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

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle
Bureau international

(43) Date de la publication internationale
3 juillet 2014 (03.07.2014)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2014/102302 A1

(51) Classification internationale des brevets :
A23L 1/30 (2006.01) *A23L 1/317* (2006.01)
A23L 1/304 (2006.01) *A23L 2/52* (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2013/078020

(22) Date de dépôt international :
26 décembre 2013 (26.12.2013)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1262797 26 décembre 2012 (26.12.2012) FR

(71) Déposant : **DIANA NATURALS** [FR/FR]; F-35560 Antrain (FR).

(72) Inventeurs : **NEAUD, Fabien**; 14, les jardins du Pâtis Fauvel, F-35160 Talensac (FR). **LAROQUE, Delphine**; 31, square Antoine de Condorcet, F-35700 Rennes (FR).

(74) Mandataire : **REGIMBEAU**; 20, rue de Chazelles, F-75847 Paris Cedex 17 (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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

— *relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv))*

Publiée :

— *avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))*

WO 2014/102302 A1

(54) **Title** : ACEROLA POWDER FOR USE AS A SUBSTITUTE FOR ASCORBIC ACID IN THE AGRI-FOOD FIELD

(54) **Titre** : POUDRE D'ACÉROLA UTILE POUR LA SUBSTITUTION DE L'ACIDE ASCORBIQUE DANS LE DOMAINE DE L'AGRO-ALIMENTAIRE

(57) **Abstract** : The invention concerns a powder consisting of 0.5 to 8% by weight of water and a dry material consisting of 88 to 95% by weight of an acerola fruit dry extract and 5 to 12% by weight of magnesium, calcium, zinc, sodium or potassium hydroxide or carbonate, the method of preparing same and the applications thereof for replacing ascorbic acid and/or the derivatives of same in food products.

(57) **Abrégé** : L'invention concerne une poudre constituée de 0,5 à 8 % en poids d'eau et d'une matière sèche constituée de 88 à 95 % en poids d'un extrait sec de fruit d'acérola et de 5 à 12 % en poids d'hydroxyde ou de carbonate de magnésium, calcium, zinc, sodium ou potassium, son procédé de préparation et ses applications pour remplacer l'acide ascorbique et/ou ses dérivés dans les produits alimentaires.

Poudre d'acérola utile pour la substitution de l'acide ascorbique dans le domaine de l'agro-alimentaire.

L'acérola (Malpighia punicifolia L., synonyme de Malpighia glabra L., ou encore Malpighia emarginata DC.) est un arbre dont le fruit est appelé cerise des Barbades ou cerise des Antilles car ressemblant beaucoup à la cerise.

Arbuste (ou arbrisseau) à feuillage persistant de la famille des Malpighiaceae, l'acérola pousse spontanément dans les régions tropicales d'Amérique du Sud, notamment au Pérou et dans les forêts amazoniennes du Brésil et du Venezuela. Il est aussi présent aux Antilles où il est appelé cerisier-pays.

Le fruit de l'acérola contient 20 à 30 fois plus de vitamine C que l'orange. Ceci en fait un des fruits les plus riches en vitamine C (1 000 mg à 2 000 mg/100 g), après le fruit du Terminalia ferdinandiana (50 fois plus riche que l'orange) et celui du Camu-Camu (Myrciaria dubia) (30 à 40 fois plus riche que l'orange). Il est également riche en vitamine B6, en vitamine B1 et en vitamine A ainsi qu'en flavonoïdes et en minéraux (fer, calcium, zinc, phosphore, potassium et magnésium).

La tendance pour le « naturel » est bien installée sur le marché des produits alimentaires, nutraceutiques et cosmétiques. La naturalité représente une des clés de succès des lancements commerciaux des produits apparus sur le marché ces dernières années, et ce d'autant plus dans un contexte où le consommateur perçoit désormais bien les risques encourus suite à l'ingestion de composés synthétiques et où les lois gouvernant le cadre d'utilisation des additifs alimentaires se durcissent, comme en témoigne par exemple le projet de révision de la liste des additifs autorisés mentionnés dans le règlement CE n° 1333/2008 du Parlement européen et du Conseil. Le caractère « Clean label » des biens de consommation est un élément décisif dans l'acte d'achat, et formuler des produits exempts de toute substance non connue de la ménagère est un lourd défi que les industriels des secteurs précédemment cités cherchent à relever.

La conception de produits de consommation dits « naturels » suggère la mise en œuvre d'ingrédients également qualifiés de « naturels ». A ce titre, la substitution de la vitamine C (terme générique couvrant diverses formes notamment l'acide ascorbique, l'acide iso-ascorbique ou acide érythorbique, les sels d'ascorbate et d'érythorbate) est un défi qu'il convient de relever compte tenu de l'étendue de son spectre d'applications. Par exemple, le remplacement de l'érythorbate de sodium dans des produits de charcuterie tels que les produits injectés (jambon cuit…) ou les produits de type émulsion (saucisses à pâte fine) par un ingrédient naturel qui jouerait la même fonction antioxydante, si possible avec moins d'inconvénients, est une question soulevée par bon nombre d'industriels.

Il existe donc un besoin pour un antioxydant « naturel » en remplacement des différentes formes de la vitamine C.

Les inventeurs ont maintenant découvert qu'une poudre de jus concentré de fruit d'acérola contenant de l'hydroxyde de magnésium peut remplacer l'érythorbate dans des produits de charcuterie.

Or, cet antioxydant est naturel et dépourvu de maltodextrine. En outre, ce produit a pour avantages d'être sous forme d'une poudre facilement utilisable en formulation agro-alimentaire et de limiter l'acidification du produit.

Par conséquent, un premier objet de l'invention concerne une poudre constituée de 0,5 à 8 % en poids d'eau et d'une matière sèche constituée de 88 à 95 % en poids d'un extrait sec de fruit d'acérola et de 5 à 12 % en poids d'un hydroxyde ou carbonate de magnésium, calcium, zinc, sodium ou potassium.

De préférence, la matière sèche de la poudre de l'invention est constituée de 90 à 94 % en poids d'un extrait sec de fruit d'acérola et de 6 à 10 % en poids d'hydroxyde ou de carbonate de magnésium, calcium, zinc, sodium ou potassium.

On entend par « extrait sec de fruit d'acérola » la matière sèche d'un produit issu du séchage d'un jus de fruit d'acérola, de préférence un jus concentré c'est-à-dire à 10 à 70° Brix, de préférence à 45 à 55° Brix. De préférence, ledit jus concentré présente une teneur en vitamine C de 3 à 24 %, de préférence de 15 à 21 %. De préférence,

ledit jus concentré présente une acidité de 800 à 2200 meq/kg, de préférence de 1200 à 1800 meq/kg. De préférence, ledit jus concentré présente un pH de 2,5 à 4, de préférence de 3 à 3,6.

La poudre de l'invention est caractérisée par sa forte teneur en vitamine C.

De préférence, elle est de 30 à 40 % en poids de vitamine C par rapport au poids total de la poudre, de manière particulièrement préférée de 30 à 36 %, en particulier 34 % +/-3 %, de préférence elle est de 34 % +/-2 % (l'analyse de la vitamine C est réalisée par HPLC en phase inverse sur une colonne Sphérisorb ODS2 ou équivalente, la procédure d'analyse étant décrite par la norme européenne NF EN 14130).

La forte teneur en vitamine C de la poudre selon l'invention a une importance clé dans le domaine nutraceutique, puisqu'elle permet d'administrer la dose journalière recommandée dans une forme galénique de taille adéquate. En outre, dans le domaine de l'alimentaire (notamment en charcuterie), la poudre de l'invention, du fait de sa forte teneur en vitamine C, peut être utilisée à une dose suffisamment réduite pour limiter les effets secondaires négatifs liés à l'incorporation de fortes proportions d'acérola (tels que le goût et l'acidité de l'acérola), tout en apportant une dose de vitamine C satisfaisante dans un espace réduit (intérêt dans le cas où la poudre doit être utilisée dans une composition de différents constituants limitée en place).

La poudre de l'invention présente des caractéristiques de pH sur une plage de 4 à 8. De préférence, la poudre de l'invention présente un pH de l'ordre de 4,5 à 6 (pH mesuré sur une solution à 10 % dans l'eau). La borne minimale de 4,5 correspond au pH en dessous duquel il est conseillé de ne pas descendre pour garantir une quantité suffisante de la forme basique du couple acide ascorbique/ascorbate et faciliter le séchage, même si à pH 4 à 4,5 la faisabilité du séchage est encore possible. La borne maximale de 6 correspond à un pH au-dessus duquel un faux goût de type « savon » non souhaitable peut se développer. Des pH de 6 à 8 peuvent cependant être utilisés si l'application finale permet de ne pas révéler les défauts organoleptiques pouvant être développés. De préférence, la poudre de l'invention comprend moins de 5 % en poids d'eau, de préférence de 1 à 3 %.

Un autre objet de l'invention concerne un procédé de préparation de la poudre selon l'invention comprenant les étapes suivantes :

(i) mélange de jus de fruit d'acérola, d'hydroxyde ou de carbonate de magnésium, calcium, zinc, sodium ou potassium et d'eau,
(ii) séchage jusqu'à une teneur en eau de moins de 8 % en poids, et
(iii) tamisage.

La poudre de l'invention est obtenue par mélange de jus de fruit d'acérola, de préférence concentré, d'hydroxyde ou de carbonate de magnésium, calcium, zinc, sodium ou potassium et d'eau dans des proportions choisies afin de permettre un séchage efficace tout en maximisant la teneur en vitamine C.

L'extrait sec de fruit d'acérola est ainsi présent dans la poudre de l'invention à raison de 88 à 95 % en poids du poids sec du mélange. L'hydroxyde ou le carbonate de magnésium, calcium, zinc, sodium ou potassium est présent dans le mélange jus de fruit d'acérola/hydroxyde ou carbonate/eau à raison de 5 à 12 % en poids du poids sec du mélange.

Cette quantité peut également être définie en fonction du pH. Elle permet d'atteindre un pH du mélange jus de fruit d'acérola/hydroxyde ou carbonate /eau avant séchage de préférence entre 4,5 et 5.

Comme le montre la Figure 2, des taux d'hydroxyde ou de carbonate de magnésium, calcium, zinc, sodium ou potassium inférieurs à 5 % entrainent une perte d'efficacité de séchage et de rendement. De même, des taux d'hydroxyde ou de carbonate de magnésium, calcium, zinc, sodium ou potassium supérieurs à 12 % entrainent l'apparition d'un goût de « savon » inapproprié pour une utilisation en agroalimentaire, ainsi qu'une diminution de la teneur en vitamine C du fait de la diminution de la proportion de l'extrait sec de fruit d'acérola.

La quantité d'eau du mélange jus de fruit d'acérola/hydroxyde ou carbonate /eau est ajustée de sorte à obtenir un mélange à 20 à 35° Brix, de préférence à 30° Brix.

Ce mélange est ensuite séché, de préférence par atomisation ou séchage sous vide ou tout autre moyen permettant de garantir l'obtention d'un produit entièrement soluble. Certains procédés classiquement utilisés dans le cadre de la fabrication de produits secs, tels que la lyophilisation par exemple, sont susceptibles de donner lieu à des poudres à l'aspect granuleux ou hétérogène associées à la génération de troubles ou d'insolubles après dissolution. Ceci est démontré dans l'exemple 1. L'obtention d'une poudre particulièrement soluble permet une meilleure libération de la vitamine C et des autres constituants actifs du fruit d'acérola et donc une meilleure efficacité en application, ce qui élargira le spectre d'applications de la poudre à de nombreux aliments ou compositions alimentaires. Au contraire, l'obtention d'une poudre ayant une solubilité moindre a des conséquences sur les possibilités d'application de cette poudre, qui ne pourra pas être incorporée dans certains produits de manière homogène ou sans en modifier la texture.

La poudre obtenue est ensuite tamisée, conditionnée et stockée.

Un jus concentré de fruit d'acérola (Malpighia punicifolia L. ou Malpighia glabra L. ou Malpighia emarginata DC.) est habituellement utilisé comme matière première pour concevoir la poudre de l'invention. Cependant, le procédé mis en œuvre pour l'obtention de la poudre de l'invention peut aussi inclure l'étape de fabrication du jus concentré de fruit d'acérola, par broyage et pressage des fruits d'acérola puis concentration du jus ainsi extrait selon des méthodes classiques d'obtention de jus concentrés végétaux, pouvant notamment inclure des étapes telles que la cuisson, la pasteurisation, la décantation, la centrifugation, la filtration et l'ultrafiltration, l'enzymage, la fermentation etc. Ces étapes, en particulier les étapes d'enzymage et de fermentation, peuvent permettre d'améliorer les propriétés de la poudre selon l'invention telles que le profil sensoriel ou la teneur en vitamine C. Dans un mode de réalisation optimal du procédé, la matière première utilisée est un jus concentré clarifié de fruit d'acérola à environ 45 à 55° Brix, de préférence à 50° Brix qui présente une teneur en vitamine C de 17 % environ (15 à 21 % plus largement), une acidité de 1200 à 1800 meq/kg et un pH de 3,5 environ (3 à 3,6 plus largement).

Le jus de fruit d'acérola éventuellement concentré est stocké sous forme congelée de sorte à limiter la perte en vitamine C.

Les inventeurs ont découvert de manière avantageuse que la poudre selon l'invention est une alternative naturelle à l'acide ascorbique et à l'érythorbate. Tout en apportant une dose efficace et naturelle en vitamine C, la poudre selon l'invention présente des caractéristiques physico-chimiques (pH, solubilité…) et sensorielles (couleur, goût, acidité…), particulièrement adaptées aux applications agroalimentaires, notamment dans les produits carnés transformés. Les exemples 2 et 3 illustrent l'avantage de la poudre de l'invention par rapport à l'acide ascorbique, aussi bien in vitro qu'en application.

Un autre objet de l'invention concerne un additif ou un ingrédient alimentaire comprenant une poudre selon l'invention.

De préférence, l'additif ou l'ingrédient alimentaire de l'invention est destiné aux produits de charcuterie.

Le produit de l'invention est destiné à toute application contenant habituellement de l'acide ascorbique ou ses dérivés à des fins de protection des aliments (fonction antioxydante, stabilisation de la couleur…). Par exemple, il est utile dans le remplacement des sels d'érythorbate couramment employés dans les produits de charcuterie (intervient dans la formation de la couleur rose typique de telles applications comme le jambon cuit, les saucisses…).

Il est prouvé que le taux de nitrites résiduels en application charcuterie est minimisé en présence d'érythorbate ou ses dérivés et de toute forme qui en serait un vecteur. La présence de fortes teneurs en nitrites pose un problème de santé publique qui est celui de la génération in vivo de nitrosamines et du risque de cancers qui leur est attribué. La poudre de l'invention permet également de participer à une réduction de la formation de nitrosamines endogènes. En effet, l'effet cumulé de la vitamine C et des autres nutriments présents dans la poudre de l'invention (notamment les polyphénols) participe à réduire la teneur en nitrites résiduels dans les charcuteries et ainsi limiter la formation de nitrosamines in vivo.

Le produit de l'invention peut aussi être utilisé comme agent de traitement de la farine (fonction antioxydante, effet sur la qualité du pain comme le volume, la texture de la mie, l'aspect de la croûte…) et en remplacement d'acide ascorbique et de ses dérivés dans des applications telles que les boissons (jus de fruits, nectars, boissons aromatisées non carbonatées…), les produits de boulangerie (pain, brioches, viennoiseries…), les produits céréaliers, les soupes, les sauces, les snacks, les plats préparés, les produits transformés à base de fruits (compotes, confitures…)... Généralement ces produits emploient des doses de vitamine C variant de 50 à 500 ppm, même si des doses plus faibles ou plus élevées peuvent être utiles selon l'application visée (0 - 1500 ppm). Par exemple, le produit a été testé avec succès dans des matrices carnées (jambon cuit de porc, viande de porc hachée, saucisses de type knack) à des concentrations variant de 170 à 510 ppm équivalent acide ascorbique, dans des matrices de type brioche à des doses de 50 et 150 ppm équivalent acide ascorbique, dans des jus de fruits, des compotes de fruits et des fruits sur sucre à hauteur de 200 et 750 ppm équivalent acide ascorbique. Dans toutes ces applications la faisabilité de substitution de l'acide ascorbique ou de ses dérivés par la poudre d'acérola a été validée, et l'ajout du produit de l'invention a même été associé au développement de bénéfices secondaires (effet sur le goût, la texture, l'aspect…). Par exemple, la substitution de l'acide ascorbique ou de ses dérivés par la poudre d'acérola permet de renforcer le goût fruité des jus de fruits, de développer une couleur de jambon caractéristique et préférée à un contrôle avec érythorbate de sodium, de maintenir dans le temps la texture moelleuse d'une brioche… Ces effets peuvent être expliqués par le fait que la poudre de l'invention apporte non seulement de la vitamine C mais également d'autres composés actifs, tels que des caroténoïdes, des polyphénols et des acides organiques (notamment l'acide malique), jouant un rôle en matrice, seuls ou de manière synergique avec la vitamine C.

Un autre objet de l'invention concerne un aliment ou composition alimentaire comprenant une poudre selon l'invention ou un additif ou un ingrédient alimentaire selon l'invention. De préférence, cet aliment ou composition alimentaire est une boisson, un produit de boulangerie, un produit céréalier, une soupe, une sauce, un

snack, un plat préparé, un produit transformé à base de fruits ou un produit de charcuterie.

Un autre objet de l'invention concerne l'utilisation d'une poudre selon l'invention pour remplacer l'acide ascorbique et/ou ses dérivés dans les produits alimentaires. Par exemple, la poudre de l'invention peut être utilisée pour remplacer l'érythorbate dans des produits de charcuterie.

En effet, le produit de l'invention est particulièrement adapté aux applications neutres du fait de son pH acide à neutre. Cette propriété permet de limiter les modifications de texture.

Figure 1 : Evolution de la teneur en vitamine C de la poudre de l'invention au cours d'un stockage à 4°C ou à 20°C en sac aluminium ou sans sac aluminium.

Figure 2 : Démonstration de l'importance de la teneur en hydroxyde de magnésium sur le rendement d'obtention de la poudre de l'invention.

Figure 3 : Effet du remplacement de l'acide ascorbique par la poudre de l'invention sur le profil sensoriel d'une matrice boulangère.

Figure 4 : Effet de concentrations croissantes en poudre de l'invention sur le pourcentage de réduction des nitrites présents dans des préparations de viande de porc hachée après 4 semaines de stockage à 4°C.

Exemples

Exemple 1 - Production et propriétés de solubilisation d'une poudre selon l'invention

i. Production d'une poudre selon l'invention

Compte tenu des caractéristiques du jus concentré de fruit d'acérola mis en œuvre (50° Brix, 17 % de vitamine C), le pH du mélange a pu être stabilisé à 4,5 avec 92 % de jus concentré de fruit d'acérola et 8 % d'hydroxyde de magnésium (pourcentages exprimés sur matière sèche).

La quantité d'eau à ajouter a ensuite été calculée de sorte à obtenir un degré Brix du mélange jus concentré de fruit d'acérola/ hydroxyde de magnésium/eau de 30° Brix.

La formulation suivante a par conséquent été réalisée selon la méthode ci-dessous :

Matière première	**Recette** (% sur matière sèche)	**pH**	**Quantité mise en œuvre** (kg)
Jus concentré de fruit d'acérola	92	3,01	420
Hydroxyde de magnésium	8	14	15
Eau	-	7,61	300

Les matières ont été mélangées en cuve et le mélange a été séché par atomisation (température d'entrée à 160°C, température de sortie à 86-88°C). La poudre a été tamisée à 650 µm et conditionnée en sacs aluminium.

Le rendement obtenu s'élève à 73,5 % et la productivité est de l'ordre de 84 kg/h.

La poudre se caractérise par une teneur en vitamine C de 36,7 % en poids du poids total de la poudre, stable au cours du temps comme démontré par le test de vieillissement initié sur la poudre (voir Figure 1).

Le produit présente une excellente solubilité (absence de culot visible à l'œil nu après dissolution de la poudre à 10 % en poids du poids total de la poudre dans l'eau puis centrifugation à 10000 g pendant 10 minutes) et la solution obtenue est claire et limpide.

ii. Effet de la teneur en hydroxyde de magnésium dans la poudre de l'invention

Afin d'illustrer l'importance de la teneur en hydroxyde de magnésium dans la poudre de l'invention, des essais de séchage par atomisation ont été effectués avec différents taux de $Mg(OH)_2$ (essais au stade pilote ici).

Comme le prouve le graphique de la Figure 2, le rendement d'obtention de la poudre de l'invention diminue avec la réduction des doses d'hydroxyde de magnésium, pour atteindre des valeurs inférieures à 65 % (rendement médiocre) à une teneur de 5 % en poids d'hydroxyde de magnésium (teneur exprimée sur la matière sèche de la poudre de l'invention).

iii. Propriétés de solubilisation d'une poudre de l'invention

Afin de démontrer la solubilité moindre d'une poudre d'acérola lyophilisée, des tests de solubilisation de la poudre atomisée de l'invention, comparativement à une poudre lyophilisée, ont été effectués. Les résultats sont présentés ci-après dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Tests de solubilisation de poudres d'acérola obtenues selon deux procédés de séchage différents (atomisation pour la poudre de l'invention et lyophilisation).

Echantillon (dilué à 10 % dans l'eau)	Matières insolubles (%)
Poudre d'acérola de l'invention	1,8 +/- 0,3
Poudre d'acérola lyophilisée	5,7 +/- 0,1

Ces tests démontrent bien la moindre solubilité de la poudre lyophilisée (quantification des matières insolubles enregistrées dans le Tableau 1). Environ trois fois plus de composés insolubles sont générés à partir d'une solution à 10 % de poudre lyophilisée. Par ailleurs, l'apparition d'un culot visible à l'œil nu est

constatée dans le cas du test réalisé avec la poudre lyophilisée, ce qui n'est pas le cas pour le test réalisé avec la poudre de l'invention.

Ce critère peut être un frein à l'utilisation du produit dans des produits clairs et limpides (exemple des boissons). Par ailleurs, il peut être supposé que dans une poudre lyophilisée caractérisée par de nombreuses particules insolubles après mise en solution, la vitamine C soit moins disponible et soit moins efficace pour les effets qui peuvent lui être attribués (rôle antioxydant, stabilisant…). Le spectre d'utilisation de la poudre de l'invention (obtenue par atomisation) n'est en revanche pas soumis à cette contrainte.

Exemple 2 - Potentiel antioxydant de la poudre de l'Exemple 1 versus acide ascorbique

Des tests réalisés in vitro permettent d'illustrer les propriétés de la poudre de l'invention par rapport au simple effet de l'acide ascorbique. Le tableau ci-dessous démontre que la poudre de l'Exemple 1, par comparaison à l'acide ascorbique, exerce une activité antiradicalaire et antioxydante supérieure à celle exercée par des concentrations équivalentes en acide ascorbique.

Tableau 2 : Evaluation du pouvoir antioxydant de la poudre d'acérola versus acide ascorbique

Méthode	**Poudre de l'invention**	**Acide ascorbique**
Activité antiradicalaire (% de piégeage du radical libre DPPH à la concentration fixe de 0,44 mg/mL éq acide ascorbique)	90,1	70,6*
Pouvoir antioxydant global (g/100 g de produit eq. acide ascorbique)	58	34

*acide ascorbique testé de façon combinée à $Mg(OH)_2$ dans les proportions présentes dans la poudre de l'invention

Exemple 3 - Efficacité en application alimentaire de la poudre de l'invention en tant que substitut naturel de l'acide ascorbique et de ses dérivés

i. Alternative naturelle à l'érythorbate de sodium utilisé dans les produits de charcuterie

La poudre de l'Exemple 1 a été testée dans une matrice jambon de porc cuit (modèle de produit « injecté »). Elle a été diluée dans la saumure destinée à être injectée dans le produit de charcuterie de sorte à atteindre une concentration finale dans le produit fini de 425 ppm de vitamine C. Un témoin réalisé dans les mêmes conditions mais comprenant de l'érythorbate de sodium incorporé de sorte à atteindre des concentrations équivalentes d'érythorbate a également été utilisé comme produit de comparaison. Le jambon a été conditionné sous vide après avoir été tranché, puis stocké à 4°C jusqu'à 12 semaines.

Le tableau ci-dessous résume les caractéristiques des produits obtenus avec l'érythorbate de sodium et avec la poudre de l'Exemple 1, respectivement.

Tableau 3 : Caractéristiques de jambons contenant la poudre d'acérola de l'invention versus l'érythorbate de sodium après 12 semaines de stockage à 4°C

	Poudre de l'invention	**Erythorbate de sodium**
Rendement après cuisson (%)	91,87	92,19

Evaluation sensorielle	Couleur : très bon résultat en termes de couleur, rose, typique du jambon, produit préféré par comparaison au témoin Texture : très bon résultat, texture jugée meilleure par comparaison au témoin, ferme Goût : fumé, salé, attributs des produits de charcuterie	Couleur : rose, typique du jambon Texture : typique du jambon Goût : fumé, salé, typique du jambon
Flore mésophile aérobie totale (ufc/g)	< 10	< 10

Les essais réalisés démontrent la possibilité de remplacer l'érythorbate de sodium par le produit de l'invention, les jambons ainsi obtenus étant aussi appréciés voire plus appréciés que le témoin. Par ailleurs, le fait de substituer l'additif traditionnellement utilisé par la poudre de l'invention d'origine naturelle n'engendre pas d'impact sur le rendement ni sur la qualité microbiologique du produit.

Des essais similaires de substitution d'érythorbate de sodium par la poudre de l'Exemple 1 à des dosages permettant d'atteindre 300 ppm d'érythorbate ou de vitamine C dans le produit fini ont aussi été effectués dans des saucisses de type knack (modèle de produit à pâte fine de type « émulsion »). Les résultats sont tout aussi satisfaisants, telles que le démontrent les analyses de texture, les analyses microbiologiques, les analyses du niveau d'oxydation et l'évaluation sensorielle réalisées tout au long de la vie du produit (stockage à 4°C pendant 3 semaines). Des bénéfices peuvent à nouveau être observés en présence de la poudre de l'invention par rapport au témoin. Notamment, le produit de l'invention a la capacité à limiter la perte d'intensité organoleptique observée au cours du stockage dans le cas du témoin contenant l'érythorbate de sodium.

ii. Alternative naturelle à l'acide ascorbique utilisé dans les produits de boulangerie

La poudre de l'Exemple 1 a aussi été incorporée dans d'autres types d'applications, notamment des produits de boulangerie de type brioches à des concentrations permettant d'atteindre 50 ou 150 ppm de vitamine C dans le produit fini. La faisabilité de substitution de l'acide ascorbique introduit aux mêmes dosages est à nouveau démontrée. La poudre de l'invention présente même des avantages par comparaison au témoin avec acide ascorbique, ralentissant l'apparition de faux goûts pouvant se développer au cours du stockage à température ambiante, comme le démontre la Figure 3.

Exemple 4 - Effet du produit de l'invention sur la réduction du taux de nitrites résiduels en application charcuterie

La poudre de l'invention a été incorporée à une formulation à base de viande de porc hachée à des concentrations permettant d'atteindre 170 ppm et 510 ppm de vitamine C (soit à des concentrations de 0,05 % et de 0,15 % en poids de poudre rapporté au poids de la préparation de viande fraîche, respectivement). Les préparations ont été conditionnées sous vide sous forme de portions de 80 g de type « steaks hachés », cuites et stockées à 4°C jusqu'à 4 semaines. Le taux de nitrites présent dans les préparations de viande a été analysé régulièrement au cours du stockage. Le graphique de la Figure 4 présente les résultats obtenus au terme des 4 semaines de stockage.

Les essais réalisés démontrent la relation linéaire entre le pourcentage de réduction du taux de nitrites résiduels et la quantité de poudre de l'invention incorporée à la matrice. Or, un moindre taux de nitrites résiduels est associé à un niveau moindre de formation de nitrosamines in vivo et donc à un risque moins élevé de développement de cancers du système digestif.

Revendications

1. Poudre constituée de 0,5 à 8 % en poids d'eau et d'une matière sèche constituée de 88 à 95 % en poids d'un extrait sec de fruit d'acérola et de 5 à 12 % en poids d'hydroxyde ou de carbonate de magnésium, calcium, zinc, sodium ou potassium.

2. Poudre selon la revendication 1, contenant une teneur en vitamine C d'origine naturelle de 30 à 40 % en poids par rapport au poids total de la poudre.

3. Poudre selon la revendication 2, contenant une teneur en vitamine C d'origine naturelle de 34 % ± 3 %, en particulier 34 % ± 2 %.

4. Poudre selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par un pH variant de 4 à 8, préférentiellement de 4,5 à 6.

5. Poudre selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant moins de 5 % en poids d'eau, préférentiellement de 1 à 3 %.

6. Procédé de préparation d'une poudre selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant les étapes suivantes :
   (i) mélange de jus de fruit d'acérola, d'hydroxyde ou de carbonate de magnésium, calcium, zinc, sodium ou potassium et d'eau,
   (ii) séchage jusqu'à une teneur en eau de moins de 8 % en poids, et
   (iii) tamisage.

7. Procédé selon la revendication 6 dans lequel le séchage est réalisé par atomisation.

8. Additif ou ingrédient alimentaire comprenant une poudre selon l'une quelconque des revendications 1 à 5.

9. Additif ou ingrédient alimentaire selon la revendication 8 destiné aux produits de charcuterie.

10. Aliment ou composition alimentaire comprenant une poudre selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 ou un additif ou ingrédient alimentaire selon l'une quelconque des revendications 8 à 9.

11. Aliment ou composition alimentaire selon la revendication 10 caractérisé en ce qu'il s'agit d'une boisson, un produit de boulangerie, un produit céréalier, une soupe, une sauce, un snack, un plat préparé, un produit transformé à base de fruits ou un produit de charcuterie.

12. Utilisation d'une poudre selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 pour remplacer l'acide ascorbique et/ou ses dérivés dans les produits alimentaires.

13. Utilisation selon la revendication 12 pour remplacer l'érythorbate dans des produits de charcuterie

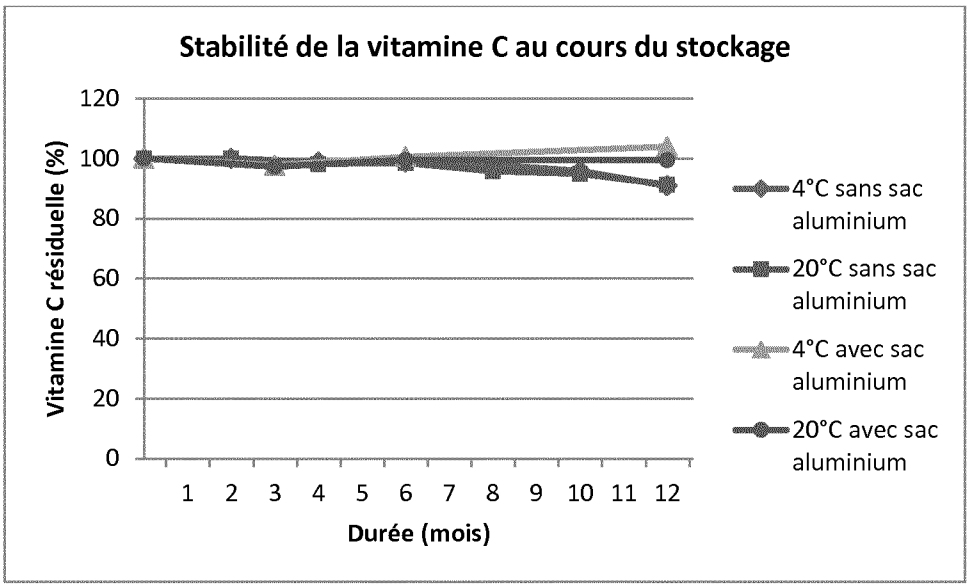

Stabilité de la vitamine C au cours du stockage
Vitamine C résiduelle (%)
120
100
80
60
40
20
0
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12
Durée (mois)
4°C sans sac aluminium
20°C sans sac aluminium
4°C avec sac aluminium
20°C avec sac aluminium

Fig. 1

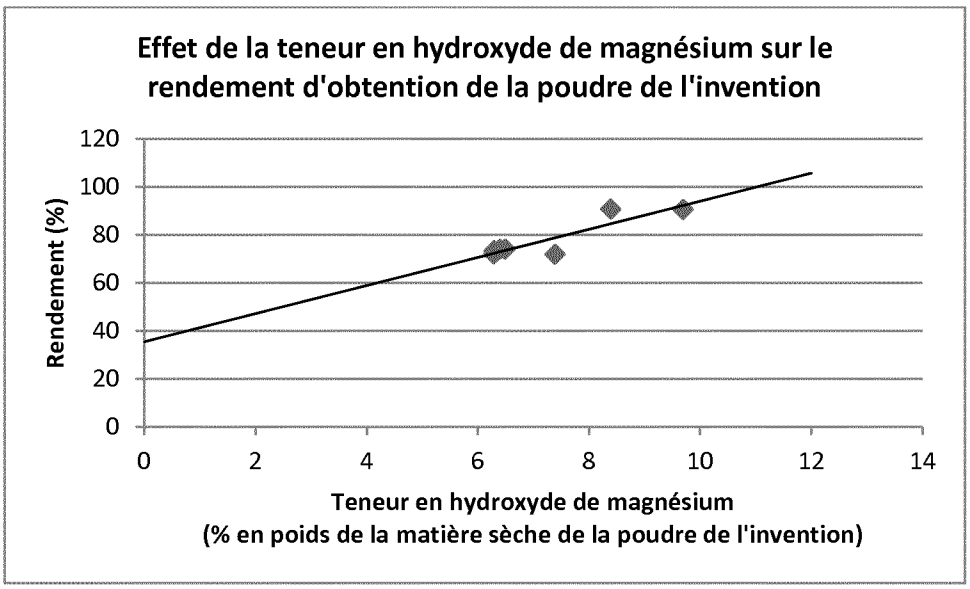

Effet de la teneur en hydroxyde de magnésium sur le rendement d'obtention de la poudre de l'invention
Rendement (%)
120
100
80
60
40
20
0
0 2 4 6 8 10 12 14
Teneur en hydroxyde de magnésium
(% en poids de la matière sèche de la poudre de l'invention)

Fig. 2

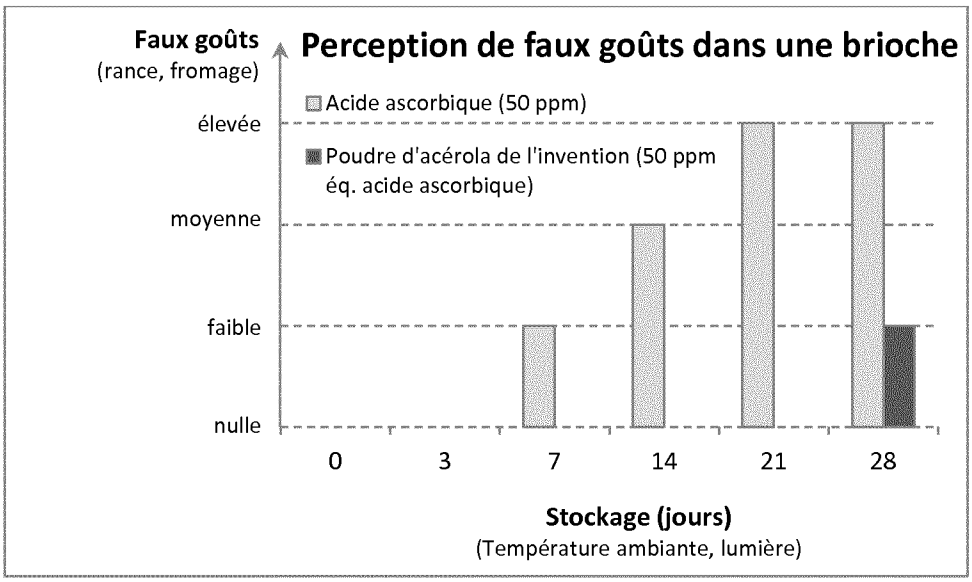

Perception de faux goûts dans une brioche
Faux goûts
(rance, fromage)
élevée
moyenne
faible
nulle
Acide ascorbique (50 ppm)
Poudre d'acérola de l'invention (50 ppm éq. acide ascorbique)
0
3
7
14
21
28
Stockage (jours)
(Température ambiante, lumière)

Fig. 3

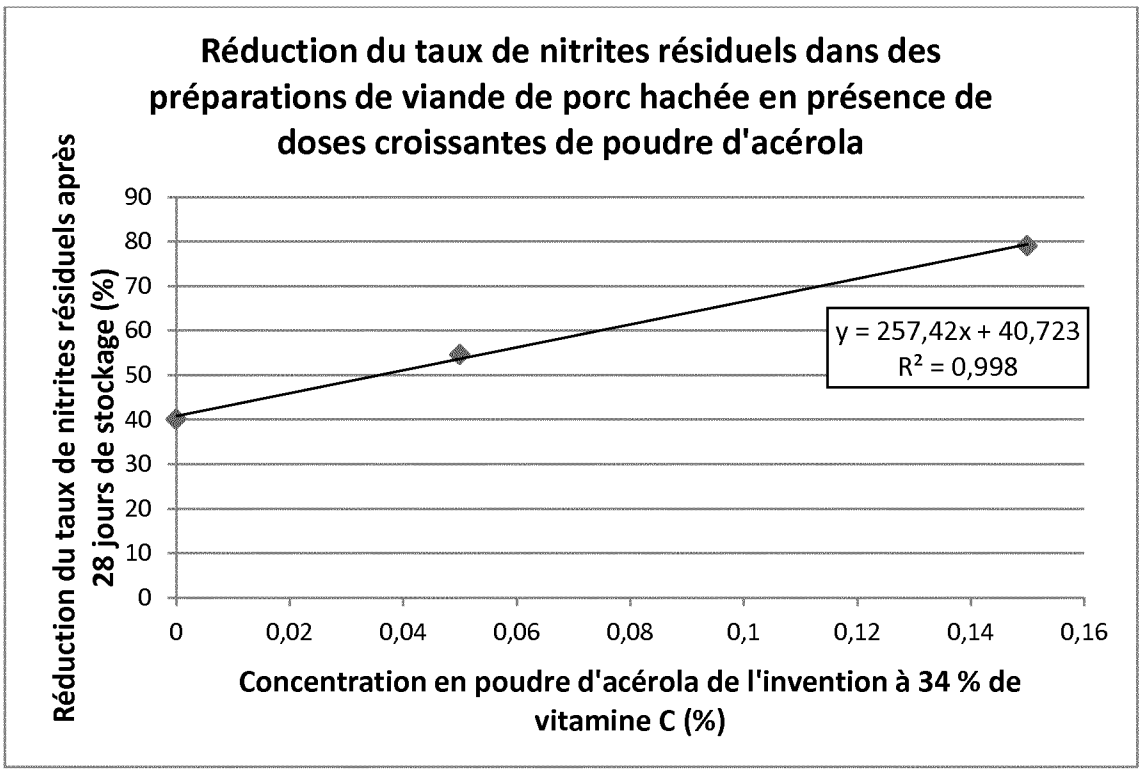

Réduction du taux de nitrites résiduels dans des préparations de viande de porc hachée en présence de doses croissantes de poudre d'acérola
Réduction du taux de nitrites résiduels après 28 jours de stockage (%)
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
y = 257,42x + 40,723
R² = 0,998
0
0,02
0,04
0,06
0,08
0,1
0,12
0,14
0,16
Concentration en poudre d'acérola de l'invention à 34 % de vitamine C (%)

Fig. 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2013/078020

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. A23L1/30 A23L1/304 A23L1/317 A23L2/52
ADD.

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)
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, FSTA, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	"Acerola poudre", Xanthis , XP002712222, Retrieved from the Internet: URL:http://www.xantis.fr/08-complements-alimentaires-naturels-super-aliments/1017-acerola-poudre-bio-sol-semilla-3760213862068.html [retrieved on 2013-08-26] the whole document	1-3,5,8, 10,11
X	US 3 086 915 A (PHILIP MORSE) 23 April 1963 (1963-04-23) claim 1; examples 1-2	1,4-6,8, 10-12

-/--

X Further documents are listed in the continuation of Box C.

X See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
21 January 2014	27/01/2014

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Fischer, J

1

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2013/078020

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	SUTER M ET AL: "Saucisses de Lyon : Fabrication sans additifs dotés de numéros E et avec une teneur réduite en sel - [Lyon sausage. Production with no dated E-number additives and low salt content]", VIANDES ET PRODUITS CARNES, AUBIERE, FR, vol. 26, no. 6, 1 January 2007 (2007-01-01), pages 189-192, XP008149557, ISSN: 0241-0389 the whole document	12,13
A	DATABASE FSTA [Online] INTERNATIONAL FOOD INFORMATION SERVICE (IFIS), FRANkFURT-MAIN, DE; HAEUSSLER R: "Combination of different foods. (translated)", XP002712223, Database accession no. FS-2008-09-Sr2351 the whole document & VIANDES PROD. CARNES, vol. 88, no. 5, 2007, page 54, FLEISCHWIRTSCHAFT 2008 VAN HEES GMBH, KURT-VAN-HEES STR. 1, 65396 WALLUF, GERMANY	8-13
A	DE 10 2009 037055 A1 (KIELKOPF HARTMUT [DE]) 24 February 2011 (2011-02-24) the whole document	8-13
A	"Acerola bio 500", Laboratoire Phyto Actif , 2012, XP002712224, Retrieved from the Internet: URL:http://www.phyto-actif.com/fr/3-acerola-bio-500-3700067370029.html [retrieved on 2013-08-26] the whole document	1,8, 10-12

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/EP2013/078020

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 3086915 A	23-04-1963	NONE	
DE 102009037055 A1	24-02-2011	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/EP2013/078020

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. A23L1/30 A23L1/304 A23L1/317 A23L2/52
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)
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, FSTA, CHEM ABS 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	"Acerola poudre", Xanthis , XP002712222, Extrait de l'Internet: URL:http://www.xantis.fr/08-complements-alimentaires-naturels-super-aliments/1017-acerola-poudre-bio-sol-semilla-3760213862068.html [extrait le 2013-08-26] le document en entier	1-3,5,8, 10,11

X	US 3 086 915 A (PHILIP MORSE) 23 avril 1963 (1963-04-23) revendication 1; exemples 1-2	1,4-6,8, 10-12

	-/--	

[X] Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

[X] 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
21 janvier 2014	27/01/2014

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	Fischer, J

1

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	SUTER M ET AL: "Saucisses de Lyon : Fabrication sans additifs dotés de numéros E et avec une teneur réduite en sel - [Lyon sausage. Production with no dated E-number additives and low salt content]", VIANDES ET PRODUITS CARNES, AUBIERE, FR, vol. 26, no. 6, 1 janvier 2007 (2007-01-01), pages 189-192, XP008149557, ISSN: 0241-0389 le document en entier	12,13
A	DATABASE FSTA [Online] INTERNATIONAL FOOD INFORMATION SERVICE (IFIS), FRANkFURT-MAIN, DE; HAEUSSLER R: "Combination of different foods. (translated)", XP002712223, Database accession no. FS-2008-09-Sr2351 le document en entier & VIANDES PROD. CARNES, vol. 88, no. 5, 2007, page 54, FLEISCHWIRTSCHAFT 2008 VAN HEES GMBH, KURT-VAN-HEES STR. 1, 65396 WALLUF, GERMANY	8-13
A	DE 10 2009 037055 A1 (KIELKOPF HARTMUT [DE]) 24 février 2011 (2011-02-24) le document en entier	8-13
A	"Acerola bio 500", Laboratoire Phyto Actif , 2012, XP002712224, Extrait de l'Internet: URL:http://www.phyto-actif.com/fr/3-acerola-bio-500-3700067370029.html [extrait le 2013-08-26] le document en entier	1,8, 10-12

1

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°
PCT/EP2013/078020

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 3086915 A	23-04-1963	AUCUN	
DE 102009037055 A1	24-02-2011	AUCUN	