-L811, CHR HANSEN)	Qs
Total	100.0

Dosage des ferments: 20 U/100 L

L'appellation yaourt ou lait fermenté ne permet pas l'incorporation d'amidon dans certains pays, on parlera dans ce cas de spécialité laitière fermentée.

20

N° d'essai	Détails
1	NOVATION® 2300 (1) – société Ingrédion
2	Amidon modifié thermiquement « D »
3	Amidon modifié thermiquement « C-1 »
4	Amidon modifié thermiquement « C-2 »
5	Amidon modifié thermiquement « B-2 »
6	CLEARAM® CJ5025, amidon modifié (amidon de maïs waxy réticulé phosphate et acétylé)

Les produits testés sont (selon les nomenclatures des exemples précédents) :

Résultats et discussions :

5 1. Caractéristiques de la fermentation:

	pH initial à 42 °C	pH final à 42 °C	Durée de fermentation
Essai 1	6.56	4.60	5h20
Essai 2	6.53	4.60	4h20
Essai 3	6.54	4.60	4h20
Essai 4	6.55	4.58	4h20
Essai 5	6.48	4.54	4h55
Essai 6	6.52	4.60	4h10

On observe quelques différences entre les durées de fermentation. Elles sont davantage liées à la répétabilité des essais dans des conditions laboratoire qu'aux amidons eux-mêmes.

10

2. Comportement à la cuisson :

L'état de cuisson de l'amidon est contrôlé au microscope optique (comme dans l'exemple 6) aux différentes étapes du process :

- 15 - à 60°C avant homogénéisation (en lumière polarisée pour visualiser les éventuels granules crus)
- après homogénéisation et pasteurisation
 - après fermentation et lissage (produit fini)

20 Pour mieux visualiser les amidons, on utilise le colorant Lugol qui teinte les granules en bleu en cas de présence d'amylose, en marron en cas de présence d'amylopectine uniquement.

L'état de cuisson des amidons, avant homogénéisation (60°C) (lumière polarisée) ne montre pas de différence significative.

25 Certains amidons ont déjà commencé à gonfler à 60°C avant homogénéisation. Ceci s'explique par les différences de températures de gonflement intrinsèques à chaque amidon.

Après pasteurisation, l'état de cuisson dépend de l'amidon utilisé. Il est à noter que le lot correspondant à l'amidon modifié thermiquement « D » selon l'invention vérifie le résultat explicité à l'exemple 6. La présence de nombreux granules crus indique une meilleure résistance de ces produits au traitement thermique.

30 Il faut noter qu'aucun fragment de granule n'est observé, sur aucune des photos. Cela signifie que tous les granules des différents lots n'ont pas été détruits par le traitement thermique ou le cisaillement.

3. Mesures de rhéologie

La viscosité est mesurée après 1 jour, 7 jours, 15 jours et 21 jours.

Les valeurs sont données avec une incertitude de $\pm 5\%$.

		Viscosité (Pa.s)				
		5s-1	10s-1	40s-1	100s-1	350s-1
Essai 1	Jour+1	2,6	1,53	0,509	0,233	0,082
	Jour +7	3,45	1,93	0,581	0,259	0,089
	Jour +15	4,23	2,37	0,718	0,312	0,1
	Jour +21	3,78	2,13	0,615	0,272	0,097
Essai 2	Jour+1	3,26	1,82	0,548	0,247	0,0899
	Jour +7	3,64	2,03	0,602	0,267	0,095
	Jour +15	3,46	1,98	0,58	0,254	0,092
	Jour +21	4,09	2,37	0,671	0,289	0,1
Essai 3	Jour+1	3,64	1,97	0,585	0,269	0,0991
	Jour +7	3,4	1,88	0,555	0,252	0,093
	Jour +15	3	1,71	0,514	0,23	0,087
	Jour +21	3,9	2,12	0,607	0,273	0,103
Essai 4	Jour+1	3,34	1,88	0,541	0,235	0,0886
	Jour +7	3,57	2	0,576	0,249	0,093
	Jour +15	3,37	1,91	0,554	0,237	0,089
	Jour +21	3,56	2,03	0,578	0,246	0,093
Essai 5	Jour+1	3,64	1,99	0,588	0,258	0,089
	Jour +7	3,32	1,84	0,557	0,248	0,093
	Jour +15	4,09	2,2	0,633	0,269	0,09
	Jour +21	3,52	2,01	0,584	0,251	0,093
Essai 6	Jour+1	2,91	1,83	0,521	0,201	0,071
	Jour +7	2,82	1,85	0,535	0,206	0,072
	Jour +15	3,38	2,11	0,587	0,22	0,074
	Jour +21	2,95	1,99	0,596	0,227	0,078

5

Surface d'hysteresis (Pa)

	Jour+1	Jour +7	Jour +15	Jour +21
Essai 1	3222	3420	4322	3206
Essai 2	3139	3252	3078	3546
Essai 3	3065	2899	2591	2919
Essai 4	2970	2978	2815	2818
Essai 5	3183	2450	3333	2597
Essai 6	3045	2993	3406	3220

On observe qu'après 1 jour, les essais les moins visqueux sont ceux à base de NOVATION® 2300 et de CLEARAM® CJ5025.

Cependant, les différences de viscosité restent faibles, et ne sont pas constantes au cours du stockage.

5

4. Caractérisation sensorielle

Le panel est constitué de 29 personnes parmi le personnel Roquette. Lors de la dégustation des produits, 11 puis 13 personnes ont participé aux 2 différentes sessions.

10

Le panel est qualifié pour la dégustation de produits formulés. Le groupe a été formé pour vérifier ses performances en termes de :

- Capacité à discriminer les produits
- Consensus, utilisation correcte des descripteurs
- Répétabilité, capacité à identifier un doublon

15

Conditions de dégustation:

L'analyse sensorielle a lieu dans un laboratoire dédié, avec des boxes individuels, un environnement calme et sans odeur (pour faciliter la concentration), des lumières blanches.

20

La dégustation est faite à l'aveugle avec un code à 3 chiffres, et les produits sont présentés dans un ordre aléatoire, pour éviter les effets de persistance.

Par ailleurs, la dégustation des essais s'est faite en 2 séries, pour éviter la saturation lors de la séance :

25

- Série 1 : NOVATION® 2300, amidon modifié thermiquement « D », amidon modifié thermiquement « C-1 », amidon modifié thermiquement « C-2 »
- Série 2 : NOVATION® 2300, amidon modifié thermiquement « B-2 », CLEARAM® CJ5025

Méthode: profil flash (JM Siefermann, 2000)

30

L'analyse des résultats est faite par Analyse Factorielle Multiple (J. Pagès, 1994), et montre que :

Sur la série 1 :

- Les trois descripteurs "brillant", "goût lactique" et "astringent" ne sont pas discriminants sur cette série de produits.

35

Les yaourts formulés avec les amidons modifiés thermiquement « C-1 » et « C-2 » sont similaires, ils sont plus crémeux, plus sucrés, plus gras et plus granuleux que les autres produits. L'amidon thermiquement modifié « C-1 » donne cependant un produit plus fondant, moins acide et moins épais que l'amidon thermiquement modifié « C-2 ».

L'amidon thermiquement modifié « D » est aussi peu acide que l'amidon thermiquement modifié « C-1 ».

Sur la série 2 :

- 5 - Les 5 descripteurs "brillant", "sucré", "fondant", "gout lactique" et "astringent" ne sont pas discriminants sur cette série.

Par contre, les panélistes ont établi les différences suivantes :

- 10
- o L'amidon thermiquement modifié « B » est très épais, granuleux, acide, avec une texture crémeuse et du nappant,
 - o Le NOVATION[®] 2300 présente un profil sensoriel similaire mais moins acide, moins granuleux,
 - o Le CLEARAM[®] CJ5025 est le produit le moins granuleux, le moins épais et le moins gras.

15 On peut rapprocher ce résultat avec les observations microscopiques des granules : les granules de CLEARAM[®] CJ5025 n'étaient pas très gonflés, il apporte donc moins de viscosité que les autres.

20 Les conclusions de cette étude sont que tous les amidons testés semblent avoir résisté au procédé utilisé ici, car aucun fragment d'amidon n'a été observé.

Les amidons selon l'invention présentent pour certains des caractéristiques proches de celles du produit déjà existant : ainsi l'amidon thermiquement modifié « D » ne se distingue que par une acidité du yaourt un peu plus importante

25 De même, l'amidon thermiquement modifié « C-1 » conduit à des produits proches du produit existant.

L'amidon thermiquement modifié « C-2 » permet même d'atteindre des niveaux de crémeux perçu supérieurs. Il pourrait donc être utilisé à une dose inférieure pour un même résultat.

30

Exemple 8 : Mise en œuvre d'un amidon thermiquement modifié « D » dans de la sauce tomate – Bolognaise sans viande

La recette de base mise en œuvre est la suivante :

5

Ingrédients	
Pulpe de tomate	50
Eau	28,2
Concentré de tomate 28%	10
Oignon (hachés, congelés)	6
Vinaigre 8°	1,2
Huile d'olives	1
Amidon	2,2
Sel	0,8
Poudre d'ail	0,2
Feuilles de persil (1-2,5 mm)	0,2
Feuilles d'origan (sèches)	0,1
Feuilles de thym (sèches)	0,1
TOTAL	100 g

Les différents amidons testés sont les suivants :

10

- Amidon modifié thermiquement « D » selon l'invention (préparé selon l'exemple 4)
- CLEARAM® CH2020 commercialisé par la société Demanderesse (amidon de maïs waxy réticulé adipate acétylé)
- NOVATION® 2300 commercialisé par la société INGREDION

Le mode opératoire de la recette est le suivant :

15

1. Préparation des prémélanges :

- a. Pulpe de tomates & Oignons
- b. Eau & autres ingrédients liquides
- c. Poudres

20

2. Réaliser une purée fluide du Prémélange (Pulpe de tomates & Oignons) au Hotmix (vitesse 6 pendant 1 min). Le prémélange doit être dépourvu de particules afin de ne pas interférer lors de l'analyse rhéologique du produit.

3. Ajouter le prémélange (Eau & autres ingrédients liquides)

4. Placer à vitesse 3 pendant 1 min

5. Ajouter le prémélange de poudres (sous vitesse 3 pendant 1 min)

25

6. Pré-cuire (vitesse 3 / 10 min / 80 °C)

7. Les traitements optionnels sont les suivants :

<p>A. PASTEURISATION + STOCKAGE AU CONGELATEUR (-18 °C) + DECONGELATION</p> <p>Placer 150 g dans un bocal en verre (277 ml) Garder au bain-marie à 60 °C Pasteuriser à l'autoclave en mode « eau surchauffée » avec un palier à 85 °C, 45 min en statique Stocker à -18 °C (1 nuit*) Puis décongeler 4 heures à température ambiante. Observation et analyse au J+1 (* Sauf analyse de rhéologie. Le produit est conservé 1 nuit à -18 °C avant l'analyse sensorielle. Pour l'analyse rhéologique, le produit est décongelé après 1 mois)</p>	<p>Paramétrages STERIFLOW: Statique; Z=10°C; T=90°C Phase 1: Chauffage / 85°C / 0.1 bar / 8 min Phase 2: Etape / 85°C / 0.1 bar / 45 min Phase 3: Refroidissement / 45°C / 0.1 bar / 20 min Phase 4: Refroidissement forcé / 0°C / 0.1 bar / 5 min</p>
<p>B. PASTEURISATION + STOCKAGE AMBIANT (20 °C)</p> <p>Placer 150 g dans un bocal en verre (277 ml) Garder au bain-marie à 60 °C Pasteuriser à l'autoclave en mode « eau surchauffée » avec un palier à 85 °C, 45 min en statique Stocker à 20 °C Observation et analyse à J+1</p>	<p>Paramétrages STERIFLOW: Statique; Z=10°C; T=90°C Phase 1: Chauffage / 85°C / 0.1 bar / 8 min Phase 2: Etape / 85°C / 0.1 bar / 45 min Phase 3: Refroidissement / 45°C / 0.1 bar / 20 min Phase 4: Refroidissement forcé / 0°C / 0.1 bar / 5 min</p>
<p>C. STÉRILISATION + STOCKAGE AMBIANT (20 °C)</p> <p>Placer 150 g dans un bocal en verre (277 ml) Garder au bain-marie à 60 °C Pasteuriser à l'autoclave en mode « eau surchauffée » avec un palier à 120 °C, 60 min en statique Stocker à 20 °C Observation et analyse à J+1</p>	<p>Paramétrages STERIFLOW: Statique; Z=10°C; T=121°C Phase 1: chauffage / 120°C / 1.7 bar / 12 min Phase 2: Etape / 120°C / 1.7 bar / 60 min Phase 3: Refroidissement / 45°C / 0.1 bar / 20 min Phase 4: Refroidissement forcé / 0°C / 0.1 bar / 5 min</p>

Equipements pour le traitement thermique :

- Autoclave,
- STERIFLOW rotatif bi-process Ø 900 mm - 1 panier - 1 porte

5

Le système de contrôle interne du STERIFLOW (MPI Expert) est utilisé pour gérer les cycles de processus.

Grâce aux sondes de température placées au centre du produit (point le plus froid) l'appareil enregistre des données utiles pendant le cycle aux fins de l'étude:

10

- Température de Démarrage = Start T°C : pour vérifier la bonne reproductibilité du processus de production de l'échantillon
- Température Maximale = Max T°C : pour vérifier la température maximale attendue au centre du produit,
- MAX F₀ (minutes): Cette valeur donne une information sur l'intensité du traitement thermique. Elle représente le temps d'exposition du produit à

15

un traitement conduisant à la même réduction du nombre de micro-organismes réalisé à la température de référence (c'est-à-dire 121,1 °C qui est la température de destruction du *Clostridium Botulinum*). On parle de « Valeur pasteurisatrice ou VS » dans le cas d'une pasteurisation ou

5 « Valeur stérilisatrice ou VS » dans le cas d'une stérilisation.

Par exemple, une valeur stérilisatrice de 3 min signifie que l'expérience réalisée est équivalente à une expérience d'une durée de 3 min à une température constante égale à la température de référence (121,1 °C).

$$F_0 = \Delta T * 10^{(T-121 / Z)}$$

10 Le « MAX F₀ » est la somme de toutes les valeurs à travers le cycle entier, calculée avec les valeurs de Z et de température de référence (T)

Equipements pour les mesures de colorimétrie :

Equipement: KONICA MINOLTA, spectrophotomètre CM-5

15 Méthode d'analyse des couleurs: L * a * b * espace colorimétrique / ΔE: CIE 2000

Échantillon: 6 g de poudre, emballée, dans une boîte de Pétri (Konica Minolta réf 1870-712, verre, diamètre 40 mm)

Zone de mesure: Ø 30 mm, avec masque de visée Ø 35 mm

Type de mesure: réflectance; méthode: boîte de Pétri

20 Observateur: 10 ° / Illuminant: D65

Répétabilité: 0,004

La luminosité, L *, représente le noir le plus foncé à L * = 0, et le blanc le plus brillant à L * = 100.

25 Les canaux de couleur, a * et b *, représentent les vraies valeurs de gris neutres à un * = 0 et b * = 0.

La différence de couleur ΔE (delta E) est calculée entre la couleur d'échantillon choisie L1a1b1 et la couleur de référence L2a2b2.

30 Le résultat est calculé avec le calculateur en ligne www.brucelindbloom.com (section "calc" / "Color Difference Calculator"), où le résultat "CIE 2000" est utilisé.

La plus petite ΔE, la couleur la plus similaire des 2 produits.

Si ΔE est > 1,5, on considère la différence de couleur perceptible par l'œil humain.

35 Caractérisations sensorielles :

Les caractérisations sensorielles sont des appréciations subjectives et des commentaires en termes de visuel et de texture (à la cuillère et / ou à la bouche).

→ Mesures de Synérèse

En fonction de la résistance de l'amidon au processus (congélation et / ou traitement thermique), une certaine synérèse (libération d'eau) peut se produire.

Le produit est tamisé (maille fine) pendant 6 minutes, la quantité de phases est pesée et le résultat donné en%.

Après tamisage et pesée de synérèse, les deux phases (eau de synérèse et sauce restante) de l'échantillon sont remises dans une cuve.

Le sensoriel est évalué principalement sur la phase de sauce restante (la sauce peut être plus concentrée ou plus épaisse).

Niveau de cuisson de l'amidon

Le niveau de cuisson est déterminé par microscopie, comme dans l'exemple 5 ci-avant.

Mesure de la Rhéologie

Caractérisation du comportement des fluides non newtoniens : l'instrument impose un champ de contrainte spécifique ou une déformation au fluide, et surveille la déformation ou la contrainte résultante.

Géométrie: Cylindres concentriques CC27

Conditions d'analyse: Tous les échantillons ont été analysés pour la rhéologie 1 jour après la date de production, après stabilisation à 20 °C.

Répétabilité de toutes les analyses: moyenne de 3 mesures

Précision: 5%

→ Viscosité en fonction de la contrainte - Mesure de fluidité

Les résultats sont exprimés par une courbe à échelle logarithmique donnant la viscosité (Pa.s) en fonction du taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$).

Les résultats remarquables sont la viscosité à:

- $\dot{\gamma} = 5 \text{ s}^{-1}$ (cisaillement représentatif du produit au repos)
- $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$ à 40 s^{-1} (cisaillement représentatif de celui appliqué dans la bouche pendant la mastication)
- $\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$ (cisaillement représentatif de celui appliqué à la cuillère)
- $\dot{\gamma} = 350 \text{ s}^{-1}$ (cisaillement représentatif de celui appliqué dans les processus industriels - c'est-à-dire les pompes)

→ Seuil d'écoulement

Le seuil d'écoulement représente la contrainte minimale appliquée pour mettre en mouvement un produit ou un matériau. Plus le résultat est bas, plus l'effort sera minimum pour le mettre en mouvement.

Il est calculé avec la modélisation de Herschel Bulkley, à partir de la courbe de contrainte en fonction du cisaillement (résultant de la courbe d'écoulement).

→ Caractérisation visco-élastique

Les résultats du comportement viscoélastique (G' / G'') sont exprimés dans un tableau avec un module d'élasticité (G') qui caractérise la partie solide et le module visqueux (G'') qui caractérisent la partie liquide.

Les interprétations générales de l'analyse des produits alimentaires sont des "comportement de type liquide" si ($G' < G''$) ou "comportement de type solide" si ($G' > G''$).

Les résultats sont les suivants :

1. Données de traitement thermique (valeurs de pasteurisation / valeurs de stérilisation) - Mesures des Start T°C / Max T°C / Max F₀

Echantillon	Pasteurisation			Stérilisation		
	Start T°C	Max T°C	Max F ₀ (VP)	Start T°C	Max T°C	Max F ₀ (VS)
CH2020	-	-	-	-	-	-
amidon modifié thermiquement « D ».	57,9	82,6	5,29	59,8	117,5	13,422
NOVATION® 2300	57,8	82,3	5,01	61,5	117,4	13,491

Ces résultats traduisent :

- une bonne reproductibilité de la méthode de traitement. Les températures de début sont d'environ 57-61 °C pour tous les essais.

- Une durée suffisante de la phase d'étape (pour la pasteurisation et la stérilisation).

La température maximale est proche de la température réglée.

De plus, l'amidon modifié thermiquement « D » selon l'invention présente des comportements équivalents à un amidon inhibé thermiquement classique.

2. Analyse colorimétrique

La différence de couleur ΔE (delta E) est calculée entre la couleur d'échantillon choisie L1a1b1 et la couleur de référence L2a2b2.

5 Il a été calculé sous 4 points de vue différents afin d'avoir la comparaison la plus complète:

- ΔE : (repro CH20) : Etude de répétabilité pour 2 lots de CLEARAM[®] CH2020
- ΔE de l'étude comparative entre les prototypes CLEARAM[®] CH2020 modifiés de référence et l'amidon modifié thermiquement « D »
- 10 • ΔE de l'étude comparative entre le NOVATION[®] 2300 et l'amidon modifié thermiquement « D ».
- ΔE de l'étude comparative entre le CLEARAM[®] CH2020 modifié de référence et le NOVATION[®] 2300.

15 Les résultats sont présentés dans la Fig. 4.

A noter que plus la valeur de ΔE est petite, plus les couleurs des 2 produits sont similaires. Si le $\Delta E > 1,5$, la différence de couleur est considérée perceptible par l'œil humain.

Seuls les résultats ΔE de l'étude de répétabilité de CLEARAM[®] CH2020 (ΔE (repro CH20)) sont inférieurs à 1,5.

20 Tous les autres résultats de ΔE sont très discriminants :

- La couleur de CLEARAM[®] CH2020 entre les lots est significativement similaire.
- L'amidon modifié thermiquement « D » a une couleur significativement différente du CLEARAM[®] CH2020.
- L'amidon modifié thermiquement « D » a une couleur significativement différente
- 25 du NOVATION[®] 2300, mais moins prononcée comparativement au CLEARAM[®] CH2020.
- La couleur du CLEARAM[®] CH2020 est significativement différente de NOVATION[®] 2300, mais moins prononcée par rapport à l'amidon modifié thermiquement « D », avec une luminosité et une saturation plus faible des couleurs entre les prototypes CLEARAM CH2020 et l'amidon modifié thermiquement « D ».

30

3. Evaluation sensorielle

Pour mémoire, les produits ont subi les 3 différentes options de traitement, et ont été observés le jour + 1 à 20 °C

<i>Avec le CLEARAM CH2020</i>			
Options de traitement	Pasteurisé à 85°C + congélation & décongélation	Pasteurisé à 85°C	Stérilisé à 120°C
Visuel	Rouge foncé + Brillant ++ Lisse 0 (avec micor gels) Synérèse ++ (10%)	Rouge foncé 0 Brillant ++ Lisse + Synérèse 0	Rouge foncé ++ (hétérogène) Brillant + Lisse + Synérèse 0
Texture à la cuillère	Gélifié 0 Epais +++ Nappant +	Gélifié 0 Epais ++ Nappant ++	Gélifié + Epais + Nappant +
Texture dans la bouche	Epais +++ Aqueux 0 Onctueux + Granuleux + Collant +	Epais ++ Aqueux + Onctueux +++ Granuleux 0 Collant +	Epais + Aqueux + Onctueux ++ Granuleux 0 Collant 0

5

<i>Avec l'amidon modifié thermiquement « D ».</i>			
Options de traitement	Pasteurisé à 85°C + congélation & décongélation	Pasteurisé à 85°C	Stérilisé à 120°C
Visuel	Rouge foncé + Brillant + Lisse 0 Synérèse + (9,4 %)	Rouge foncé 0 Brillant + Lisse ++ Synérèse 0	Rouge foncé ++ (hétérogène) Brillant + Lisse + Synérèse 0
Texture à la cuillère	Gélifié ++ Epais +++ Nappant ++	Gélifié + Epais ++ Nappant ++	Gélifié + Epais + Nappant +
Texture dans la bouche	Epais +++ Aqueux 0 Onctueux ++ Granuleux+ Collant 0	Epais ++ Aqueux 0 Onctueux ++ Granuleux Granulair 0 Collant 0	Epais + Aqueux 0 Onctueux ++ Granuleux Granulair 0 Collant 0

Avec le NOVATION® 2300			
Options de traitement	Pasteurisé à 85°C + congélation & décongélation	Pasteurisé à 85°C	Stérilisé à 120°C
Visuel	Rouge foncé ++ Brillant 0 Lisse 0 Synérèse +++ (17,9 %)	Rouge foncé + Brillant + Lisse + Synérèse 0	Rouge foncé +++ (hétérogène) Brillant ++ Lisse + Synérèse 0
Texture à la cuillère	Gélifié +++ Épais +++ Nappant 0	Gélifié ++ Épais + Nappant ++	Gélifié ++ Épais ++ Nappant +
Texture dans la bouche	Épais +++ Aqueux 0 Onctueux 0 Granuleux ++ Collant 0	Épais ++ Aqueux 0 Onctueux + Granuleux 0 Collant 0	Épais + Aqueux 0 Onctueux 0 Granuleux 0 Collant 0

L'échantillon pasteurisé sera pris comme référence car considéré comme le plus proche de la cible visée pour ce genre de matrice en termes de visuel, de texture.

5 Tous les échantillons congelés et décongelés présentent une synérèse, ainsi qu'une texture granuleuse, micro-gélifiée...

L'amidon modifié thermiquement « D » présente, comparé aux deux autres produits,

moins de synérèse

une texture plus nappante non collante, lors de la congélation/décongélation

10 Tous les produits stérilisés présentent une texture plus fluide et une coloration rouge plus sombre et hétérogène (lié à une réaction de Maillard plus importante).

4. Etude la rhéologie

15 Les histogrammes présentés par les figures suivantes présentent les moyennes des résultats de chaque essai, sous 3 paramètres: viscosité en fonction de la contrainte, seuil d'écoulement et caractéristique viscoélastique

Fig.5 : Viscosité en fonction de la contrainte

20 Les résultats montrent une bonne répétabilité des résultats des 3 répétitions pour chaque échantillon.

L'histogramme est une vue complète et simplifiée (moyenne de 3 répétitions). Chaque barre représente un résultat de viscosité remarquable (5; 10; 100; 350 s-1).

Tous les échantillons, pour les deux traitements thermiques, ont un comportement rhéo-fluidifiant (la viscosité diminue à mesure que le taux de cisaillement augmente).

Les échantillons stérilisés (S) sont plus fluides que leurs échantillons pasteurisés (P). Le traitement thermique a une influence sur le comportement rhéologique quel que soit l'amidon.

5 Pour les échantillons pasteurisés et stérilisés, le NOVATION[®] 2300 affiche des résultats inférieurs à la référence CLEARAM[®] CH2020

L'amidon thermiquement modifié « D » présente une viscosité inférieure au NOVATION[®] 2300, sauf dans les conditions de stérilisation où l'amidon thermiquement modifié « D » apparaît légèrement plus épais.

10 Le classement en groupes montre que l'amidon thermiquement modifié « D » et le NOVATION[®] 2300 ont des performances proches dans les conditions de pasteurisation.

Fig. 6 : Seuil d'écoulement

15 Comme pour les résultats de l'analyse précédente (viscosité en fonction de la contrainte), il existe un profil similaire dans le classement des produits:

Les échantillons stérilisés (S) ont un seuil d'écoulement légèrement inférieur à celui des échantillons pasteurisés (P). Le traitement thermique a une influence sur le comportement rhéologique ; moindre résistance de l'amidon à ce fort traitement thermique.

20 Pour les échantillons pasteurisés, le NOVATION[®] 2300 affiche des résultats moyens, entre les prototypes de référence CLEARAM[®] CH2020 et l'amidon thermiquement modifié « D ».

L'amidon thermiquement modifié « D » apparaît comme le plus performant et le plus proche des produits de référence (CLEARAM[®] CH2020 et NOVATION[®] 2300).

25 **Fig. 7 : Caractérisation viscoélastique**

Pour chaque essai, G' est dominant par rapport à G'' , preuve que le produit a un comportement de type solide.

L'histogramme se concentre uniquement sur la valeur G' .

30 Comme pour les résultats de l'analyse de l'écoulement, il existe un profil similaire dans le classement des produits:

Les échantillons stérilisés (S) ont une cohésion plus faible que leurs échantillons pasteurisés (P). Le traitement thermique a une influence sur le comportement rhéologique, en endommageant l'amidon. Globalement, tous les amidons traités thermiquement sont moins résistants au traitement de stérilisation.

35 Pour les échantillons pasteurisés, le NOVATION[®] 2300 montre une cohésion assez proche du CLEARAM[®] CH2020.

L'amidon thermiquement modifié « D » apparaît cohérent.

Pour les échantillons stérilisés, le NOVATION[®] 2300 montre une cohésion plus proche de l'amidon thermiquement modifié « D ».

Conclusion finale pour l'analyse rhéologique:

Les conditions du procédé de stérilisation définies pour cette étude apparaissent comme un paramètre discriminant.

5 Cette option de traitement permet d'aller plus loin dans la discrimination des amidons propres entre eux et en comparaison avec les CLEARAM® CH2020 et NOVATION® 2300.

L'amidon thermiquement modifié « D » se classe dans la catégorie des produits de références thermiquement modifiés, tel le NOVATION® 2300.

10 **Exemple 9 : Mise en œuvre des amidons thermiquement modifiés « C » dans des yaourts thermisés**

Les amidons thermiquement modifiés obtenus avec le procédé selon l'invention ont été testés dans les yaourts thermisés, également appelés yaourts ambiants ou « extended shelf-life » (à durée de conservation longue).

Ces yaourts sont soumis à un traitement thermique après fermentation, ce qui permet de les conserver à température ambiante pendant plusieurs mois.

Les différents amidons testés sont les suivants :

- 20 - Amidon modifié thermiquement « C » selon l'invention (préparé selon l'exemple 3);
- CLEARAM® CJ5025 commercialisé par la société Demanderesse (phosphate de di-amidon acétylé), amidon modifié classiquement utilisé dans les applications yaourts à boire stables à température ambiante - cf. 25 <https://www.roquette.com/food-and-nutrition/dairy/texturizing-solutions/> ;
- NOVATION® 2300 commercialisé par la société INGREDION.

La recette est la suivante :

30 Les amidons sont testés dans un yaourt à boire à la fraise, contenant du concentré de fruit.

Composition en %	Recette
Eau	64.1
Purée de fraises concentrée (18° Brix)	11.2
Saccharose	7.4
Crème (35 % matière grasse)	6.0
Lait écrémé en poudre	5.5
Solution de pectine (3%)	3.8
Amidon	2.0
Ferments lactiques (YF-L904, CHR HANSEN)	q.s.p
Total	100.00

Le procédé de préparation:

- Hydratation des ingrédients (lait en poudre, sucre, pectine et amidon) dans le lait à 50°C pendant 30 minutes
- 5 • Ajout de la crème, mélange pendant 5 minutes au mélangeur Silverson (3500 rpm).
- Homogénéisation: 100 bars à 65 ou 60°C selon l'amidon utilisé
- Pasteurisation à 95°C, 7 minutes dans un échangeur à plaques à 30 L/h
- 10 • Addition des ferments lactiques dans le mix à 42°C (20U/200L)
- Fermentation à 42°C jusqu'à atteindre pH 4.5
- Ajout du concentré de purée de fraise
- Thermisation: préchauffage à 60°C, thermisation à 85°C pendant 30 secondes dans un échangeur à plaques à 30 L/h
- 15 • Refroidissement à 50°C
- Conditionnement et conservation à température ambiante

Caractéristiques du procédé et de la fermentation:

	T °C homogénéisation	pH initial à 42 °C	pH final à 42 °C	Durée de fermentation
CLEARAM® CJ5025	65 °C	6,45	4,47	4 h
NOVATION® 2300	60 °C	6,46	4,50	4 h
Amidon thermiquement modifié "C".	60 °C	6,42	4,50	4 h

20 Il n'y a pas d'impact de l'amidon sur la durée de fermentation. Les trois produits atteignent le pH souhaité dans un temps équivalent.

Aspect visuel:

25 Les produits avant ajout de la purée de fraises présentent une couleur blanche légèrement beige.

Etat de cuisson de l'amidon:

30 L'état de cuisson de l'amidon est contrôlé à l'aide d'un microscope optique aux différentes étapes du procédé

- Après homogénéisation et premier traitement thermique (pasteurisation)

- Après le 2^e traitement thermique (thermisation)

La préparation est colorée au lugol pour améliorer la visualisation des amidons.

Après pasteurisation, les granules d'amidon sont dans l'ensemble bien gonflés. Le
5 moins gonflé est l'amidon modifié (CLEARAM[®] CJ5025). On n'observe pas de fragments.

Après 2e traitement thermique

Dans les 3 produits, on observe des granules bien gonflés. On ne visualise pas de
fragments d'amidon. Les amidons ont bien résisté aux traitements thermiques.

10 Les granules du NOVATION[®] 2300 semblent en moyenne un peu moins gonflés que
ceux de l'amidon thermiquement modifié "C".

Mesures rhéologiques

	Température de mesure : 20 °C
Rhéomètre :	Physica MCR 301 Anton Paar
Géométrie :	CC27
Méthode :	0 à 350 s ⁻¹ en 180 s et 350 s ⁻¹ à 0 s ⁻¹ en 180 s

15

La viscosité est mesurée après 1 jour, 7 jours, 15 jours et 30 jours.

Les valeurs sont données avec une incertitude de $\pm 5\%$.

		Viscosité (Pa.s)			
		5s-1	10s-1	40s-1	100s-1
CLEARAM [®] CJ5025	J+1	2,530	1,530	0,544	0,297
	J+7	2,690	1,630	0,571	0,309
	J+15	1,360	0,871	0,330	0,187
	J +30	1,770	1,080	0,397	0,223
NOVATION [®] 2300	J+1	2,910	1,780	0,612	0,340
	J+7	3,570	2,180	0,736	0,396
	J+15	3,600	2,210	0,744	0,397
	J +30	3,320	2,120	0,708	0,376
Amidon thermiquement modifié "C".	J+1	3,250	1,890	0,689	0,383
	J+7	3,710	2,150	0,757	0,408
	J+15	3,560	2,030	0,721	0,389
	J +30	3,090	1,760	0,634	0,344

20

La figure 8 présente le graphe des viscosités à 40 s⁻¹.

Les deux essais contenant de l'amidon sans modification chimique présentent des viscosités proches.

L'essai avec le CLEARAM® CJ5025 est par contre moins visqueux à toutes les durées de conservation.

5 L'évolution des viscosités montre qu'il n'y a pas de rétrogradation de l'amidon dans les yaourts, puisqu'on observerait alors une augmentation de la viscosité au cours du stockage.

Capacité de rétention d'eau

10 On analyse la capacité de rétention d'eau dans les yaourts en réalisant le test suivant, adapté d'une méthode de Harte et Barbosa-Canovas:

- Centrifugation d'une masse W1 de yaourt pendant 30 min à 4000g et à 10°C.
- Pesée du sérum séparé suite à la centrifugation : W2
- Capacité de rétention d'eau: WHC (%) = $(1 - W2/W1) \times 100$

15

	J+1	J+7	J+15	J+30
CLEARAM® CJ5025	76,07	74,31	72,53	68,97
NOVATION® 2300	68,60	66,26	70,13	66,86
Amidon thermiquement modifié "C".	74,94	74,19	72,06	72,17

On constate que la capacité de rétention d'eau de l'amidon selon l'invention est proche de celle obtenue avec l'amidon modifié.

Elle est d'ailleurs stable au cours du stockage, ce qui confirme l'absence de synérèse.

20 Par contre, l'amidon concurrent retient légèrement moins d'eau.

Dégustation des yaourts

Les 3 produits ont été évalués par des dégustateurs experts en produits laitiers. Les commentaires récoltés sont les suivants :

- 25
- CLEARAM® CJ5025 : astringent, nappant, peu acide
 - NOVATION® 2300 : acide, astringent, épaisseur moyenne en bouche
 - Amidon thermiquement modifié "C" : peu acide, peu astringent, doux, épais en bouche.

30 Cette dégustation permet de vérifier que les amidons utilisés n'apportent pas de goût parasite dans le yaourt.

Ils se distinguent par contre au niveau de l'acidité perçue, le NOVATION® 2300 étant celui qui apporte le plus d'acidité.

L'amidon thermiquement modifié "C" permettant d'obtenir un yaourt de qualité gustative plus performante.

En résumé, l'amidon thermiquement modifié selon l'invention présente donc une performance au moins équivalente à celle de l'amidon modifié ou non classiquement utilisés dans cette application, et se révèle organoleptiquement plus acceptable que le NOVATION® 2300.

Exemple 10 : Mise en œuvre des amidons thermiquement modifiés « C » dans des mayonnaises allégées selon un procédé à chaud

Les amidons thermiquement modifiés obtenus avec le procédé selon l'invention ont été testés dans les mayonnaises préparées par un procédé à chaud, mayonnaises à faible teneur en matière grasse (25 – 35 % de matières grasses).

Les différents amidons testés sont les suivants :

- Amidon modifié thermiquement « C » selon l'invention (préparé selon l'exemple 3);
- CLEARAM® CH2020 commercialisé par la société Demanderesse (amidon de maïs waxy réticulé adipate acétylé) ;
- NOVATION® 2300 commercialisé par la société INGREDION.

La recette est la suivante :

Ingrédients	Composition en %
Phase A (lait d'amidon)	
Eau	50,13
Amidon	4,00
Phase B (solution)	
Moutarde	2,50
Saccharose	6,00
Jaune d'œuf en poudre de la société LIOT	1,20
Sorbate de potassium de la société ALFA AESAR	0,12
Phase C (dispersion)	
Huile de tournesol	25,00
Gomme xanthane (F80) commercialisée par la société AGI – E415	0,30
Phase D (pour solution)	
Vinaigre 87°	6,50
Jus de citron	2,50
Total	100,00

Le procédé de préparation :

Adapté pour des quantités de 800 g à 2 kg, il est ici préparé un lot de 1 kg de mayonnaise allégée.

Utilisation du mélangeur Hotmix Pro Creative de 2 l (Vitesse 1E = 480 rpm ; Vitesse 3 : 800 rpm ; Vitesse 4 : 1800 rpm ; Vitesse 5 : 3000 rpm ; Vitesse 6 : 4000 rpm).

5

Phase A : cuire le lait d'amidon dans le bol du Hotmix (vitesse 1E, 90°C, 10 min). Laisser refroidir jusqu'à 50°C.

10

Phase B : préparer les ingrédients liquides (colle d'amidon et moutarde) dans le bol de l'Hotmix. Préparer les poudres dans un récipient séparé.

Bien disperser et homogénéiser ce mélange de poudre.

Préparer les phases C et D dans des récipients séparés.

15

Hydratation de la Phase B

Dans le bol du Hotmix où le lait d'amidon est maintenu à 50°C, ajouter le mélange de poudres et mélanger à Vitesse 3, 1 min.

20

Emulsification + hydratation des hydrocolloïdes

Par le haut du récipient, ajouter petit à petit la Phase C, puis la Phase D.

Adapter la Vitesse de 4 à 6, selon la consistance du produit, en ne dépassant pas 3 minutes de mélange.

25

Finition de l'émulsification :

Continuer de mélanger à Vitesse 6, 1 min.

Méthodes d'analyses

30

Caractérisations sensorielles

Les caractérisations sensorielles sont des appréciations subjectives et des commentaires en termes de visuel et de texture (à la cuillère et / ou à la bouche).

35

Colorimétrie

Equipement : KONICA MINOLTA, spectrophotomètre CM-5

Méthode d'analyse des couleurs: L * a * b * et L * C * h ° espace colorimétrique / ΔE : CIE 2000

Échantillon: 20g, en boîte de Pétri jetable (VWR, "boîte pétri ronde PS sans ergot", plastique, diamètre 55 mm)

Zone de mesure: \varnothing 30 mm, avec masque de visée \varnothing 35 mm

Type de mesure: réflectance; composante spéculaire exclue (SCE)

5 **Observateur:** 10 ° / **Illuminant:** D65

Répetabilité: 0,004

La luminosité, L^* , représente le noir le plus foncé à $L^* = 0$, et le blanc le plus clair à $L^* = 100$.

10 Les canaux de couleur, a^* et b^* , représentent les coordonnées d'une couleur. Les valeurs en $a^* = 0$ et $b^* = 0$ représentent le vrai gris neutre.

C^* représente la chrominance. La différence ΔC^* entre 2 échantillons montrerait une couleur (+) plus claire ou (-) plus terne. (*Peut être illustré comme la quantité de pigments*)

h° représente l'angle de teinte (en degrés), qui est précisément la couleur.

15 Les différences d'espace colorimétrique ($L^* C^* h^\circ$) sont plus faciles à lire et à interpréter que l'espace colorimétrique ($L^* a^* b^*$).

La différence de couleur ΔE (delta E) est calculée entre la couleur d'échantillon choisie $L_1 a_1 b_1$ et la couleur de référence $L_2 a_2 b_2$ (ou $L_1 C_1 h_1$ et $L_2 C_2 h_2$)

20 Le résultat est calculé avec le logiciel Colibri® Color de Konica, où la formule « CIE 2000 » est utilisée (la plus proche de la perception de l'œil humain).

La plus petite ΔE , la couleur la plus similaire des 2 produits.

Si ΔE est $> 1,5$, on considère la différence de couleur perceptible par l'œil humain.

Les analyses ont été réalisés sur les mayonnaises à 15°C.

25

Niveau de cuisson de l'amidon - Microscopie Optique

Equipement : LEICA

30 L'échantillon est dispersé dans de l'eau déminéralisée, puis coloré au Lugol afin de mettre en évidence les granules d'amidon. L'iode réagit avec l'amylose et forme des complexes de structure en spirale. Une couleur bleu / violet résulte si l'amidon est riche en amylose. Sinon, la couleur des granules d'amidon reste brun / jaune.

Les observations en microscopie optique fournissent différentes informations:

35 → pour montrer les tailles et la dispersion des bulles d'huile. Plus l'émulsification est petite et homogène, plus l'émulsification est efficace.

→ vérifier la présence et l'apparence des granules d'amidon. Ils peuvent être présents comme non cuits ; Faible cuit ; Moyen cuit ; Bien cuit ; en tant que Fragments ; ou solubilisé (absent).

→ L'observation sous lumière polarisée révélera ou non la croix de biréfringence du granulé d'amidon non cuit (ce qui permet de contrôler la cuisson effective ou non de l'amidon).

Lumière blanche - Lentille x20 - Grossissement x150

5

Rhéologie

Caractérisation du comportement des fluides non newtoniens. L'instrument impose une contrainte spécifique ou une déformation au fluide, et surveille la déformation ou la contrainte résultante.

10

Conditions d'analyse : Tous les échantillons ont été analysés pour la rhéologie 1 jour après la date de production.

Répétabilité de toutes les analyses: moyenne de 3 mesures

Précision: 5%

15

Écoulement

Les résultats d'écoulement sont exprimés dans une courbe à échelle logarithmique de viscosité (Pa.s) en fonction du taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$).

Des résultats remarquables de viscosité peuvent être notés aux taux de cisaillement suivants:

20

- $\dot{\gamma} = 5 \text{ s}^{-1}$ (cisaillement équivalent de texture mesuré pour le produit au repos)
- $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$ à 40 s^{-1} (cisaillement équivalent de texture mesuré pendant la mastication - *sensorielle dans la bouche*)
- $\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$ (cisaillement équivalent de la texture mesuré pendant l'agitation - *sensoriel à la cuillère*)
- $\dot{\gamma} = 350 \text{ s}^{-1}$ (cisaillement équivalent de la texture mesuré pendant les processus industriels - *c'est-à-dire les pompes*)

25

Appareil et Méthode d'analyse :

	Température de mesure: 15°C
Rhéomètre:	Rhéomètre TA Instrument DHR-2
Géométrie	Cône / plaque 4cm 1°
Méthode :	1 min de température constante Rampe de 0,6 à 350 s ⁻¹ pendant 1 min, stable à 350 s ⁻¹ pendant 3 min, 350 à 0,6 s ⁻¹ pendant 1 min

30

Le seuil d'écoulement

Le seuil d'écoulement représente la contrainte minimale appliquée pour mettre en mouvement un produit ou un matériau. Plus le résultat est bas, plus l'effort sera minimum pour le mettre en mouvement.

- 5 Il est calculé avec la modélisation de Herschel Bulkley, à partir de la courbe de contrainte en fonction du cisaillement (résultant de la courbe d'écoulement).

Appareil et Méthode d'analyse :

	Température de mesure: 15°C
Rhéomètre:	Rhéomètre TA Instrument DHR-2
Géométrie	Cône / plaque 4 cm 1°
Méthode :	1 min de température constante 0,1 à 20 Pa pour une rampe de 8 minutes

10 *Oscillation*

Les résultats du comportement viscoélastique (G' / G'') sont exprimés dans un tableau avec un module d'élasticité (G') qui caractérise la partie solide et le module visqueux (G'') qui caractérisent la partie liquide. Les interprétations générales de l'analyse des produits alimentaires sont des "comportements de type liquide" si ($G' < G''$) ou "comportement de type solide" si ($G' > G''$).

15

Appareil et Méthode d'analyse :

	Température de mesure: 15 °C
Rhéomètre:	Rhéomètre TA Instrument DHR-2
Géométrie	Cône / plaque 4cm 1°
Méthode :	1 min de température constante 0,02 à 880 Pa Contrainte d'oscillation à 1 Hz

20

Résultats

Evaluation sensorielle (h + 12 heures)

ESSAIS		CLEARAM® CH2020	Amidon thermiquement modifiés « C »	NOVATION® 2300
Visuel	Couleur sombre	0	++	+
	Brillant	0	0	0
	Lisse	0	0	0
Texture à la cuillère	Géifié	0	0	0
	Épais	+	0	+
	enrobage	0	0	0
Texture dans la bouche	Épais	++	0	+
	Onctueux	0	0	0
	Granulaire	0	0	0
	Gluant	+	0	0
	Gras	0	0	0
Saveur	Hors-note	0	0	0

Commentaires :

Après la mise en œuvre : En raison de la température à partir de 50 ° C, et du processus de cisaillement, le produit est chaud et assez fluide. Plus particulièrement pour l'amidon inhibé thermiquement et l'amidon thermiquement modifié « C » selon l'invention.

Après 12 h de maturation à + 5 ° C : Les produits sont équivalents, à l'exception d'une couleur plus foncée pour l'amidon inhibé thermiquement et l'amidon thermiquement modifié « C » selon l'invention. De plus, pour la texture à la cuillère, la mayonnaise réalisée avec l'amidon thermiquement modifié « C » apparaît un peu plus fluide.

Pour la texture dans la bouche, l'amidon inhibé thermiquement et l'amidon thermiquement modifié « C » selon l'invention ne montrent presque aucune différence, et le contrôle avec CLEARAM® CH2020 a une texture légèrement plus épaisse et collante.

Il n'y a aucun arrière-goût pour l'amidon inhibé thermiquement et l'amidon thermiquement modifié « C » selon l'invention.

L'amidon modifié CLEARAM® CH2020 est moins endommagé au cours du process. Par ailleurs, pour un dosage équivalent, l'amidon inhibé thermiquement et l'amidon thermiquement modifié « C » selon l'invention présentent des performances de viscosité moindres.

Colorimétrie

Valeurs telles que mesurées

Essais	L *	a*	b *	C *	h °
CLEARAM® CH2020	87,7964528	1 00896	12,2456754	12,2871712	85,2898356
Amidon thermiquement modifié « C »	84,55599502	1,794721	13,23876699	13,395986429	82,27973113
NOVATION® 2300	86,70282834	1,219061	12,226452297	12,32495981	84,32359511

Ecarts de mesure par rapport au CLEARAM® CH2020

Essais	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔC^*	Δh°	$\Delta E_{00} (1:1:1)$
Amidon thermiquement modifié « C »	-3,240458	0,785756	0,993092	1,072693	-0,673032	2,394904478
NOVATION® 2300	-1,093625	0,210096	0,018848	0,037789	-0,207528	0,755043034

Commentaires :

Comparaison à l'essai avec CLEARAM® CH2020, en standard:

ΔL *: Les deux essais avec l'amidon inhibé thermiquement et l'amidon thermiquement modifié « C » selon l'invention sont plus foncés que le CLEARAM® CH2020.

5 ΔC *: le NOVATION® 2300 montre une chroma très proche du CLEARAM® CH2020, tandis que l'amidon thermiquement modifié « C » selon l'invention montre plus de quantité de couleur.

10 Δh *: l'amidon inhibé thermiquement et l'amidon thermiquement modifié « C » selon l'invention montrent une teinte différente, mais l'amidon thermiquement modifié « C » selon l'invention est plus marqué.

ΔE: le NOVATION® 2300 montre un ΔE inférieur à 1,5, ce qui théoriquement indique une différence imperceptible de couleur en regard du CLEARAM® CH2020.

15 L'amidon thermiquement modifié « C » selon l'invention montre un ΔE supérieur à 1,5, de sorte que la couleur de l'échantillon est considérée comme significativement différente du CLEARAM® CH2020.

Niveau de cuisson de l'amidon – Microscopie optique

Il n'y a plus d'amidon granulaire dans la recette, quel que soit l'amidon utilisé, probablement en raison du processus de cuisson et du niveau de cisaillement élevé.

20

Rhéologie

Essais	Ecoulement 15°C				
	Viscosité (Pa.s)				
	5 s ⁻¹	10 s ⁻¹	40 s ⁻¹	100 s ⁻¹	350 s ⁻¹
CLEARAM® CH2020	11,17	6,72	2,61	1,44	0,70
Amidon thermiquement modifié « C »	8,45	5,08	1,98	1,08	0,52
NOVATION® 2300	14,32	8,69	3,06	1,70	0,86

Mesure d'écoulement

25 Tous les échantillons ont un comportement rhéofluidifiant (la viscosité diminue à mesure que le taux de cisaillement augmente).

À 40 s⁻¹, représentant la sensation en bouche, la viscosité est proche entre le CLEARAM® CH 2020 et le NOVATION® 2300. L'amidon thermiquement modifié « C » est très légèrement inférieur.

30 La perte de viscosité par rapport au taux de cisaillement est équivalente pour les trois échantillons. L'analyse rhéologique confirme les résultats sensoriels, avec une différence mineure entre la texture des échantillons dans la bouche.

Seuil d'écoulement

Selon le modèle de Herschel Bulkley et avec les conditions de mesure, les échantillons n'ont montré aucune contrainte. Les échantillons sont également faciles à verser.

5 *Mesure d'oscillation*

Pour chaque analyse d'essai, G' est dominant par rapport à G'' , preuve que les produits ont un « comportement de type solide ».

La fermeté (c'est-à-dire le niveau G') est similaire pour le CLEARAM[®] CH 2020 et l'amidon thermiquement modifié « C ».

10 Le NOVATION[®] 2300 est légèrement moins élastique que les autres échantillons qui sont plus résistants.

Cette analyse confirme également les résultats sensoriels.

Conclusion :

15

Tous les amidons montrent la même faiblesse lorsque soumis à haute contrainte pour la mayonnaise traitée à chaud.

Tous les granules sont endommagés.

20 Malgré la texture fluide du produit après traitement, tous les amidons rétrogradent pendant la maturation et donnent une texture acceptable à la sauce finale.

Une texture légèrement plus épaisse est remarquée pour les essais témoins avec le CLEARAM[®] CH2020, mais pas très significative.

Une couleur foncée significative est notée pour la mayonnaise avec l'amidon thermiquement modifié « C ».

25

Exemple 11 : Mise en œuvre d'un amidon thermiquement modifié « C » dans des préparations de fruits pour yaourts

30 Les préparations de fruits pour yaourts contiennent souvent de l'amidon permettant d'optimiser leur viscosité et de les rendre stables pendant toute la durée de vie du produit. Elles sont mélangées à la masse blanche du yaourt dans des proportions pouvant varier entre 10 et 20% en général.

Les différents amidons testés sont les suivants :

35

- Amidon modifié thermiquement « C » selon l'invention (préparé selon l'exemple 3);
- NOVATION[®] 2300 et NOVATION[®] Prima 600 commercialisés par la société INGREDION

- CLEARAM® CR 08 20, amidon modifié chimiquement (hydroxypropyle phosphate) commercialisé par la société Demanderesse

Recette:

5

L'amidon a été testé dans une préparation de fruits à la fraise.

Composition en %	Recette
	%
Purée de fraises	45,0
Eau	31,0
Saccharose	20,0
Amidon testé	4,0
	100,0

Procédé de preparation:

10

- Mélanger l'eau et la purée de fraises dans un robot ménager.
- Agiter pendant 2 minutes à 800 tours/minute
- Ajouter le sucre et l'amidon
- Mélanger pendant 2 minutes à 800 rpm
- Chauffer à 90/95°C dans le robot

15

- Maintenir pendant 10 minutes à 90/95°C, avec une agitation de 1800 rpm
- Conditionner, refroidir et stocker à 4°C

Essais:

1	Amidon modifié thermiquement « C »
2	Novation 2300
3	Novation Prima 600
4	CLEARAM® CR 08 20

20

pH des essais :

Essais	1	2	3	4
pH	3.55	3.45	3.45	3.50

Tous les essais ont un pH très acide, ce qui peut avoir une incidence sur la dégradation de l'amidon lors du process de cuisson.

25

Etat de cuisson de l'amidon:

L'état de cuisson de l'amidon est contrôlé à l'aide d'un microscope optique sur la préparation de fruits après cuisson.

La préparation est colorée au lugol pour améliorer la visualisation des amidons.

- Amidon modifié thermiquement « C » :

On observe des granules bien cuits (gonflés), ainsi que des fragments de granules.

5 Une partie des granules a donc été détruite par le procédé de fabrication.

- NOVATION[®] 2300 : on retrouve également un certain nombre de granules intacts, bien cuits, mais ils semblent moins nombreux. Par ailleurs, on observe de nombreux fragments.

10

- NOVATION[®] Prima 600 : il ne reste que quelques granules visibles. Il semble donc que la grande majorité des granules ait été détruite lors de la cuisson.

- CLEARAM[®] CR 08 20 : là encore, il ne reste que peu de granules intacts.

15

L'amidon modifié thermiquement selon l'invention est donc l'un des produits testés qui conserve le mieux sa structure granulaire, ce qui signifie qu'il est capable de résister aux conditions de traitement thermique et d'acidité du milieu.

20

Mesures de texture

Ecoulement Bostwick (20 °C, 90 g de produit) après 12 jours

Temps	Essais			
	1	2	3	4
30 sec	5.5	6.5	6.5	9.0
60 sec	6.5	7.0	7.5	10.0

25

On constate que les comportements d'écoulement sont relativement proches entre les amidons, sauf pour l'essai avec l'amidon modifié CLEARAM[®] CR0820, qui s'écoule davantage.

Viscosité

	Température de mesure : 20 °C
Rhéomètre :	Physica MCR 301 Anton Paar
Géométrie :	CC27
Méthode	0 à 350 s ⁻¹ en 180 s et 350 s ⁻¹ à 0 s ⁻¹ en 180 s

30

La viscosité est mesurée après 1 jour, 15 jours et 30 jours.

Les valeurs sont données avec une incertitude de $\pm 5\%$.

Valeurs de cisaillement en s^{-1}	J+1					J+15					J+30				
	5	10	40	100	350	5	10	40	100	350	5	10	40	100	350
Amidon modifié thermiquement « C »	6,78	4,1	1,72	0,97	0,45	7,85	4,6	1,75	0,9	0,39	8,8	5,11	1,89	0,93	0,38
NOVATION® 2300	5,93	3,7	1,61	0,92	0,43	7,34	4,47	1,84	1	0,44	8,31	4,89	1,87	0,99	0,43
CLEARAM CR0820	11	6,6	3	1,71	0,7	9,82	6,29	2,78	1,58	0,72	9,97	6,35	2,78	1,57	0,71
Novation Prima 600	4,9	3	1,3	0,78	0,38	4,49	2,84	1,22	0,7	0,34	5,17	3,21	1,31	0,73	0,35

Dans le graphe de la figure 9, on constate que la viscosité de la préparation de fruits contenant le CLEARAM CR0820 est la plus élevée. Elle a tendance à être stable, voire à diminuer légèrement.

L'amidon modifié thermiquement « C » donne une viscosité proche de celle obtenue avec le NOVATION® 2300, et qui augmente légèrement au cours du temps.

Enfin, le NOVATION® Prima 600 est le produit dont la viscosité est la plus faible. Elle est stable au cours du stockage.

Analyse sensorielle

Les 4 produits ont été évalués par un panel entraîné de 13 personnes. La méthode utilisée est celle du profil flash : les panélistes choisissent eux-mêmes les critères qui apparaissent comme les plus discriminants entre les échantillons, puis ils classent ceux-ci selon les critères choisis.

La conclusion de l'analyse sensorielle est la suivante :

- Par rapport à l'amidon modifié CLEARAM CR0820, l'amidon modifié thermiquement « C » donne une préparation de fruits moins épaisse (en bouche et à la cuiller), moins collante, plus fondante. Elle apparaît également moins sucrée.

- Par rapport aux amidons NOVATION® Prima 600 et NOVATION® 2300 :

- o Le NOVATION® 2300 conduit à une préparation de fruits épaisse en bouche, nappante, mais également collante et présentant un arrière-goût.
- o Le NOVATION® Prima 600 apporte peu de texture (bouche et cuillère) mais il permet une bonne brillance et un maintien du goût sucré.
- o L'amidon selon l'invention présente un caractère fondant, peu collant et peu sucré.

L'analyse sensorielle confirme donc les résultats des mesures rhéologiques, avec une texture plus épaisse pour l'amidon modifié.

En conclusion, sur l'ensemble de ces résultats, on constate que la performance de l'amidon modifié thermiquement selon l'invention se rapproche de celle d'un NOVATION® 2300.

La résistance au cisaillement en conditions acides est supérieure à celle du CLEARAM® CR0820, un amidon couramment utilisé dans les préparations de fruits. La viscosité obtenue est par contre un peu plus faible.

Exemple 12 : préparation de fécule thermiquement modifiés à partir de fécule de pomme de terre

10

1) L'alcalinisation de la fécule de pomme de terre est conduite selon les étapes suivantes :

15

- Préparer une suspension de fécule de pomme de terre à 36.5% de matière sèche (MS)
- Ajouter du carbonate de sodium en poudre pour obtenir une conductivité finale sur la poudre remise en suspension à 20%MS entre 0.7 et 1.1 mS
- Assurer un temps de contact de 1h
- Filtrer et sécher à une humidité d'équilibre de l'amidon entre 12-18%

20

2) Traitement thermique

25

Le produit ainsi obtenu est traité thermiquement dans des turboréacteurs continus de type VOMM en série, dont la température de consigne est fixée à 210°C et configurés pour faire subir au produit un temps de séjour de l'ordre de 30-35min, et de manière à ce que la différence de température entre la consigne et la température du produit en sortie du réacteur, qu'on appelle Delta T, soit d'une valeur de l'ordre de 19-22°C.

Paramètres de process

Exp	Conductivité sur produit après imprégnation remis en suspension à 20%MS en mS/cm	Humidité du produit avant traitement thermique en %	Delta T	T°C consigne	Temps de séjour (min)
Base fécule de pomme de terre	0.11	15.7	0	0	0
E-1	0.96	12	21	210	33
E-2	0.96	12	21	210	42
E-3	0.96	12	22.5	210	48

Les mesures de viscosité RVA sont réalisées et sont présentées dans le tableau ci-dessous.

Résultats :

Essais	RVA Pic (mPa.s)	RVA Chute (mPa.s)
Base féculé de pomme de terre	877	554
E-1	563	-308
E-2	379	-404
E-3	178	-415

5 Etude comparative

Une analyse est réalisée comparant les produits selon l'invention avec des produits du commerce de même catégorie. Les produits issus de l'invention sont traités selon le protocole suivant:

- Remise en suspension de la féculé à 36.5%MS
- 10 - Neutralisation par de l'acide chlorhydrique à 20% à pH 5.5 +/-1
- Filtration, lavage afin d'obtenir une conductivité inférieure à 500 μ S, séchage à l'humidité classique de l'amidon entre 14 et 18%

Essais	Humidité %	pH à 20%MS	Conductivité à 20%MS (μ S)	RVA Pic (mPa.s)	RVA chute (mPa.s)
E-1	15	6.2	67.5	495	-330
E-2	14.5	6.2	68.1	326	-450
E-3	15.5	6.2	68.5	242	-412
Beco Gel P4500	11.6	7.1	107	269	-169
Novation 1900	15.8	5.3	174	869	216
D	11	6.28	55	251	-159

15 Chaque exemple E-1, E-2 et E-3 de féculés de pomme de terre thermiquement modifiées selon l'invention présente une stabilité améliorée durant le process d'utilisation par rapport à l'amidon natif : moins de phénomènes de prise en viscosité et de rétrogradation sont observés lors de l'utilisation de ces amidons. Ceci se voit par la mesure de la chute au viscosimètre RVA : plus la chute est négative plus l'amidon va être résistant aux cisaillements, à l'acidité des milieux et aux traitements thermiques.

20 Chaque exemple E-1, E-2 et E-3 de féculés de pomme de terre thermiquement modifiées selon l'invention peuvent être comparés à d'autres produits inhibés thermiquement de l'état de l'art base féculé de pomme de terre tel que le Novation 1900 ou le Beco Gel P4500. D'après les résultats de viscosimètre RVA les produits les plus résistants sont les produits issus de l'invention.

25

De même chaque exemple E-1, E-2 et E-3 de féculés de pomme de terre thermiquement modifiés selon l'invention peuvent être comparés aux exemples sur le maïs waxy et notamment la famille D : les exemples E-1, E-2 et E-3 de féculés de pomme de terre ont une viscosité plus importante au Pic à même matière sèche de mesure et présentent une résistance au process plus importante. Le choix de l'utilisation de ces amidons se fera donc en fonction de l'application visée et donc des conditions de cisaillement, d'acidité et de température de mise en œuvre.

Exemple 13 : préparation de fécule thermiquement modifiés de manioc

10

1) L'alcalinisation de la fécule de manioc est conduite selon les étapes suivantes :

- Préparer une suspension de fécule de manioc à 36.5% de matière sèche (MS)
- Ajouter du carbonate de sodium en poudre pour obtenir une conductivité finale

sur la poudre remise en suspension à 20%MS entre 0.7 et 1.1mS

15

- Assurer un temps de contact de 1h
- Filtrer et sécher à une humidité d'équilibre de l'amidon entre 10-15%

2) Traitement thermique

20

Le produit ainsi obtenu est traité thermiquement dans des turboréacteurs continus de type VOMM en série, dont la température de consigne est fixée à 210°C et configurés pour faire subir au produit un temps de séjour de l'ordre de 20 à 35 min, et de manière à ce que la différence de température entre la consigne et la température du produit en sortie du réacteur, qu'on appelle Delta T, soit d'une valeur de l'ordre de 22-27°C.

25

Paramètres de process

Essais	Conductivité sur produit après imprégnation remis en suspension à 20%MS en mS/cm	Humidité du produit avant traitement thermique en %	Delta T	T°C consigne	Temps de séjour (min)
Base fécule de manioc	0.10	12.5	0	0	0
F-1	0.95	10	27	210	20
F-2	0.95	10	24	210	30
F-3	0.95	10	25	210	35

Les mesures de viscosité RVA sont réalisées et sont présentées dans le tableau ci-dessous.

30

Résultats :

Essais	RVA Pic (mPa.s)	RVA Chute (mPa.s)
Base féculé de manioc	603	480
F-1	379	29
F-2	206	-118
F-3	110	-178

5 Etude comparative

Une analyse est réalisée comparant les produits selon l'invention avec des produits du commerce de même catégorie. Les produits issus de l'invention sont traités selon le protocole suivant:

- 10
- Remise en suspension de la féculé à 36.5%MS
 - Neutralisation par de l'acide chlorhydrique à 20% à pH 5.5 +/-1
 - Filtration, lavage afin d'obtenir une conductivité inférieure à 500µS, séchage à l'humidité classique de l'amidon entre 10 et 15%

Essais	Humidité %	pH à 20%MS	Conductivité à 20%MS (µS)	RVA Pic (mPa.s)	RVA chute (mPa.s)
F-1	11	5.6	84	344	-10
F-2	10	5.9	70	186	-121
F-3	10	5.8	75	99	-140
CLARIA® Bliss 570	12.7	6.1	190	518	36
D	11	6.28	55	251	-159

15

Chaque exemple F-1, F-2 et F-3 de féculés de manioc thermiquement modifiées selon l'invention présente une stabilité améliorée durant le process d'utilisation par rapport à l'amidon natif : moins de phénomènes de prise en viscosité et de rétrogradation sont observés lors de l'utilisation de ces amidons. Ceci se voit par la mesure de la chute au viscosimètre RVA : plus la chute est négative plus l'amidon va être résistant aux cisaillements, à l'acidité des milieux et aux traitements thermiques.

20

Chaque exemple F-1, F-2 et F-3 de féculés de manioc thermiquement modifiées selon l'invention peuvent être comparés à d'autres produits inhibés thermiquement de l'état de l'art base féculé de manioc tel que le Claria Bliss 570. D'après les résultats de viscosimètre RVA les produits les plus résistants sont les produits issus de l'invention.

25

De même chaque exemple F-1, F-2 et F-3 de féculés de manioc thermiquement modifiées selon l'invention peuvent être comparés aux exemples sur le maïs waxy et notamment la famille D : la famille D a une viscosité plus importante au Pic à même matière sèche de mesure et présentent une résistance au process plus importante. Le choix de

l'utilisation de ces amidons se fera donc en fonction de l'application visée et donc des conditions de cisaillement, d'acidité et de température de mise en œuvre.

Exemple 14 : préparation d'amidons thermiquement modifiés de pois

5

- 1) L'alcalinisation de l'amidon de pois est conduite selon les étapes suivantes :
 - Préparer une suspension d'amidon de pois à 33% de matière sèche (MS)
 - Ajouter du carbonate de sodium en poudre pour obtenir une conductivité finale sur la poudre remise en suspension à 20%MS entre **0.7 et 1.1mS**
 - Assurer un temps de contact de 1h
 - Filtrer et sécher à une humidité d'équilibre de l'amidon entre 10-15%
- 2) Traitement thermique

10

15

Le produit ainsi obtenu est traité thermiquement dans des turboréacteurs continus de type VOMM en série, dont la température de consigne est fixée à 210°C et configurés pour faire subir au produit un temps de séjour de l'ordre de 10-25min, et de manière à ce que la différence de température entre la consigne et la température du produit en sortie du réacteur, qu'on appelle Delta T, soit d'une valeur de l'ordre de 21-25°C.

20

Paramètres de process

Essais	Conductivité sur produit après imprégnation remis en suspension à 20%MS en mS/cm	Humidité du produit avant traitement thermique en %	Delta T	T°C consigne	Temps de séjour (min)
Base amidon de pois	0.09	12.9	0	0	0
G-1	0.9	10	24	210	12
G-2	0.9	10	23.5	210	21

Les mesures de viscosité RVA sont réalisées et sont présentées dans le tableau ci-dessous.

25

Résultats :

Essais	RVA Pic (mPa.s)	RVA Chute (mPa.s)
Base amidon de pois	285	76
G-1	154	-154
G-2	46	-104

30

Etude comparative :

Une analyse est réalisée comparant les produits selon l'invention avec des produits du commerce de même catégorie. Les produits issus de l'invention sont traités selon le protocole suivant:

- Remise en suspension de l'amidon à 36.5%MS
- Neutralisation par de l'acide chlorhydrique à 20% à pH 5.5 +/-1
- Filtration, lavage afin d'obtenir une conductivité inférieure à 500µS, séchage à l'humidité classique de l'amidon entre 14 et 18%

Essais	Humidité %	pH à 20%MS	Conductivité à 20%MS (µS)	RVA Pic (mPa.s)	RVA chute (mPa.s)
G-1	10	6	20	170	-154
G-2	11.5	5.9	36	63	-131
D	11	6.28	55	251	-159

Chaque exemple G-1 et G-2 d'amidon de pois thermiquement modifiées selon l'invention présente une stabilité améliorée durant le process d'utilisation par rapport à l'amidon natif : moins de phénomènes de prise en viscosité et de rétrogradation sont observés lors de l'utilisation de ces amidons. Ceci se voit par la mesure de la chute au viscosimètre RVA : plus la chute est négative plus l'amidon va être résistant aux cisaillements, à l'acidité des milieux et aux traitements thermiques.

Chaque exemple G-1 et G-2 d'amidon de pois thermiquement modifiées selon l'invention peuvent être comparés aux exemples sur le maïs waxy et notamment la famille D : chaque exemple G-1 et G-2 a une viscosité plus faible au Pic à même matière sèche de mesure et présentent une résistance au process équivalente à la famille D. La particularité de l'amidon de pois étant l'obtention d'un produit très résistant via un temps de séjour plus court que pour les autres matières premières. Le choix de l'utilisation de ces amidons se fera donc en fonction de l'application visée et donc des conditions de cisaillement, d'acidité et de température de mise en œuvre.

Exemple 15 : Mise en œuvre des amidons thermiquement modifiés « C » dans de la sauce tomate - Ketchup

L'analyse est réalisée sur la base de la recette témoin suivante :

Ingrédients	Quantité (%)
Eau	45
Concentré de tomate à 28 %	26,0
Amidon testé	3,2
sel	2,0
Vinaigre 8°	8,8
Saccharose	15,0
<i>Total</i>	100

Le procédé de préparation de la sauce tomate – Ketchup est le suivant :

Pour un lot de 2 kg :

4. Etape de cuisson sur cuiseur Hotmix Pro Combi de 2 L :

e. Mélange de tous les ingrédients dans le bol du Hotmix

f. Cuisson 100°C, 30 minutes. Les 10 premières minutes à vitesse 3 (800 rpm) puis les 20 dernières minutes à vitesse 1E (480 rpm) en mettant le mobile de mélange (papillon) ; le mélange devenant trop visqueux.

5. Emballage / conditionnement

Remplissage de 330g dans des flacons en verre de 375 ml à une température de 60-65°C.

6. Pasteurisation

Autoclave 85°C pendant 45 minutes (équipement: STERIFLOW rotary bi-process Ø 900 mm – 1 panier – Réf : NS 911 R MP FLW STEAM, année 2017, www.steriflow.com/en ; Rotation: non (statique) - traitement thermique par pasteurisation avec cascade d'eau)

Au final, la recette est caractérisée par :

- Contenu total en eau : 43 %

- pH : 3,7

- Brix : 29,5

Les différents amidons testés sont les suivants :

- Amidon modifié thermiquement « C-3 » selon l'invention (exemple 3)

- CLEARAM[®] CH2020 commercialisé par la société Demanderesse (amidon de maïs waxy réticulé adipate acétylé)

- NOVATION[®] 2300 commercialisé par la société INGREDION

L'évaluation des différentes sauces tomates est réalisée par les mesures suivantes :

5. Niveau de cuisson de l'amidon

Le niveau de cuisson est déterminé par microscopie optique (microscope LEICA – lentille x 20 et amplification x 150). L'échantillon est dispersé dans de l'eau déminéralisée, puis coloré au lugol dans le but de mettre en évidence les granules d'amidon. L'iode réagit avec l'amylose et forme des complexes de structure en spirale. Une couleur bleu / violet résulte si l'amidon est riche en amylose. Sinon, la couleur des granules d'amidon reste brun / jaune.

Les observations en microscopie optique fournissent différentes informations:

→ vérifier la présence et l'apparence des granules d'amidon. Ils peuvent être présents comme « non cuits » ; « Faiblement cuits » ; « Moyennement cuits » ; « Bien cuits » ; « Fragmentés » ; ou « solubilisés (absents) ».

5 6. Rhéologie

Pour l'évaluation des propriétés rhéologique des sauces obtenues, plusieurs méthodes ont été employées.

a. Mesure d'écoulement

10 Equipement: ANTON PAAR, rhéomètre MCR301

Caractérisation du comportement des fluides non newtoniens. L'instrument impose un champ de contrainte spécifique ou une déformation au fluide, et surveille la déformation ou la contrainte résultante. Les résultats sont exprimés dans une courbe à échelle logarithmique de viscosité (Pa.s) en fonction du taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$). Le résultat mise en lumière dans cette
15 étude est la viscosité à $\dot{\gamma} = 40\text{s}^{-1}$ (cisaillement équivalent de la texture mesurée dans la bouche).

Géométrie: cylindres concentriques

Analyse: Oscillation

20 Température: 20 °C (+1 min de stabilisation de la température)

Durée: 10 minutes

Contrainte d'oscillation: 0,1 à 1000 Pa

Répétabilité: moyenne de 3 mesures

Précision: 5%

25

b. Consistomètre Bostwick

Le Bostwick est un consistomètre. Il consiste en une cuve rectangulaire en inox séparée en deux parties par une porte-guillotine. La plus petite section sert de réservoir pour le matériel à évaluer. La plus grande section est munie de graduations de 1/2 cm partant de la porte et allant
30 jusqu'à l'extrémité opposée. La porte est actionnée par un ressort. Elle est maintenue en position basse grâce à un bras de levier. Ce mécanisme assure une libération instantanée du produit. La porte glisse verticalement dans des rainures situées dans les parois latérales de la cuve rectangulaire. Le déclencheur en forme de 'L' permet de maintenir la porte en position basse. Deux vis de mise à niveau sont situées près du réservoir pour le matériau à tester et
35 un niveau à bulle est situé à l'autre extrémité de l'appareil.

Pour cette évaluation la cuve a été remplie à sa pleine contenance. L'écoulement a été mesuré sur 30s et 40s. Une moyenne a alors été effectuée (soit à 35s), pour avoir une valeur de deux répétitions par sauce (à 20 °C).

Résultats et discussions :

5. Niveau de cuisson de l'amidon

Le microscope permet une analyse qualitative du niveau de cuisson des grains d'amidons.

5 Les observations microscopiques du ketchup réalisé avec le NOVATION® 2300 montrent des grains d'amidons bien cuits et quelques grains moins cuits.

L'observation microscopique du ketchup avec CLEARAM® CH2020 montre des grains d'amidon bien cuits, ainsi que quelques débris.

10 L'observation microscopique de l'amidon modifié thermiquement « C-3 » selon l'invention montre des grains d'amidons bien cuits. La tenue des granules est proche du NOVATION® 2300. Pour ces deux amidons on observe peu de débris. Ils semblent plus résistants que le CLEARAM® CH2020 dans ces conditions.

6. Propriétés rhéologiques

15 a. Mesure d'écoulement

Le tableau ci-dessous reprend les résultats de mesure d'écoulement :

Paramètres	CLEARAM® CH2020	Amidon modifié thermiquement « C- 3 »	NOVATION® 2300
Viscosité (Pa.s) au cisaillement 40s-1	1,9	1,3	1,7

La viscosité développée par l'amidon modifié thermiquement « C3 » est légèrement inférieure à celle du CLEARAM® CH2020 et du NOVATION® 2300.

20

b. Consistance (Bostwick)

Le tableau ci-dessous reprend les résultats de mesure de consistance:

Paramètres	CLEARAM® CH2020	Amidon modifié thermiquement « C3 »	NOVATION® 2300
Écoulement (cm) sur 35s	5,0	7,0	4,8

25 Le ketchup réalisé avec l'amidon modifié thermiquement « C3 » présente un écoulement plus important que les deux autres. Cela confirme les données précédentes d'écoulement.

Le ketchup réalisé avec l'amidon modifié thermiquement « C3 » est plus fluide que le ketchup réalisé avec le CLEARAM® CH2020 et le NOVATION® 2300.

Conclusion :

5 L'amidon modifié thermiquement « C3 » selon l'invention présente, dans l'application sauce ketchup, a un comportement proche des témoins : CLEARAM[®] CH2020 (amidon de maïs waxy réticulé adipate acétylé), et l'amidon thermiquement inhibé NOVATION[®] 2300 mais développe cependant moins de viscosité dans les mêmes conditions malgré un niveau de gonflement équivalent (cf. analyse microscopique).

REVENDEICATIONS

1. Procédé de production d'un amidon thermiquement modifié comprenant les étapes consistant à :

- 5 (i) préparer un lait d'amidon présentant une matière sèche comprise entre 30 et 40 %, de préférence entre 35 et 37 % en poids,
- (ii) ajouter un agent alcalin en poudre de manière à obtenir une conductivité finale comprise entre 0,7 et 2,5 mS/cm, la conductivité finale étant mesurée après séchage et remise en suspension à 20% de matière sèche.
- 10 (iii) assurer un temps de contact compris entre 0,5 et 5 heures,
- (iv) filtrer et sécher le lait d'amidon,
- (v) chauffer ledit amidon séché de manière à le porter à une température de plus de 180°C pendant un temps de séjour compris entre 8 et 50 minutes, de préférence entre 10 et 40 minutes, plus préférentiellement encore entre 12 et 35 minutes.

15

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'origine de l'amidon est du maïs waxy.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'origine de l'amidon est choisie dans le groupe constitué de la pomme de terre, du manioc et du pois.

20

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'agent alcalin est préférentiellement choisi dans le groupe constitué de l'hydroxyde de sodium, le carbonate de sodium, le pyrophosphate tétrasodique, l'orthophosphate d'ammonium, l'orthophosphate disodique, le phosphate trisodique, le carbonate de calcium, l'hydroxyde de calcium, le carbonate de potassium, et l'hydroxyde de potassium, pris seul ou en combinaison, et plus préférentiellement encore le carbonate de sodium.

25

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la montée en température de l'amidon sec obtenu à l'étape (iv) est réalisée dans des dispositifs de type turboréacteurs continus, pour lesquels la température de consigne est fixée à plus de 190°C, de préférence comprise entre 195 et 240°C, et le delta T, défini comme la différence de température entre la température de consigne et la température du produit en sortie du réacteur, est compris entre 15 et 25°C.

35

6. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que :

- la conductivité finale du produit après séchage et remise en suspension à 20 % de matière sèche est comprise entre 1,75 et 2 mS/cm

et que les conditions de chauffage sont les suivantes :

- température de consigne, de l'ordre de 200 °C,
- temps de séjour de 20 min,
- delta T, d'une valeur de 16 à 17 °C.

5 7. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que :

- la conductivité finale du produit après séchage et remise en suspension à 20 % de matière sèche est comprise entre 1,2 et 1,32 mS/cm

et que les conditions de chauffage sont les suivantes :

- 10 - température de consigne de l'ordre de 210 °C,
- temps de séjour entre 15 et 20 min,
- delta T d'une valeur de 21 à 23 °C.

8. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que :

15 de matière sèche est comprise entre 1,4 et 1,6 mS/cm

et que les conditions de chauffage sont les suivantes :

- 20 - température de consigne de l'ordre de 210 °C,
- temps de séjour entre 25 et 30 min,
- delta T d'une valeur de 22 °C.

9. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que :

25 de matière sèche est de l'ordre de 1,4 mS/cm

et que les conditions de chauffage sont les suivantes :

- température de consigne, de l'ordre de 210 °C,
- 30 - temps de séjour de 35 min,
- delta T d'une valeur de 22 °C.

10. Utilisation d'un amidon modifié thermiquement produit par le procédé selon
35 l'une quelconque des revendications précédentes, en tant qu'agent épaississant ou agent texturant dans des applications alimentaires, notamment dans les soupes, les sauces, les mayonnaises, dans les desserts comme les yaourts, les préparations de fruits pour yaourts, les laits fermentés brassés, yaourts thermisés, les crèmes dessert, les boissons, les plats préparés, les préparations à base de viande ou de poisson, tel que le surimi.

11. Utilisation d'un amidon modifié thermiquement produit par le procédé selon
l'une ou l'autre des revendications 8 et 9, en tant qu'agent épaississant ou agent texturant dans des applications sauces, et plus particulièrement dans des sauces « ketchup ».

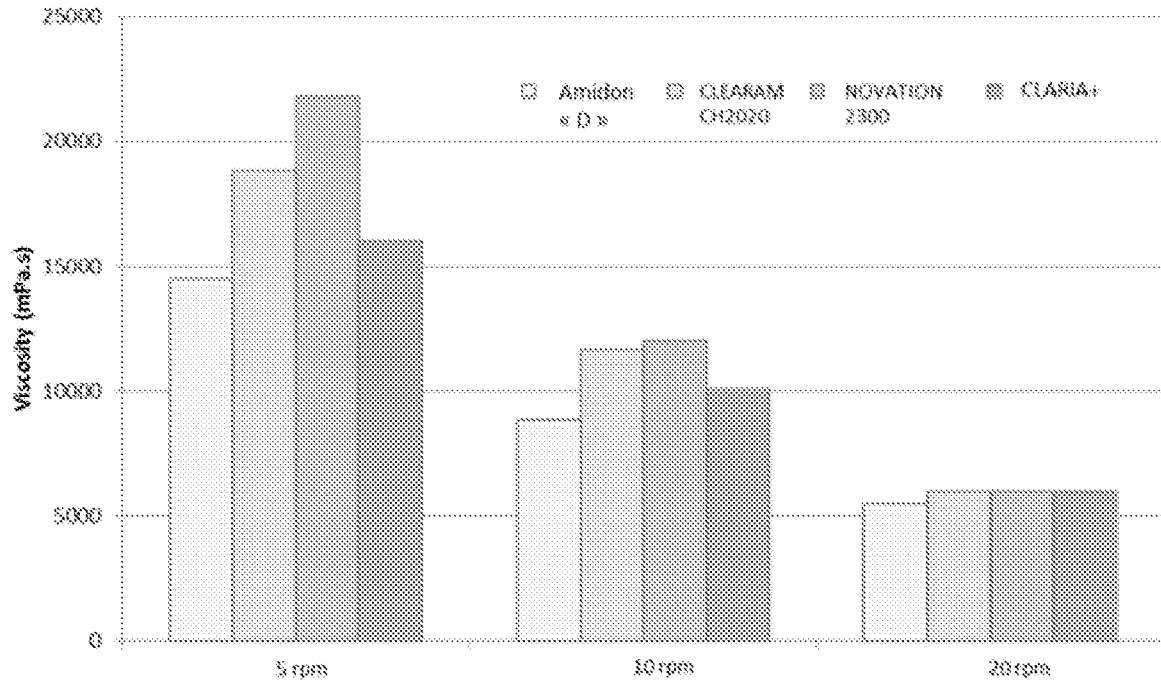
12. Utilisation d'un amidon modifié thermiquement produit par le procédé selon les revendications 7, 8 ou 9, en tant qu'agent épaississant ou agent texturant dans les desserts comme les yaourts et les laits fermentés brassés.

5 13. Utilisation d'un amidon modifié thermiquement produit par le procédé selon la revendication 9, en tant qu'agent épaississant ou agent texturant dans des applications sauces, et plus particulièrement dans des sauces tomates, de type bolognaise sans viande.

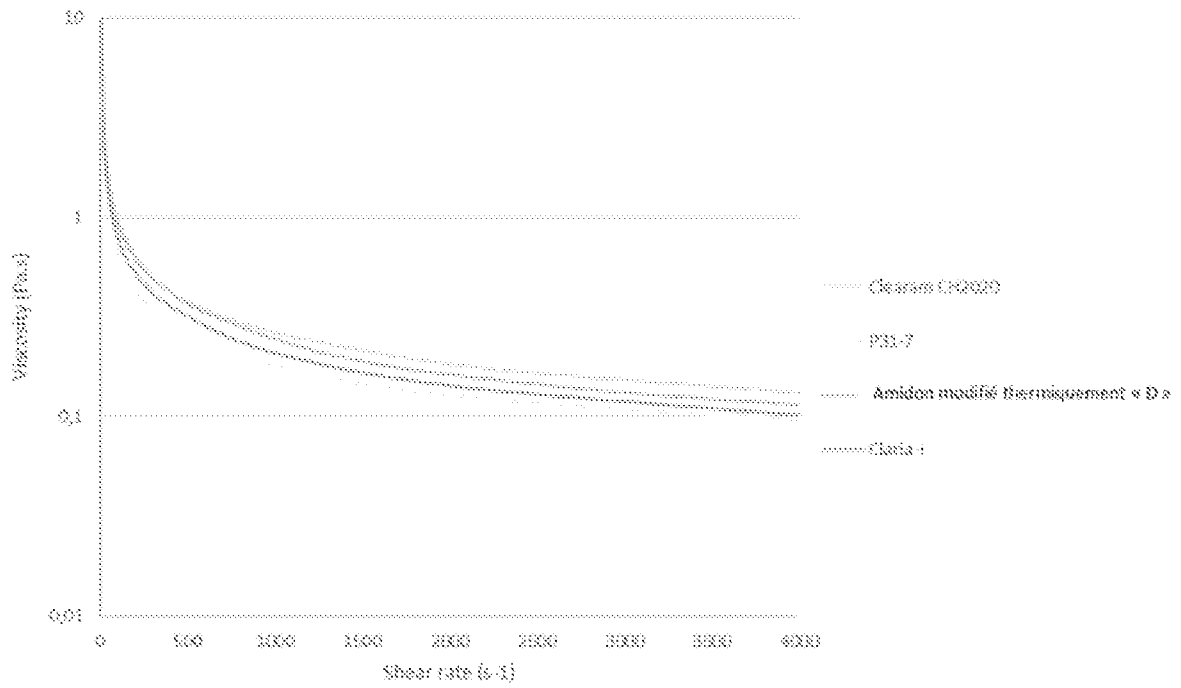
10 14. Utilisation d'un amidon modifié thermiquement produit par le procédé selon la revendication 8, en tant qu'agent épaississant ou agent texturant dans des applications yaourts thermisés et préparation de fruits pour yaourts.

15 15. Utilisation d'un amidon modifié thermiquement produit par le procédé selon la revendication 8, en tant qu'agent épaississant ou agent texturant pour la préparation de mayonnaise de faible matière grasse à chaud.

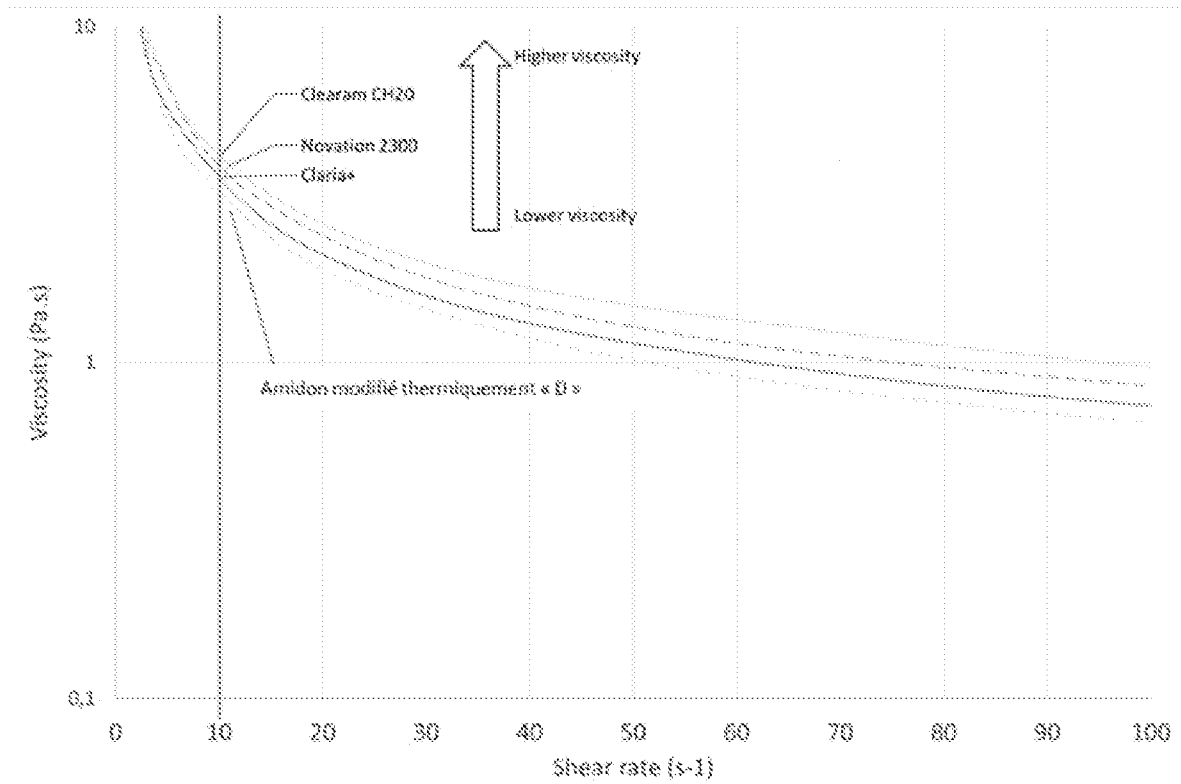
[Fig. 1]



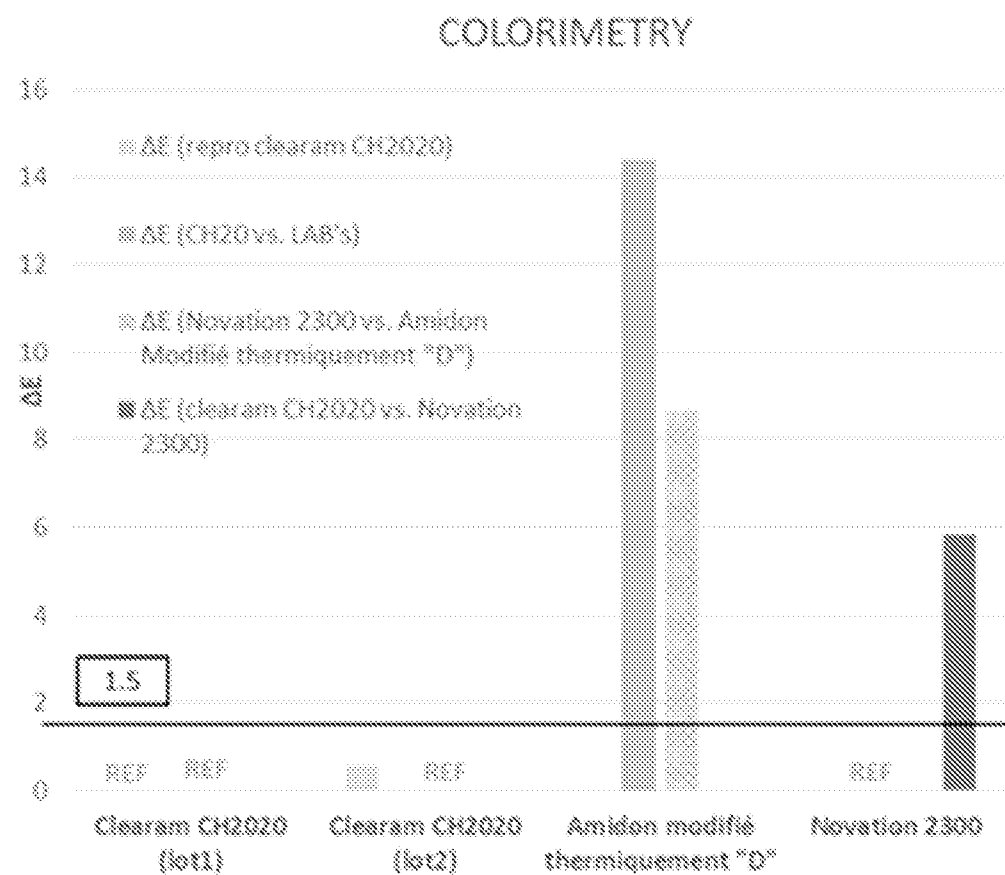
[Fig. 2]



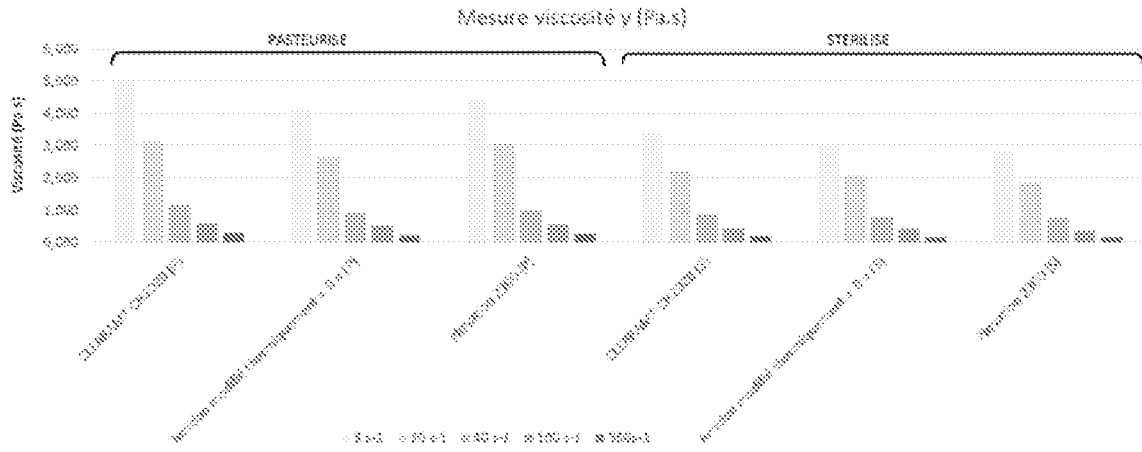
[Fig. 3]



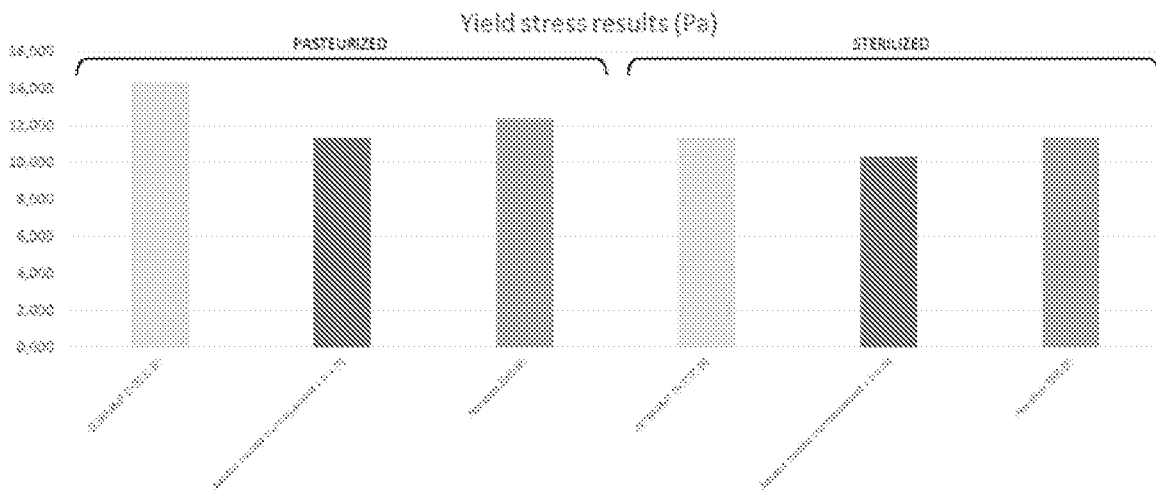
[Fig. 4]



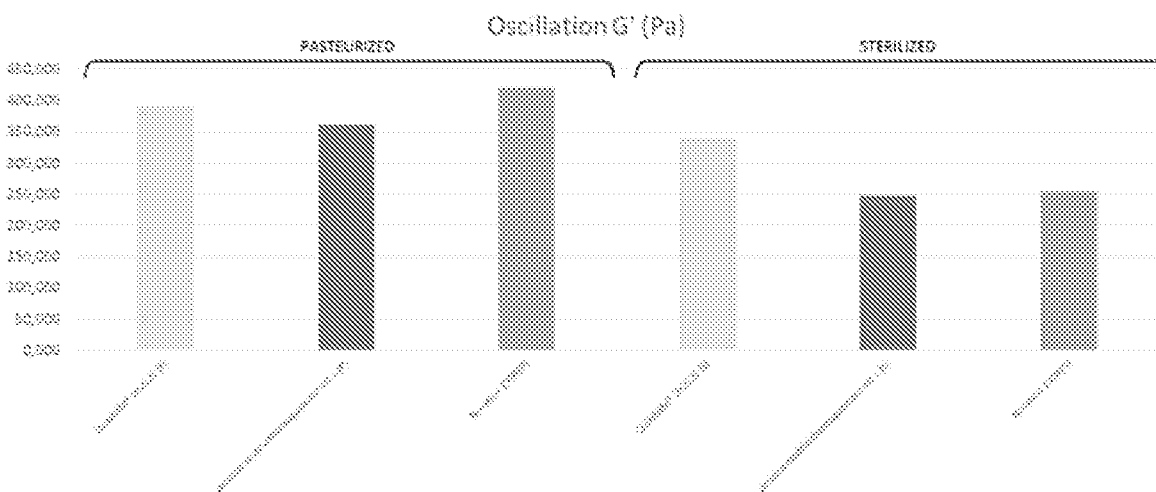
[Fig. 5]



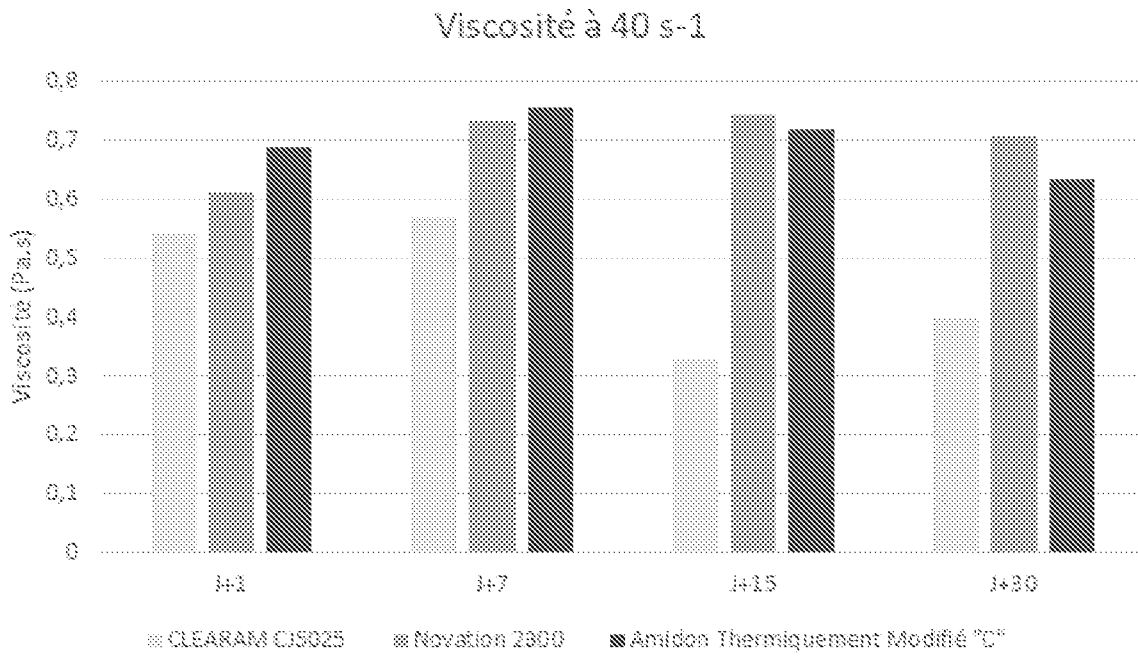
[Fig. 6]



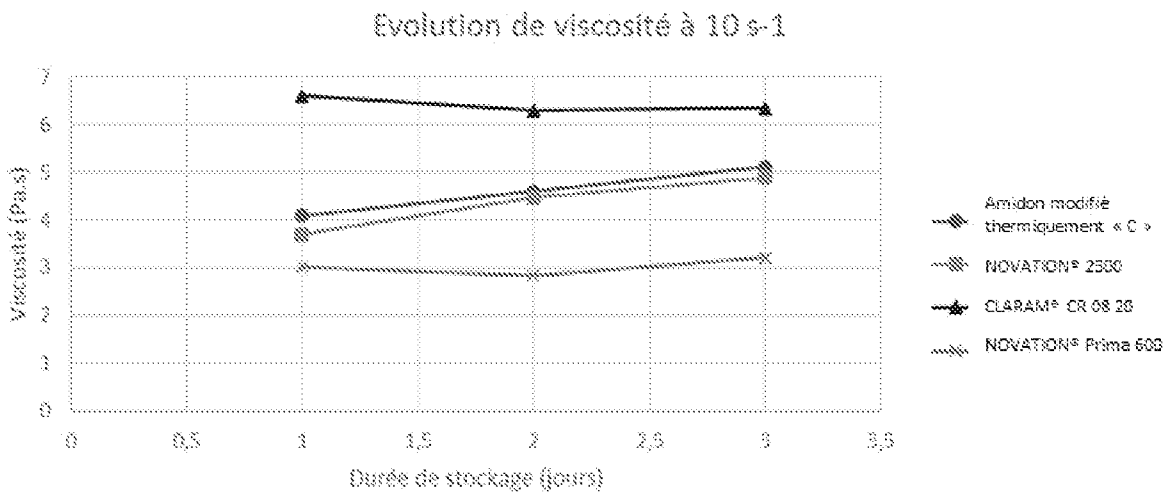
5 [Fig. 7]



[Fig. 8]



[Fig. 9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/FR2018/053456

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C08B 30/12</i> (2006.01)i; <i>C08L 3/02</i> (2006.01)i; <i>A23L 29/212</i> (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) C08B; C08L; 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		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2014042537 A1 (TNO [NL]) 20 March 2014 (2014-03-20) cited in the application	10-15
A	paragraphs [0001] - [0002], [0005] - [0007], [0014], [0018], [0024], [0026] - [0028]	1-9
A	US 5846786 A (SENKELESKI JAMIE L [US] ET AL) 08 December 1998 (1998-12-08) column 1, lines 5-9 column 1, line 59 - column 4, line 46 column 5, line 65 - column 6, line 34	1-15
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“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)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“&” document member of the same patent family</p>		
Date of the actual completion of the international search 30 April 2019		Date of mailing of the international search report 10 May 2019
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 Lartigue, M Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/FR2018/053456

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
WO	2014042537	A1	20 March 2014	EP	2895514	A1	22 July 2015
				US	2015201654	A1	23 July 2015
				WO	2014042537	A1	20 March 2014
<hr/>							
US	5846786	A	08 December 1998	EP	0897673	A2	24 February 1999
				US	5846786	A	08 December 1998
<hr/>							

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2018/053456

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C08B30/12 C08L3/02 A23L29/212 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) C08B C08L 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		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	WO 2014/042537 A1 (TNO [NL]) 20 mars 2014 (2014-03-20) cité dans la demande	10-15
A	alinéas [0001] - [0002], [0005] - [0007], [0014], [0018], [0024], [0026] - [0028]	1-9
A	----- US 5 846 786 A (SENKELESKI JAMIE L [US] ET AL) 8 décembre 1998 (1998-12-08) colonne 1, lignes 5-9 colonne 1, ligne 59 - colonne 4, ligne 46 colonne 5, ligne 65 - colonne 6, ligne 34 -----	1-15
<input type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents <input checked="" type="checkbox"/> 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	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale	
30 avril 2019	10/05/2019	
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé	
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Lartigue, M	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2018/053456

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2014042537 A1	20-03-2014	EP 2895514 A1	22-07-2015
		US 2015201654 A1	23-07-2015
		WO 2014042537 A1	20-03-2014

US 5846786 A	08-12-1998	EP 0897673 A2	24-02-1999
		US 5846786 A	08-12-1998
