

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication : **2 911 343**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **07 00228**

⑤1 Int Cl⁸ : **C 11 C 11/00** (2006.01), A 23 L 1/025, 1/05, 1/0522

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 12.01.07.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 18.07.08 Bulletin 08/29.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : *ST HUBERT — FR.*

⑦2 Inventeur(s) : *LE BAIL ALAIN, DE LAMBALLERIE MARIE, CAVELLEC ALINE, MARCHAL NORBERT et VERDELLET PIERRE.*

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : *GERMAIN ET MAUREAU.*

⑤4 "PROCEDE D'AMELIORATION DE LA TEXTURATION D'EMULSIONS PAR TRAITEMENT HAUTE PRESSION".

⑤7 La présente invention concerne un procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion, caractérisé en ce qu'un traitement haute pression est effectué sur ladite émulsion, dans une enceinte maintenue à température constante, après la phase d'émulsification.

Elle concerne également ledit procédé caractérisé en ce que, lors de la fabrication de la ou des phases aqueuses, un ou plusieurs agents épaississants activables par traitement haute pression sont ajoutés à cette ou ces phases quand la température de ladite ou desdites phases a été abaissée en dessous de la température de gélatinisation dudit ou desdits agents.

Dans un mode particulier, ladite émulsion est une margarine.

L'invention concerne également une margarine ayant une composition de base classique caractérisée en ce que sa teneur globale en agents épaississants est d'au moins 6,1 % en masse par rapport à la phase aqueuse.

FR 2 911 343 - A1



La présente invention concerne un procédé d'amélioration de la texturation d'émulsions (eau dans huile, huile dans eau, ...) et plus particulièrement de la margarine.

5 Une margarine est classiquement une émulsion eau dans huile, c'est à dire que les gouttelettes de la partie aqueuse sont dispersées dans un réseau continu de matières grasses partiellement cristallisé. La texture d'une margarine est la résultante du comportement des deux phases : la phase aqueuse et la phase matière grasse qui est un mélange de plusieurs
10 matières grasses présentant des points de fusion plus ou moins élevés.

La production de margarine nécessite la réalisation d'une émulsion contenant environ 40% d'eau et 60% de matières grasses. Ces margarines répondent aux exigences des consommateurs pour des produits
15 allégés en matières grasses et en particulier en matières grasses d'origine animale (matières grasses saturées).

La texture de ces produits est un critère qualitatif important. Le consommateur recherche une certaine fermeté du produit ce qui est en
20 contradiction avec les critères « santé » qui préconisent que les matières grasses faiblement saturées sont à introduire dans l'alimentation.

Or ces matières grasses faiblement saturées, que l'on retrouve en particulier dans certaines huiles végétales, ont une plage de température de solidification-fusion basse. Pour l'huile de Colza, par exemple, la solidification-fusion a lieu entre -25°C et -10°C , pour l'huile de Tournesol elle a lieu entre -18°C et -10°C . Les industriels sont donc obligés, pour
25 satisfaire les différentes exigences des consommateurs d'une part et des critères « santé » d'autre part, d'ajouter dans leurs formulations une certaine proportion de matière grasse présentant une température de solidification-fusion supérieure à la température ambiante afin d'obtenir une texture de margarine acceptable. Les huiles utilisées sont la plupart du temps des huiles d'origine végétale à plus fort degré de graisses saturées comme l'huile de palme ou l'huile de coprah. Cette amélioration de la texture de la margarine ne peut se faire qu'au détriment des critères
30 « santé » et ce problème de l'amélioration de la texture sans dégrader les qualités nutritionnelles est un problème récurrent.
35

Les margarines sont fabriquées selon un procédé classique, connu de l'homme de l'art, comportant (de façon non limitative) :

- une étape de préparation de la phase grasse à chaud,
- 5 - une étape de préparation de la phase aqueuse,
- l'addition lente de la phase aqueuse dans la phase grasse sous agitation forte pour créer l'émulsion,
- une étape de pasteurisation,
- une étape de refroidissement et de trituration,
- 10 - une étape de conditionnement,
- et une étape de stockage.

Lors de la fabrication, des émulsifiants sont, le plus souvent, ajoutés à la phase matière grasse (parfois à la phase aqueuse), puis un
15 brassage intensif des deux phases permet de fractionner les gouttelettes de la phase aqueuse pour obtenir une émulsion qui sera ensuite réfrigérée afin de figer, par cristallisation, la phase matière grasse.

La phase aqueuse va comporter différents ingrédients comme
20 des arômes, des colorants mais surtout des agents épaississants activables par traitement thermique permettant d'en augmenter la viscosité pour obtenir des textures satisfaisantes. Les agents épaississants activables par traitement thermique sont des agents épaississants susceptibles de gélatiser lors d'un traitement thermique. On ajoute ainsi de l'amidon qui
25 va être gélatinisé lors du procédé de précuisson de la phase aqueuse.

On perçoit bien que la viscosité de la phase aqueuse doit rester dans une plage raisonnable afin d'autoriser son fractionnement en gouttelettes qui auront au final un diamètre de l'ordre de 5 – 50 μm . Plus
30 la viscosité de la phase aqueuse sera importante, plus la taille des gouttelettes sera importante et moins bonne sera la qualité de l'émulsion formée (margarine risquant « d'exsuder » c'est à dire de présenter des perles de liquide, texture trop molle, ...) et donc moins bonne sera la qualité de la texture de la margarine. Les ajouts d'agents épaississants
35 activables par traitement thermique permettant d'augmenter la viscosité sont donc nécessairement limités.

La cristallisation de la phase matière grasse va s'opérer, pendant le procédé, lors de la phase de refroidissement mais aussi au cours du stockage au froid des produits après fabrication. Il faut attendre classiquement 3 à 5 jours avant que la margarine ne durcisse totalement et n'atteigne sa texture finale. En effet, les phénomènes de cristallisation des matières grasses, qui sont des molécules assez grosses, demande un certain temps (phénomène de diffusion de masse pour la croissance des cristaux, ...).

10

L'obtention d'une texture satisfaisante est donc difficile et peut être tributaire des phases de stockage.

Le problème de la texturation se pose pour toute émulsion. Es produits concernés peuvent être des produits alimentaires comme du beurre ou des margarines, des produits cosmétiques ou pharmaceutiques.

La texturation est la résultante du comportement de ou des phases aqueuses et de ou des phases matière grasse qui constituent le produit.

20

La viscosité de ou des phases aqueuses doit rester dans une plage raisonnable afin d'autoriser le ou leur fractionnement en gouttelettes. Plus la viscosité de ou des phases aqueuses sera importante, plus la taille des gouttelettes sera importante et moins bonne sera la qualité de l'émulsion formée et donc moins bonne sera la qualité de sa texture. Les ajouts d'agents épaississants activables par traitement thermique permettant d'augmenter la viscosité sont donc nécessairement limités.

25

De plus, lorsqu'il s'agit d'une émulsion dont la ou les phases matière grasse doivent être cristallisées, cette cristallisation va s'opérer, pendant le procédé, lors de la phase de refroidissement mais aussi au cours du stockage au froid des produits après fabrication. Les phénomènes de cristallisation des matières grasses, qui sont des molécules assez grosses, demande un certain temps (phénomène de diffusion de masse pour la croissance des cristaux, ...). L'obtention d'une texture satisfaisante est donc difficile et peut être tributaire des phases de stockage.

35

L'objectif de l'invention est d'obtenir une émulsion ayant une meilleure texture, non tributaire des phases de stockage si il y a cristallisation de la phase matière grasse.

Un deuxième objectif est de permettre la commercialisation plus rapide du produit fini.

Plus particulièrement, l'objectif de l'invention est d'obtenir une margarine ayant une meilleure texture non tributaire des phases de stockage et sans dégrader les qualités nutritionnelles du produit.

Un deuxième objectif est de permettre la commercialisation plus rapide du produit fini.

Cette invention concerne la mise au point d'un procédé d'amélioration de la qualité des émulsions industrielles en augmentant la viscosité de ou des phases aqueuses d'une part et en améliorant le contrôle de la cristallisation, si elle a lieu, de ou des phases matière grasse d'autre part. Ce procédé fait appel à la combinaison de facteurs température et pression spécifiques et également à une formulation spécifique.

La présente invention permet de répondre aux exigences de texture et de commercialisation de produits contenant une émulsion soit en effectuant, au cours ou après le procédé de fabrication du produit, une étape haute pression permettant d'agir sur la cristallisation de ou des phases matière grasse sans avoir modifier la ou les phases aqueuses soit en ajoutant, lors de la préparation de ou des phases aqueuses, un ou plusieurs agents épaississants activables par traitement haute pression et en effectuant ensuite une étape de traitement haute pression, au cours ou après le procédé de fabrication du produit, permettant ainsi également d'agir sur l'aspect de ou des phases aqueuses. Les agents épaississants activables par traitement haute pression sont des agents épaississants susceptibles de gélatiser lors du traitement haute pression de l'émulsion.

Dans tout le texte, la teneur globale en agents épaississants est la somme des teneurs en agents épaississants activables par traitement

thermique et en agents épaississants activables par traitement haute pression.

L'étape supplémentaire de haute pression permet d'obtenir une ou des phases aqueuses ayant une teneur globale en agents épaississants élevée tout en essayant d'avoir une émulsion présentant de fines gouttelettes car la gélatinisation est effectuée après l'émulsification. Elle permet d'obtenir une émulsion ayant une texture meilleure que les émulsions traditionnelles commercialisées.

Dans le cas des margarines, elle permet également un ajout mineur en matières grasses saturées dans la formulation de la margarine en agissant sur la cristallisation de la matière grasse ainsi qu'une commercialisation plus rapide du produit fini (en accélérant grâce à la pression le phénomène de cristallisation des matières grasses) tout en améliorant la texture de la margarine produite.

La pression permet, en effet, de gélatiniser les agents épaississants activables par traitement haute pression, tels que l'amidon. Ce phénomène est bien connu et a été mis en évidence par un certain nombre d'auteurs (Microscopic study of starch gelatinization – Douzals et al., J. Agric. Food Chem., 1996, 44, 1403-1408).

D'autre part, l'augmentation de pression se répercute par une augmentation de la température de fusion des matières grasses. Ce phénomène est décrit dans de nombreux travaux. On observe en moyenne une augmentation de la température de cristallisation d'environ $4 \cdot 10^{-2}$ °C/MPa et ce pour la plupart des matières grasses.

Soit une matière grasse encore fluide à température ambiante et à pression atmosphérique à laquelle on applique un traitement haute pression. En augmentant la pression, la température de la matière grasse va augmenter du fait de la compressibilité de l'huile, mais l'écart de température entre la matière grasse et l'environnement (fluide utilisé pour la pressurisation) augmentant, un flux thermique va s'établir assurant l'évacuation de chaleur de la matière grasse et ainsi son maintien à une température presque constante. Une fois la pression suffisamment élevée pour que la température de solidification-fusion soit supérieure à la température de la matière grasse, la cristallisation de la matière grasse va

s'amorcer et s'accélérer au fur et à mesure que la pression augmente. Il est donc physiquement possible de cristalliser une matière grasse en la pressurant. Lors de la détente (retour vers la pression atmosphérique), le phénomène inverse risque de se produire. Il faudra donc refroidir la matière grasse sous pression à l'état solide ou partiellement solide avant de relâcher la pression. Cet effet offre un avantage technologique important (le produit est commercialisable dès sa sortie de ligne de production) et est également en mesure d'offrir un avantage en terme de texture car la cinétique de cristallisation obtenue par haute pression est très rapide.

10

Ce traitement permet d'atteindre deux objectifs : il s'agit d'une part de gélatiser le ou les agents épaississants activables par traitement haute pression, si il ou ils ont été ajoutés après la phase de chauffage, afin d'augmenter la viscosité de ou des phases aqueuses de l'émulsion et d'autre part de provoquer la cristallisation de la matière grasse par le traitement haute pression. Le procédé selon l'invention permet ainsi d'accélérer la cristallisation de ou des phases matière grasse, d'augmenter la viscosité de ou des phases aqueuses et donc la texture de l'émulsion et au final de pouvoir commercialiser rapidement le produit.

20

Il est évident que le traitement haute pression peut-être appliqué à l'émulsion sans avoir au préalable ajouté d'agents épaississants activables par traitement haute pression. Le procédé permet alors d'améliorer la vitesse de cristallisation et également d'améliorer la texture de l'émulsion grâce à une cinétique de cristallisation élevée.

25

Le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre selon plusieurs modes.

Dans un premier mode, la ou les phases aqueuses, selon l'invention, contiennent, un ou plusieurs agents épaississants activables par traitement thermique, souvent traités et pré-gélatinisés, qui gélatinisent thermiquement lors de la précuisson de ladite ou desdites phases.

Dans un deuxième mode, la ou les phases aqueuses, selon l'invention, contiennent, un ou plusieurs agents épaississants activables par traitement thermique, souvent traités et pré-gélatinisés, qui gélatinisent lors de la précuisson de ladite ou desdites phases ainsi qu'un ou plusieurs

35

agents épaississants activables par traitement haute pression, qui sont introduits dans la ou les phases aqueuses, à la fin de la phase de précuisson.

5 Dans un troisième mode de réalisation, la ou les phases aqueuses, selon l'invention, contiennent un ou plusieurs agents épaississants activables par traitement haute pression, qui sont introduits dans la ou les phases aqueuses, à la fin de la phase de précuisson.

10 Dans un quatrième mode, la formulation de l'émulsion ne contient pas d'agents épaississants activables ni par traitement thermique ni par traitement haute pression.

15 Si un ou plusieurs agents épaississants activables par traitement haute pression sont ajoutés à la ou les phases aqueuses au cours de procédé, cet ajout est effectué à la fin de l'étape de précuisson de ladite ou desdites phases, lorsque la température de ladite ou desdites phases a été abaissée en dessous de la température de gélatinisation du ou des agents épaississants activables par traitement haute pression.

20 Le ou les agents épaississants activables par traitement haute pression, non gélatinisés, ainsi dispersés, ne modifient pas significativement la viscosité de ou des phases aqueuses qui pourront être dispersées en utilisant un procédé conventionnel lors de la phase d'émulsification. Ce ou ces agents épaississants activables par traitement haute pression additionnels seront présents dans des proportions variables en fonction des viscosités recherchées pour la ou les phases aqueuses.

25 Le ou les agents épaississants activables par traitement thermique et le ou les agents épaississants activables par traitement haute pression peuvent être identiques. Mais le ou les agents épaississants activables par traitement haute pression ne peuvent pas être traités ni
30 pré-gélatinisés et doivent être incorporés à la fin de l'étape de précuisson de ou des phases aqueuses sinon la viscosité de ladite ou desdites phases sera trop élevée ne permettant pas de faire ensuite une bonne émulsion.

35 Le ou les agents épaississants activables par traitement haute pression sont choisis dans le groupe composé, entre autres, de la gélatine, des amidons, des hydrocolloïdes (carraghénanes, alginates, ...) et/ou des

fibres. Ils peuvent éventuellement être associés à des agents chimiques conduisant à la formation de gels ou de systèmes à forte viscosité (par exemple du calcium pour un alginat).

En milieu fortement hydraté (suspension d'amidon dans l'eau à 5 15-20% en poids), la gélatinisation de l'amidon de blé est quasiment totale lorsqu'une pression de 500 MPa est atteinte (essais à température ambiante). L'amidon de pomme de terre semble plus résistant et nécessite d'atteindre une pression de 800 MPa à température ambiante. Quelques 10 essais préalables ont montré qu'une suspension d'amidon de blé natif (suspension dans l'eau à 50% en poids) pouvait être gélatinisée à 83% après un traitement de 180 sec à 600 MPa.

Dans un mode de réalisation, l'émulsion est une margarine.

15 Dans un mode de réalisation, le ou les agents épaississants activables par traitement haute pression sont ajoutés en des proportions comprises entre moins de 0,1% et environ 20% en masse par rapport à la phase aqueuse.

20 Dans autre mode de réalisation, il est ajouté 12% en masse par rapport à la phase aqueuse d'un agent épaississant activable par traitement haute pression.

Dans un mode de réalisation, l'agent épaississant activable par traitement haute pression est de l'amidon de blé.

25 Dans un autre mode de réalisation, l'agent épaississant activable par traitement haute pression est de l'amidon de pomme de terre.

Un traitement haute pression est effectué sur l'émulsion, dans une enceinte maintenue à température constante, après la phase d'émulsification.

30 Dans un mode de réalisation, le traitement haute pression est effectué après la phase de conditionnement final de l'émulsion.

Le traitement haute pression se fait à un palier d'une valeur comprise entre 200 et 600 MPa.

35 Dans un autre mode de réalisation, le traitement haute pression se fait à un palier d'une valeur comprise entre 400 et 600 MPa.

L'enceinte de traitement haute pression est maintenue à une température inférieure à 40°C.

Dans un mode de réalisation, l'enceinte de traitement haute pression est maintenue à une température comprise entre 0°C et 20°C.

5

Ce traitement a une durée comprise entre quelques dizaines de secondes à quelques dizaines de minutes.

Dans un mode de réalisation, le traitement haute pression dure 3 minutes.

10

Le traitement haute pression peut comprendre plusieurs cycles de montée et de descente en pression sans nécessairement revenir à la pression atmosphérique.

15

Un avantage de l'invention est que la haute pression est connue pour inactiver les microorganismes à l'état végétatif. Le traitement haute pression envisagé est donc susceptible de réduire la charge microbiologique de l'émulsion.

20

Du gaz peut être dissout dans la phase aqueuse ou dans la phase matière grasse, ayant pour effet de diminuer la tension de surface entre la phase matière grasse et la phase aqueuse, permettant ainsi une meilleur émulsification.

25

Dans un mode de réalisation, le gaz dissout est du dioxyde de carbone.

30

La margarine a une composition de base classique caractérisée en ce que sa teneur globale en agents épaississants est d'au moins 6,1% en masse par rapport à la phase aqueuse.

35

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples, effectués sur des systèmes modèles d'émulsionnés, présentés ci-après. HHP signifie « High Hydrostatic Pressure » dans tout le reste du texte.

Exemple 1 : Le traitement haute pression a été réalisé sur une margarine commerciale « Produit A » à laquelle a été ajouté 12% (en masse par rapport à la phase aqueuse) d'amidon de blé comme agent épaississant activable par traitement haute pression.

5

La recette indicative de la margarine utilisée est fournie dans le tableau 1. Les pourcentages sont exprimés en masse par rapport à la composition totale.

	Produit A	%
Composition phase grasse (30 à 50 %)	Huiles végétales (Huile colza, Coprah, Stéarine de palme) Matière grasse laitière anhydre (ou huile de beurre) Emulsifiant Arome et colorant vitaminé	30 à 40
Composition phase aqueuse (50 à 70 %)	Babeurre Eau Amidon modifié pré-gélatinisé Sel Lait en poudre Conservateur Correcteur d'acidité Arôme	10 à 20 1 à 3 (soit 1,4 à 6% en masse par rapport à la phase aqueuse)

10

Tableau 1 : Composition du « Produit A »

Lors du traitement de la phase aqueuse, après avoir abaissé la température de la phase aqueuse (vers 55°C), un agent épaississant activable par traitement haute pression a été ajouté (amidon de blé). Cet amidon n'était ni gélatinisé ni pré-gélatinisé : il n'a donc pas significativement modifié la viscosité de la phase aqueuse.

15

Ensuite, le procédé de fabrication a été le même que pour le procédé conventionnel, à savoir mise en émulsion et phases de refroidissement + trituration.

Après conditionnement final, les barquettes de margarine ont subi un traitement haute pression suivi d'un stockage au froid à 4°C (soit des conditions de stockage industriel pour maturation).

Les essais ont été réalisés dans un pilote haute pression de 3,5 litres de diamètre intérieur 12 cm et de hauteur utile d'environ 30 cm (ACB Pressure Systems, France). Dans l'enceinte haute pression, deux barquettes de 250 g ont été traitées de manière simultanée. Dans un procédé industriel, il faudra utiliser une eau plus froide (0°C ou 4°C) afin d'amplifier l'effet haute pression et également optimiser le taux de remplissage de l'enceinte car le coût de traitement en sera abaissé d'autant.

Un traitement haute pression de 600 MPa pendant 180 secondes a été appliqué aux barquettes de « Produit A ». Les échantillons (barquettes) de margarine ont été ensuite analysés par calorimétrie différentielle afin d'analyser le vieillissement du produit. Des passages journaliers ont été réalisés en utilisant le cycle suivant : palier de 10 minutes à 0°C, réchauffage à 3°C/min jusqu'à 50°C, palier de 10 minutes à 50°C.

Des thermogrammes ont été réalisés grâce à l'outil « Universal V4.1D TA Instruments sur différentes variantes de « Produit A ».

Les deux pics qui apparaissent dans les thermogrammes (Figures 1 à 5) correspondent à la fusion de l'huile de coprah (pic #1 = 15°C) et de la matière grasse allégée (pic #2 = 34°C) respectivement.

La figure 1 présente le thermogramme pour le « Produit A » standard. La courbe A a été réalisée en début du stockage ; la température en début du pic #2 (1) est de 27,11°C et au centre du pic #2 (2) de 33,73°C. La variation d'enthalpie est de 1,657 J/g. La courbe B a été réalisée à environ 24 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (3) est de 34,18°C et au centre du pic #2 (4) de 37,82°C. La variation d'enthalpie est de 6,380 J/g. La courbe C a été réalisée à environ 48 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (5) est de 25,35°C et au centre du pic #2 (6) de 37,25°C. La variation d'enthalpie est de 5,211 J/g.

La figure 2 représente le thermogramme pour le « Produit A » auquel a été ajouté 12% (en masse par rapport à la phase aqueuse) d'amidon de blé. La courbe A a été réalisée en début du stockage ; la température en début du pic #2 (1) est de 24,12°C et au centre du pic #2 (2) de 33,58°C. La variation d'enthalpie est de 2,220 J/g. La courbe B a été réalisée à environ 24 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (3) est de 25,93°C et au centre du pic #2 (4) de 33,49°C. La variation d'enthalpie est de 3,317 J/g. La courbe C a été réalisée à environ 48 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (5) est de 25,90°C et au centre du pic #2 (6) de 33,48°C. La variation d'enthalpie est de 1,772 J/g.

La figure 3 représente le thermogramme pour le « Produit A » standard ayant subi un traitement haute pression (180 secondes à 600 MPa). La courbe A a été réalisée en début du stockage ; la température en début du pic #2 (1) est de 31,77°C et au centre du pic #2 (2) de 36,69°C. La variation d'enthalpie est de 2,963 J/g. La courbe B a été réalisée à environ 2 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (3) est de 25,20°C et au centre du pic #2 (4) de 33,99°C. La variation d'enthalpie est de 2,839 J/g. La courbe C a été réalisée à environ 24 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (5) est de 28,85°C et au centre du pic #2 (6) de 33,45°C. La variation d'enthalpie est de 1,426 J/g.

La figure 4 présente le thermogramme pour le « Produit A » auquel a été ajouté 12% (en masse par rapport à la phase aqueuse) d'amidon de blé et qui a subi un traitement haute pression (180 secondes à 600 MPa). La courbe A a été réalisée en début du stockage ; la température en début du pic #2 (1) est de 26,06°C et au centre du pic #2 (2) de 33,51°C. La variation d'enthalpie est de 1,936 J/g. La courbe B a été réalisée à environ 2 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (3) est de 26,34°C et au centre du pic #2 (4) de 33,57°C. La variation d'enthalpie est de 1,628 J/g. La courbe C a été réalisée à environ 24 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (5) est de 27,18°C et au centre du pic #2 (6) de 33,44°C. La variation d'enthalpie est de 1,584 J/g.

Le Tableau 2 montre un récapitulatif de l'évolution de température et d'enthalpie du pic #2 pendant le vieillissement des différentes variantes du « Produit A ».

Produit	A Standard		A + 12% Blé		A Standard + HHP		A + 12% Blé + HHP	
	T (°C)	E (J/g)	T (°C)	E (J/g)	T (°C)	E (J/g)	T (°C)	E (J/g)
Courbe A	33,73	1,657	33,58	2,220	36,69	2,963	33,51	1,936
Courbe B	37,82	6,380	33,49	3,317	33,99	2,839	33,57	1,628
Courbe C	37,25	5,211	33,48	1,772	33,45	1,426	33,44	1,548
Moyenne	36,27	4,42	33,52	2,44	34,71	2,41	33,51	1,70
Écart type	± 1,81	± 2,01	± 0,04	± 0,65	± 1,42	± 0,70	± 0,05	± 0,17

5 Tableau 2 : Récapitulatif de l'évolution de température et d'enthalpie pendant le vieillissement des différentes variantes du « Produit A »

Le « Produit A » standard est le produit le plus instable, les écarts de température et d'enthalpie pendant les trois jours de suivi sont de 2°C et de 2 J/g, respectivement. Par contre, le « Produit A », auquel a été
10 ajouté 12% (en masse par rapport à la phase aqueuse) d'amidon de blé et qui a subi un traitement haute pression (180 secondes à 600MPa), est le produit le plus stable, les écarts sont seulement de 0,05°C et de 0,17 J/g.

15 La Figure 5 fait une comparaison des thermogrammes pour le « Produit A » auquel a été ajouté 12% (en masse par rapport à la phase aqueuse) d'amidon de blé qui n'a pas subi de traitement haute pression (Courbe A en début de stockage, courbe B à 24 heures de stockage et
20 courbe C à 48 heures de stockage) et qui a subi un traitement haute pression (Courbe D en début de stockage). Cette figure nous permet de démontrer que l'ajout d'amidon plus un traitement haute pression produisent une accélération du vieillissement des émulsions analysées.

25 La Figure 6 montre l'évolution de la température dans les émulsions pendant le traitement haute pression. Dans le pilote haute pression, la température de l'eau (moyen de pressurisation) a été ajustée à 20-21°C. La courbe A représente l'évolution de la température pendant un essai à 600 MPa sur le « Produit A ». Pendant la montée en pression (x)

d'une durée de 174 secondes, l'émulsion se réchauffe jusqu'à 39°C (1). Au cours du palier (y) d'une durée de 180 secondes, l'émulsion se refroidit jusqu'à 33°C (3) et finalement pendant le relâchement de la pression (z), l'émulsion se refroidit jusqu'à 9°C (6). La courbe B représente l'évolution de la température pendant un essai à 400 MPa sur le « Produit A ». Pendant la montée en pression (x) d'une durée de 174 secondes, l'émulsion se réchauffe jusqu'à 31°C (2). Au cours du palier (y) d'une durée de 180 secondes, l'émulsion se refroidit jusqu'à 28°C (4) et finalement pendant le relâchement de la pression (z), l'émulsion se refroidit jusqu'à 12,4°C (5).

On observe une descente en température importante lors du relâchement de pression. En fait la cristallisation s'opère lors de la phase de montée en pression bien qu'il y ait un échauffement. Le refroidissement sous pression permet de poursuivre la cristallisation dans des conditions particulière (la montée en pression a induit une cristallisation partielle) et accélérée grâce à la présence des cristaux formés lors de la montée en pression.

20

Exemple 2 : Le traitement haute pression a été réalisé sur une margarine commerciale « Produit B » à laquelle a été rajouté 12% (en masse par rapport à la phase aqueuse) d'amidon de blé comme agent épaississant activable par traitement haute pression.

25

La recette indicative de la margarine utilisée est fournie dans le tableau 3. Les pourcentages sont exprimés en masse par rapport à la composition totale.

	Produit B	%
Composition phase grasse (50 à 70 %)	Huiles végétales (Huile colza, stéarine de palme, stéarine de palmiste, huile de palme, tournesol oléique) Emulsifiant Arome et colorant	50 à 59
Composition phase aqueuse (30 à 50 %)	Eau Sel Conservateur (sorbate de potassium) Correcteur d'acidité (acide lactique/citrate) Arome	30 à 40

Tableau 3 : Composition du « Produit B »

Le protocole appliqué au « Produit A » a été appliqué de
5 manière identique au « Produit B ».

Un traitement haute pression de 4000 bars pendant 180
secondes a été appliqué aux barquettes de « Produit B ». Les échantillons
(barquettes) de margarine ont été ensuite analysés par calorimétrie
10 différentielle afin d'analyser le vieillissement du produit. Des passages
journaliers ont été réalisés en utilisant le cycle suivant : palier de 10
minutes à 0°C, réchauffage à 3°C/min jusqu'à 50°C, palier de 10 minutes
à 50°C.

15 Des thermogrammes ont été réalisés grâce à l'outil « Universal
V4.1D TA Instruments sur différentes variantes de « Produit B ».

Les deux pics qui apparaissent dans les thermogrammes
(Figures 7 à 10) correspondent à la fusion du mélange SIO : palmiste (pic
#1 = 18°C) et palme (pic #2 = 25°C) respectivement.

20

La figure 7 présente le thermogramme pour le « Produit B »
standard. La courbe A a été réalisée en début du stockage ; la température
en début du pic #2 (1) est de 24,37°C et au centre du pic #2 (2) de

30,14°C. La variation d'enthalpie est de 0,9388 J/g. La courbe B a été réalisée à environ 24 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (3) est de 23,58°C et au centre du pic #2 (4) de 26,86°C. La variation d'enthalpie est de 1,152 J/g. La courbe C a été réalisée à environ 72 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (5) est de 24,12°C et au centre du pic #2 (6) de 30,16°C. La variation d'enthalpie est de 1,069 J/g. La courbe D a été réalisé à environ 144 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (7) est de 22,64°C et au centre du pic #2 (8) de 25,88°C. La variation d'enthalpie est de 1,603 J/g.

La figure 8 présente le thermogramme pour le « Produit B » auquel a été ajouté 12% (en masse par rapport à la phase aqueuse) d'amidon de blé. La courbe A a été réalisée en début du stockage ; la température en début du pic #2 (1) est de 24,03°C et au centre du pic #2 (2) de 26,81°C. La variation d'enthalpie est de 1,106 J/g. La courbe B a été réalisée à environ 24 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (3) est de 23,53°C et au centre du pic #2 (4) de 26,14°C. La variation d'enthalpie est de 1,211 J/g. La courbe C a été réalisée à environ 72 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (5) est de 24,04°C et au centre du pic #2 (6) de 26,52°C. La variation d'enthalpie est de 1,039 J/g. La courbe D a été réalisé à environ 144 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (7) est de 22,71°C et au centre du pic #2 (8) de 25,59°C. La variation d'enthalpie est de 1,849 J/g.

La figure 9 présente le thermogramme pour le « Produit B » standard qui a subi un traitement haute pression (180 secondes à 400 MPa). La courbe A a été réalisée en début du stockage ; la température en début du pic #2 (1) est de 24,39°C et au centre du pic #2 (2) de 27,64°C. La variation d'enthalpie est de 1,444 J/g. La courbe B, réalisée à environ 24 heures de stockage, et la courbe C, réalisée à environ 72 heures de stockage, ne sont pas exploitables. La courbe D a été réalisé à environ 160 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (3) est de 22,05°C et au centre du pic #2 (4) de 25,67°C. La variation d'enthalpie est de 2,482 J/g.

La figure 10 présente le thermogramme pour le « Produit B » auquel a été ajouté 12% (en masse par rapport à la phase aqueuse)

d'amidon de blé et qui a subi un traitement haute pression (180 secondes à 400 MPa). La courbe A a été réalisée en début du stockage ; la température en début du pic #2 (1) est de 24,31°C et au centre du pic #2 (2) de 27,63°C. La variation d'enthalpie est de 1,042 J/g. La courbe B a été réalisée à environ 24 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (3) est de 23,48°C et au centre du pic #2 (4) de 28,65°C. La variation d'enthalpie est de 1,414 J/g. La courbe C a été réalisée à environ 72 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (5) est de 23,78°C et au centre du pic #2 (6) de 26,51°C. La variation d'enthalpie est de 1,315 J/g. La courbe D a été réalisée à environ 144 heures de stockage ; la température en début du pic #2 (7) est de 22,86°C et au centre du pic #2 (8) de 25,87°C. La variation d'enthalpie est de 1,775 J/g.

L'analyse de différents thermogrammes permet d'arriver aux mêmes conclusions que pour le « Produit A » quant à l'augmentation de la vitesse de cristallisation et quant à l'amélioration de la texture de la margarine produite.

Le Tableau 4 montre un récapitulatif de l'évolution de température et d'enthalpie du pic #2 pendant le vieillissement des différentes variantes de « Produit B ».

Produit	B Standard		B + 12% Blé		B Standard + HHP		B + 12% Blé + HHP	
	T (°C)	E (J/g)	T (°C)	E (J/g)	T (°C)	E (J/g)	T (°C)	E (J/g)
Courbe A	30,14	0,939	26,81	1,106	27,64	1,444	27,63	1,042
Courbe B	26,86	1,152	26,14	1,211	-	-	28,65	1,414
Courbe C	30,16	1,069	26,52	1,039	-	-	26,51	1,315
Courbe D	25,88	1,603	25,59	1,849	25,67	2,482	25,87	1,775
Moyenne	28,26	1,19	26,27	1,30	26,66	1,96	27,15	1,39
Écart type	± 1,92	± 0,25	± 0,46	± 0,32	± 0,99	± 0,52	± 1,09	± 0,26

Tableau 4 : Récapitulatif de l'évolution de température et d'enthalpie pendant le vieillissement des différentes variantes de « Produit B »

25

Une nouvelle fois, le « Produit B » standard est le plus instable, les écarts de température et d'énergie sont de l'ordre de 2°C et de 2 J/g,

respectivement. Par contre le « Produit B », auquel a été ajouté 12% (en masse par rapport à la phase aqueuse) d'amidon de blé et qui a subi un traitement haute pression (180 secondes à 400MPa), est le produit le plus stable, les écarts sont de 1 °C et de 0,3 J/g.

5

Comme conclusion de ces essais semi-industriels, appliqués sur les barquettes des « Produit A » et « Produit B », nous pouvons affirmer que l'ajout d'amidon dans les émulsions et un traitement postérieur par haute pression produisent une accélération significative de la cristallisation des matières grasses et globalement une amélioration de la texture des émulsions analysées.

10

REVENDEICATIONS

1- Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion, caractérisé en ce qu'un traitement haute pression est effectué sur ladite émulsion, dans une enceinte maintenue à température constante, après la phase d'émulsification.

2. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon la revendication 1, caractérisé en ce que le traitement haute pression est effectué après la phase de conditionnement final de ladite émulsion.

3. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que le traitement haute pression se fait à un palier d'une valeur comprise entre 200 et 600 MPa.

4. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que le traitement haute pression se fait à un palier d'une valeur comprise entre 400 et 600 MPa.

5. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'enceinte de traitement haute pression est maintenue à une température inférieure à 40°C.

6. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'enceinte de traitement haute pression est maintenue à une température comprise entre 0°C et 20°C.

7. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la durée du traitement haute pression est comprise entre quelques dizaines de secondes à quelques dizaines de minutes.

8. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la durée du traitement haute pression est de 3 minutes.

9. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il est effectué plusieurs cycles de montée et de descente en pression sans nécessairement revenir à la pression atmosphérique.

5

10. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 1 à 9, caractérisé en ce que, lors de la fabrication de la ou des phases aqueuses, un ou plusieurs agents épaississants activables par traitement haute pression sont ajoutés à cette ou ces phases quand la température de ladite ou desdites phases a été abaissée en dessous de la température de gélatinisation dudit ou desdits agents.

10

11. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 1 à 10, caractérisé en ce que, l'émulsion est une margarine.

15

12. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'il est ajouté 12% en masse par rapport à la phase aqueuse d'un agent épaississant activable par traitement haute pression.

20

13. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 10 à 12, caractérisé en ce que le ou les agents épaississants activables par traitement haute pression sont choisis dans le groupe composé, entre autres, de la gélatine, des amidons, des hydrocolloïdes (carraghénanes, alginates, ...) et/ou des fibres.

25

14. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 10 à 12, caractérisé en ce que l'agent épaississant activable par traitement haute pression est de l'amidon de blé.

30

15. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 10 à 12, caractérisé en ce que l'agent épaississant activable par traitement haute pression est de l'amidon de pomme de terre.

35

16. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 1 à 15 caractérisé en ce que la phase aqueuse contient un ou plusieurs agents épaississants activables par traitement thermique, qui gélatinisent lors de la précuisson de ladite phase.

5

17. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon les revendications 1 à 16 caractérisé en ce que du gaz est dissout dans la phase aqueuse ou dans la phase matière grasse.

10

18. Procédé d'amélioration de la texture d'une émulsion selon la revendication 17, caractérisé en ce que le gaz dissout est du dioxyde de carbone.

15

19. Margarine ayant une composition de base classique caractérisée en ce que sa teneur globale en agents épaississants est d'au moins 6,1% en masse par rapport à la phase aqueuse.

22

Figure 1

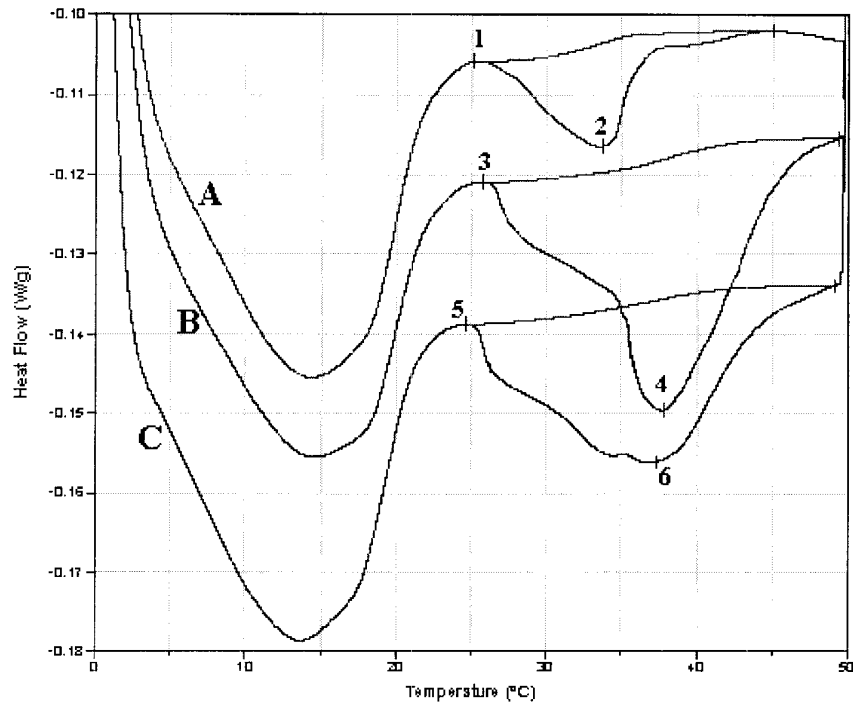
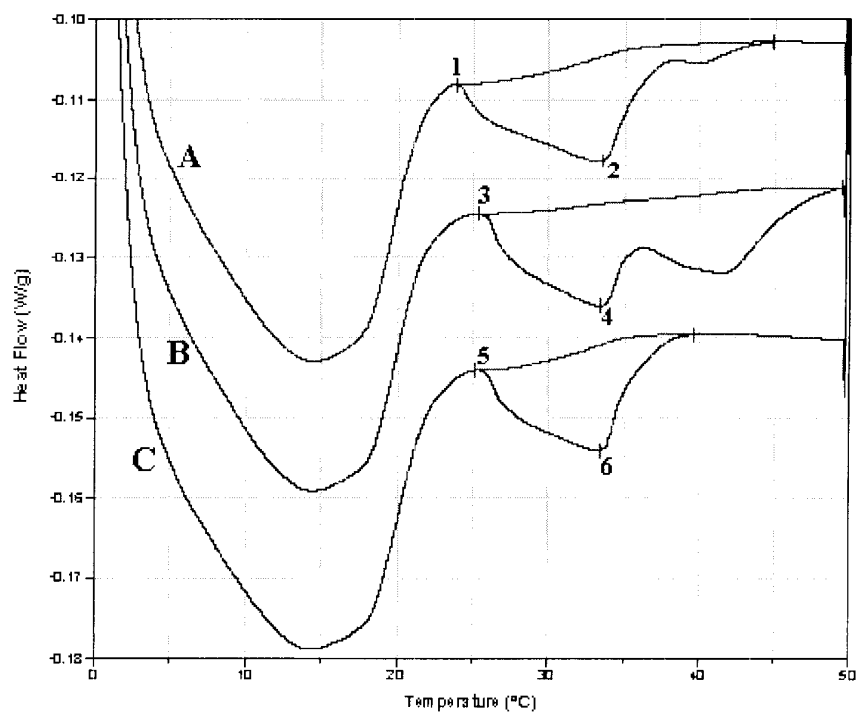


Figure 2



23

Figure 3

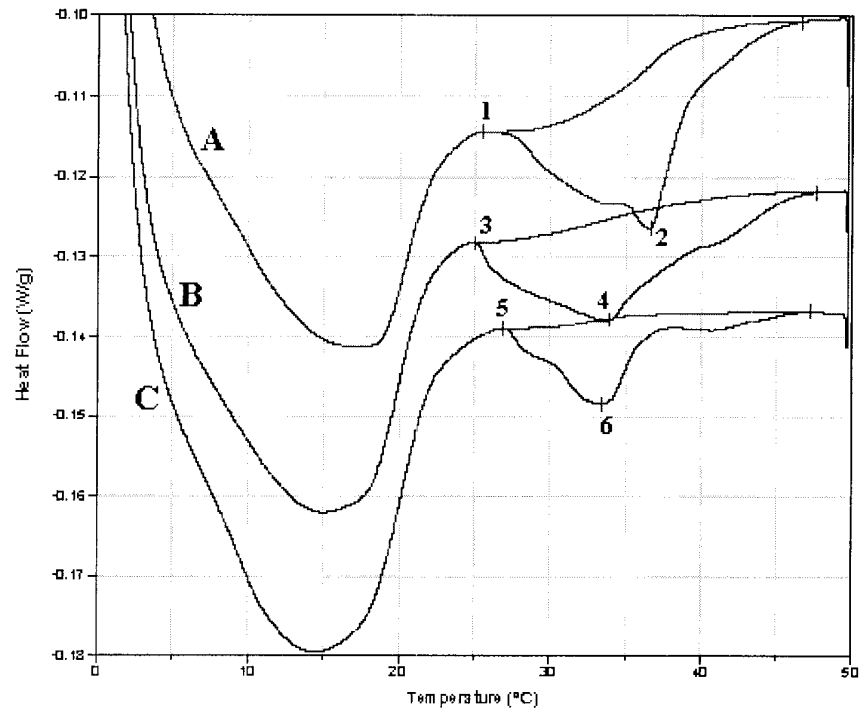
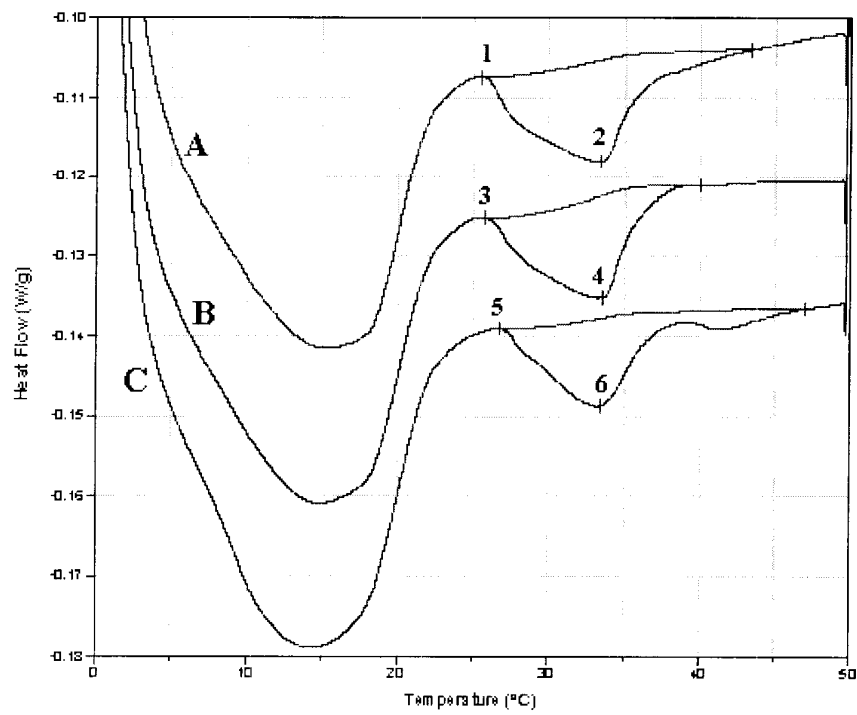


Figure 4



24

Figure 5

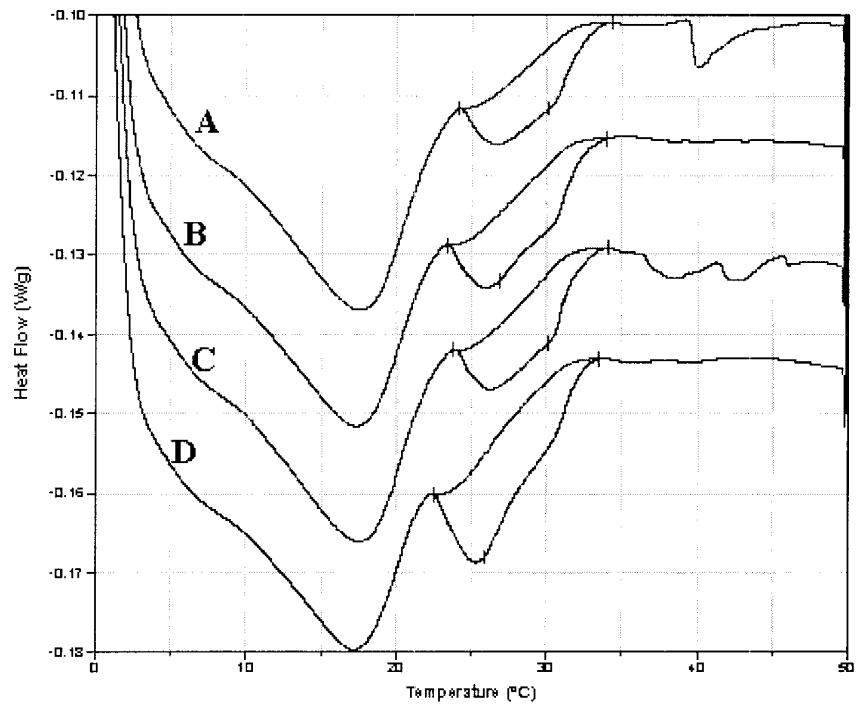


Figure 6

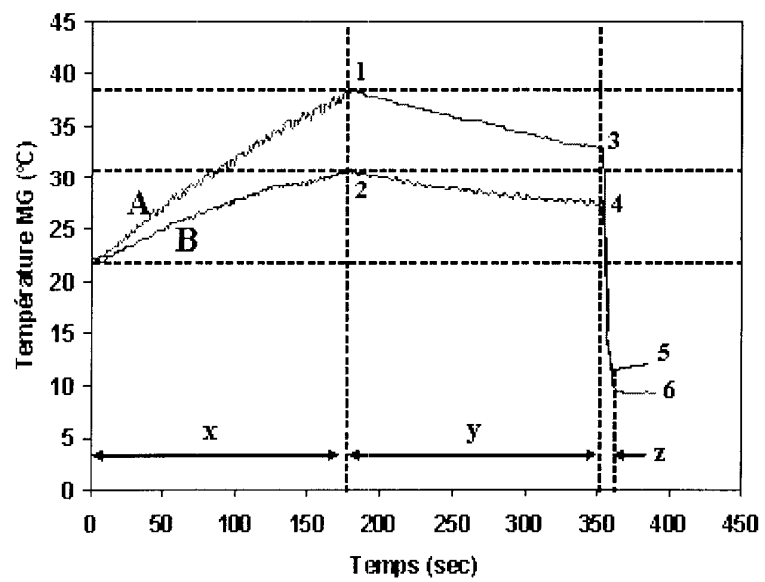


Figure 7

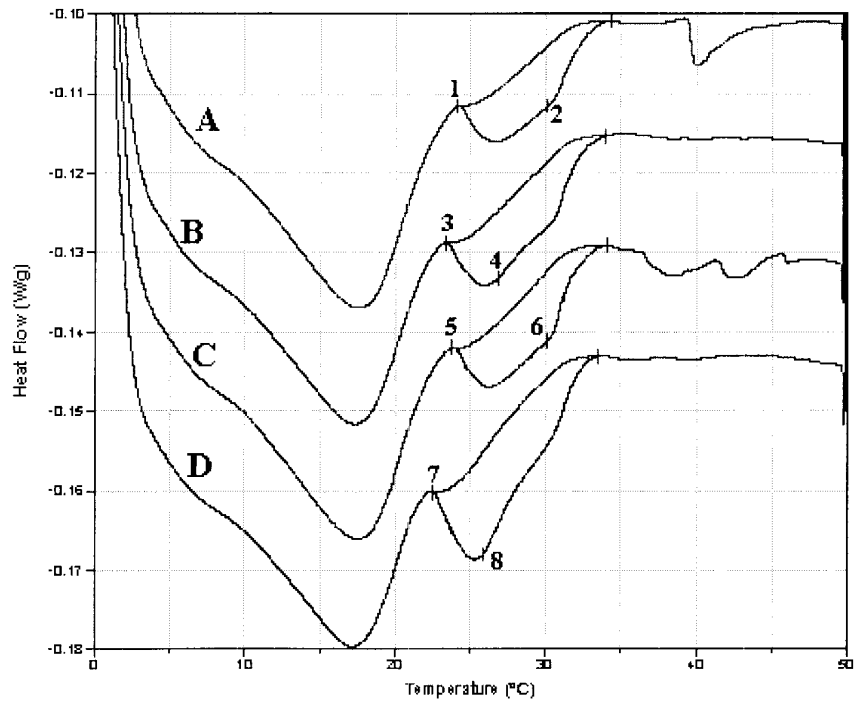
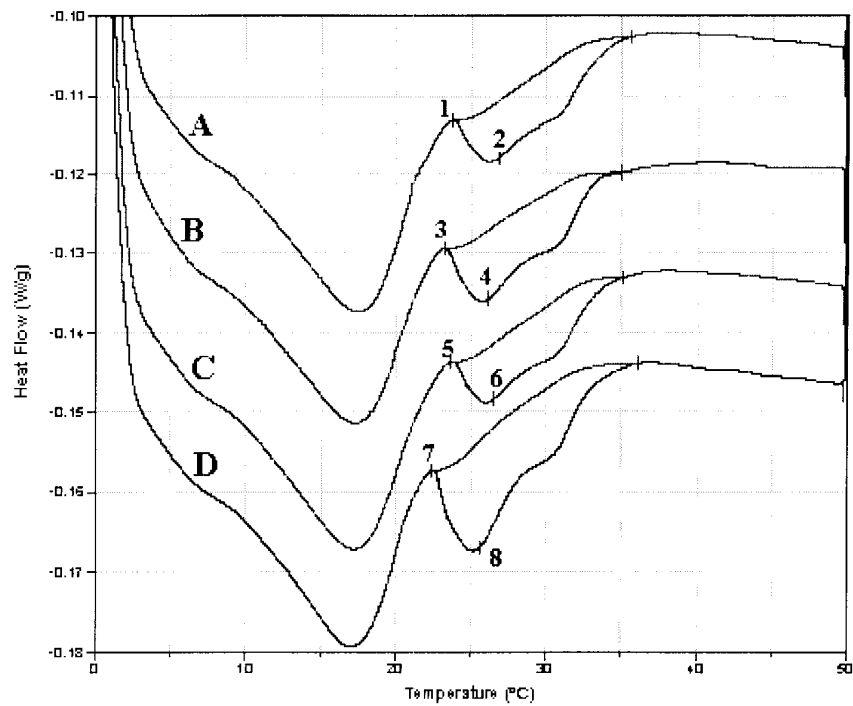


Figure 8



26

Figure 9

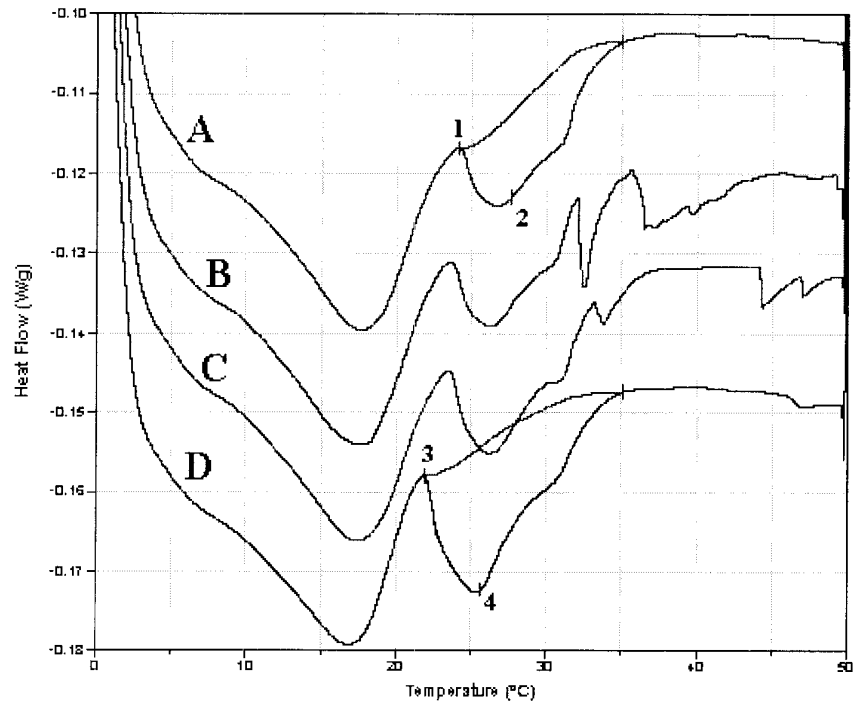
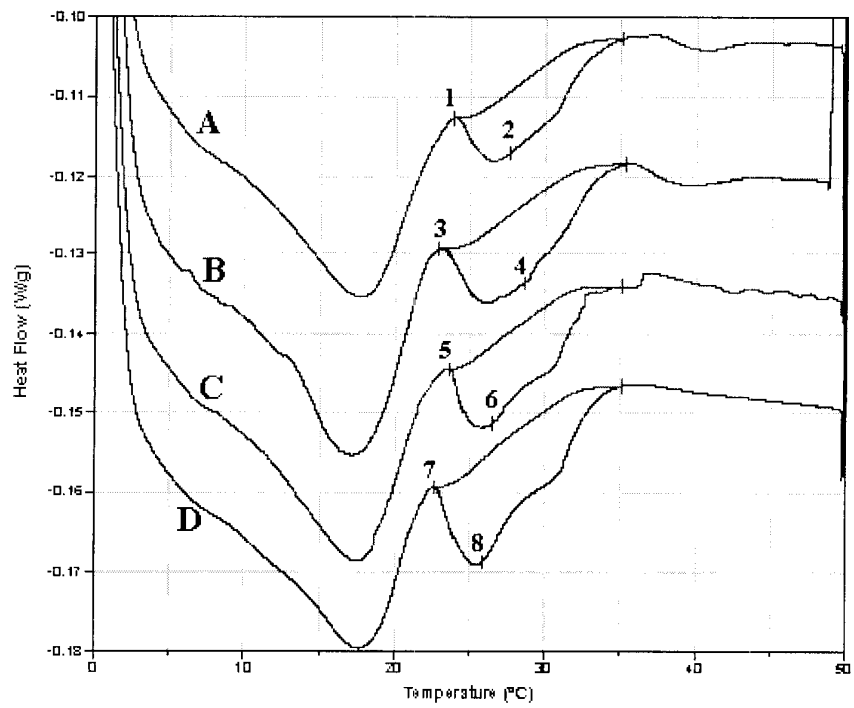


Figure 10





**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 688601
FR 0700228

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	WO 2006/133335 A (MGP INGREDIENTS INC [US]; WOO KYUNGSOO [US]; BASSI SUKH D [US]; MANING) 14 décembre 2006 (2006-12-14) * alinéas [0001], [0011], [0033], [0038]; revendications 7,8,13 * -----	1,2,7, 10-16,19	C11C/ A23L1/025 A23L1/05 A23L1/0522
X	JP 04 187046 A (SNOW BRAND MILK PROD CO LTD) 3 juillet 1992 (1992-07-03) * abrégé * & DATABASE WPI Week 1992 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 273610 * abrégé * -----	1	
X	JP 2003 339315 A (TSUKISHIMA SHOKUHIN KOGYO KK) 2 décembre 2003 (2003-12-02) * abrégé * -----	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			A23D
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		20 septembre 2007	Adechy, Miriam
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0700228 FA 688601

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 20-09-2007

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2006133335 A	14-12-2006	US 2006286251 A1	21-12-2006
JP 4187046 A	03-07-1992	AUCUN	
JP 2003339315 A	02-12-2003	AUCUN	