



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2002/06/26  
 (87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2003/01/03  
 (85) Entrée phase nationale/National Entry: 2003/12/17  
 (86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2002/002215  
 (87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2003/000936  
 (30) Priorité/Priority: 2001/06/26 (01/08406) FR

(51) Cl.Int.<sup>7</sup>/Int.Cl.<sup>7</sup> C13F 1/02, A23P 1/02, B01D 1/18,  
B01J 2/00  
 (71) Demandeur/Applicant:  
BEGHIN-SAY, FR  
 (72) Inventeur/Inventor:  
WONG, EMILE, FR  
 (74) Agent: GOUDREAU GAGE DUBUC

(54) Titre : PROCEDE DE SECHAGE D'UNE SOLUTION DE SACCHAROSE, PRODUIT TEL QU'OBTENU ET SON  
UTILISATION

(54) Title: METHOD FOR DRYING A SACCHAROSE SOLUTION, PRODUCT THUS OBTAINED AND USE THEREOF

(57) **Abrégé/Abstract:**

L'invention concerne une composition pulvérulente de sucre compressible présentant une densité apparente supérieure à environ 0,5, et notamment comprise d'environ 0,6 à environ 0,8, et de préférence égale à environ 0,6, ladite composition étant constituée de particules se présentant sous forme creuse. L'invention concerne également un procédé de préparation d'une composition de sucre compressible, comprenant une étape de séchage par atomisation d'une solution initiale de saccharose additionnée d'au moins un agent anti-cristallisant, dans lequel la solution initiale de saccharose a une teneur en saccharose inférieure au taux de saturation, et présente avantageusement un taux de matières sèches d'environ 60% en poids, par rapport au poids total de la composition.

(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 janvier 2003 (03.01.2003)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 03/000936 A1(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> : C13F 1/02,  
A23P 1/02, B01J 2/00, B01D 1/18(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR02/02215

(22) Date de dépôt international : 26 juin 2002 (26.06.2002)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
01/08406 26 juin 2001 (26.06.2001) FR(81) États désignés (*national*) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,  
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,  
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,  
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,  
MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI,  
SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN,  
YU, ZA, ZM, ZW.(84) États désignés (*régional*) : brevet ARIPO (GH, GM, KE,  
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet  
eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet  
européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR,  
IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), brevet OAPI (BF, BJ,  
CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN,  
TD, TG).(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*) :  
BEGHIN-SAY [FR/FR]; 12, rue Joseph Béghin, F-59239  
Thumeries (FR).

(72) Inventeur; et

(75) Inventeur/Déposant (*pour US seulement*) : WONG,  
Emile [FR/FR]; Les Anciennes Ecuries, Rue de Saint-Di-  
dier, F-01700 Neyron (FR).(74) Mandataires : GROSSET-FOURNIER, Chantal etc.;  
Grosset-Fournier & Demachy SARL, 20, rue de Maubeuge,  
F-75009 Paris (FR).

## Déclaration en vertu de la règle 4.17 :

— *relative au droit du déposant de revendiquer la priorité  
de la demande antérieure (règle 4.17.iii)) pour toutes les  
désignations*

## Publiée :

— *avec rapport de recherche internationale**En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrévia-  
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et  
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de  
la Gazette du PCT.*

(54) Title: METHOD FOR DRYING A SACCHAROSE SOLUTION, PRODUCT THUS OBTAINED AND USE THEREOF

(54) Titre : PROCEDE DE SECHAGE D'UNE SOLUTION DE SACCHAROSE, PRODUIT TEL QU'OBTENU ET SON UTILI-  
SATION

(57) Abstract: The invention relates to a compressible, powdery sugar composition having an apparent density of more than 0.5, especially 0.6 and approximately 0.8, preferably equal to 0.6, said composition consisting of hollow particles. The invention also relates to a method for preparing a compressible sugar solution, comprising a drying stage involving the atomization of an initial saccharose solution with at least one added anti-crystallizing agent, wherein the saccharose content of the initial saccharose solution is lower than the saturation rates, advantageously exhibiting a dry matter rate of approximately 60 wt. % in relation to the total weight of the composition.

(57) Abrégé : L'invention concerne une composition pulvérulente de sucre compressible présentant une densité apparente supérieure à environ 0,5, et notamment comprise d'environ 0,6 à environ 0,8, et de préférence égale à environ 0,6, ladite composition étant constituée de particules se présentant sous forme creuse. L'invention concerne également un procédé de préparation d'une composition de sucre compressible, comprenant une étape de séchage par atomisation d'une solution initiale de saccharose additionnée d'au moins un agent anti-cristallisant, dans lequel la solution initiale de saccharose a une teneur en saccharose inférieure au taux de saturation, et présente avantageusement un taux de matières sèches d'environ 60% en poids, par rapport au poids total de la composition.



WO 03/000936 A1

## PROCÉDÉ DE SÉCHAGE D'UNE SOLUTION DE SACCHAROSE, PRODUIT TEL QU'OBTENU ET SON UTILISATION

L'invention concerne un procédé de séchage d'une solution de saccharose, ainsi que le produit obtenu selon ledit procédé. L'invention concerne également l'utilisation dudit produit, par exemple, pour la préparation de comprimés et de confiseries.

Le séchage d'une solution de saccharose peut être effectué par atomisation, procédé bien connu de l'art antérieur.

A ce titre, on peut citer le brevet GB 1,350,098 qui concerne un procédé de séchage par atomisation pour l'obtention de particules pulvérulentes à partir de solutions-mères, et notamment à partir de solutions de saccharose. Le procédé utilisé dans ce brevet nécessite le maintien en suspension de petits cristaux dans la solution et permet l'obtention d'un sucre non compressible.

Le brevet GB 1,240,691 concerne un procédé de production d'une composition de sucre solide non compressible qui comprend le séchage par atomisation d'un sirop de saccharose avec un taux de sucre inverti inférieur à 10% en masse et un taux en cendres inorganiques inférieur à 4% en masse. Dans ce procédé, les gouttes du sirop atomisé sont séchées par de l'air chaud. Le sirop de départ utilisé dans ce procédé est très concentré et au-delà de la saturation. Le recyclage de la poudre comme amorce de la cristallisation est important. Par ailleurs, le pourcentage d'humidité résiduelle du produit obtenu est supérieur à 1%.

Actuellement, les principaux sucres directement compressibles du marché sont le Dipac<sup>®</sup>, le Nutab<sup>®</sup> et l'Alvéo-sucre<sup>®</sup>.

Le Dipac<sup>®</sup> est obtenu par concentration d'une solution de sucre contenant des additifs. Le procédé d'obtention de ce sucre consiste à solidifier, par brassage mécanique, une solution sursaturée en saccharose. Les cristaux qui apparaissent dans la solution s'agglomèrent entre eux au fur et à mesure que la pâte se solidifie. Il s'agit donc d'un phénomène d'agglomération in situ de cristaux.

Le Nutab<sup>®</sup> est obtenu par compactage d'un mélange de poudre de sucre, de sucre inverti et d'amidon.

Quant à l'Alvéo-sucre<sup>®</sup>, il est obtenu par granulation humide d'un mélange de sucre et de maltodextrines.

L'un des aspects de la présente invention est de fournir un sucre avec des performances améliorées par rapport à celles des sucres de l'art antérieur, permettant d'obtenir des comprimés nécessitant des forces de compression et des forces d'éjection plus faibles que celles utilisées avec les comprimés obtenus à partir des sucres compressibles de l'art antérieur, tout en utilisant la même quantité de lubrifiant.

L'un des aspects de la présente invention est de fournir un sucre directement compressible, obtenu par un procédé de séchage par atomisation, ledit procédé étant effectué avec des appareils classiques d'atomisation et ne nécessitant donc pas une installation spécifique, contrairement au procédé d'obtention de certains sucres directement compressibles de l'art antérieur.

L'un des autres aspects de la présente invention est de fournir un sucre directement compressible, possédant des propriétés d'écoulement favorables à la compression.

L'un des autres aspects de la présente invention est de fournir un procédé de séchage d'une solution de saccharose qui permet de passer d'un état liquide à un état pulvérulent et sec, rendant le sucre prêt à l'emploi et qui permet de varier la distribution granulométrique des particules formant la composition de sucre, selon les conditions d'atomisation, et de contrôler la taille des cristaux obtenus, qui constituent les particules de la composition de sucre.

Selon son aspect le plus général, l'invention concerne une composition pulvérulente de sucre compressible, constituée de particules se présentant sous forme creuse.

L'invention concerne une composition pulvérulente de sucre compressible présentant une densité apparente supérieure à environ 0,5, et notamment comprise d'environ 0,6 à environ 0,8, et de préférence égale à environ 0,6, ladite composition étant constituée de particules se présentant sous forme creuse.

L'expression "composition pulvérulente de sucre" désigne des cristaux secs de sucre agglomérés en particules, elles-mêmes pouvant être agglomérées entre elles.

L'expression "compressible" désigne l'aptitude d'une poudre à donner des comprimés de taille, de forme et de poids régulier en sortie d'une comprimeuse.

Un sucre directement compressible est un sucre sous forme pulvérulente qui permet la fabrication de comprimés. Il est obtenu selon les étapes suivantes : la composition pulvérulente est mélangée avec les autres ingrédients (arômes, colorants,

principes actifs, lubrifiants...) puis les comprimés sont produits en comprimant le mélange mentionné obtenu précédemment en trois phases (précompression – compression – éjection).

5 La composition pulvérulente de sucre obtenue selon l'invention est compressible, elle peut donc être utilisée pour la préparation de comprimés. Cependant, cette propriété de la composition de sucre ne limite en aucun cas son utilisation à la fabrication de comprimés.

10 L'expression "densité apparente" désigne la densité mesurée de la poudre ; il s'agit donc du rapport entre la masse de la poudre et le volume occupé par la poudre. Cette densité apparente s'oppose à la densité vraie de la poudre, qui correspond au rapport entre la masse de la poudre et le volume complètement rempli par ladite poudre sans volume d'air. On appelle degré de compactage d'une poudre le rapport entre la densité du comprimé et la densité vraie de la poudre.

15 Cette densité apparente peut être mesurée par la pesée d'un volume connu de poudre.

La composition de sucre selon l'invention présente une densité apparente supérieure à celle des sucres non compressibles de l'art antérieur, obtenus par séchage par atomisation, qui présentent une densité relativement faible, de l'ordre de 0,45.

20 Ceci permet de réduire la course des poinçons de la comprimeuse pendant la phase de compression et de diminuer la taille des alvéoles de la comprimeuse.

L'invention concerne une composition pulvérulente de sucre telle que définie ci-dessus, comprenant :

- du saccharose à raison d'environ 90% à environ 99% en poids, par rapport au poids total de la composition,
- 25 – au moins un agent anti-cristallisant à raison d'environ 1% à environ 10% en poids, par rapport au poids total de la composition,
- et éventuellement des additifs choisis parmi des arômes, des colorants ou des principes actifs.

30 L'agent anti-cristallisant est un liant qui permet de coller les cristaux de sucre entre eux. Il interfère avec le saccharose et ralentit la vitesse de cristallisation de celui-ci. Si la quantité d'agent anti-cristallisant est trop importante, le temps de séchage est plus important et la composition pulvérulente obtenue colle aux parois du dispositif de séchage.

L'agent anti-cristallisant présente en outre l'avantage d'augmenter la solubilité des composants de la solution de saccharose.

Dans la définition de l'agent anti-cristallisant, on exclut les édulcorants intenses tels que l'aspartame.

5 L'invention concerne une composition pulvérulente de sucre telle que définie ci-dessus, caractérisée en ce que l'agent anti-cristallisant est choisi parmi le sucre inverti, les maltodextrines, les monosaccharides, les oligosaccharides et les polyols.

Comme agents anti-cristallisants, on utilise principalement le sucre inverti et le raffinose, qui est un oligosaccharide, ces deux composés étant connus pour leur capacité à ralentir la vitesse de cristallisation du saccharose (Beet Sugar Technology, 3<sup>rd</sup> Edition, 10 publié par Beet Sugar Development Foundation, 1982), ainsi que les maltodextrines.

L'invention concerne également une composition pulvérulente de sucre telle que définie ci-dessus, comprenant un agent lubrifiant choisi parmi des corps gras, tels que le stéarate de magnésium, l'acide stéarique, ou parmi les composés suivants : benzoate de sodium et silice colloïdale, à raison d'environ 0,1% à environ 1% par rapport au poids 15 total de la composition.

L'agent lubrifiant sert à éviter le collage entre le comprimé obtenu après compression de la composition pulvérulente de sucre susmentionnée et les éléments de la compresseuse utilisée pour fabriquer les comprimés. Il permet donc de réduire les frottements pendant la phase d'éjection du comprimé mais il a un impact négatif sur la 20 cohésion, c'est-à-dire sur la dureté du comprimé.

On utilise un agent lubrifiant uniquement dans le cadre de la compression de la composition pulvérulente selon l'invention. L'ajout du lubrifiant permet au comprimé obtenu de mieux glisser : il est donc plus facile de le récupérer. Il est mélangé avec la 25 composition pulvérulente selon l'invention mais n'est pas présent dans la solution initiale de saccharose. Ce composé est peu soluble dans la solution et s'il était présent dans la solution, il perturberait la formation de la poudre.

Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, la composition pulvérulente de sucre selon l'invention, telle que définie ci-dessus, est caractérisée en ce 30 qu'elle est susceptible d'être comprimée, la dureté de la poudre comprimée obtenue à partir de la composition pulvérulente étant supérieure à environ 2 MPa, ladite dureté étant mesurée pour une force de compression supérieure à environ 10 kN, et

la poudre comprimée répondant à une force d'éjection comprise d'environ 80 à environ 180 N, et de préférence égale à 150 N, ladite force d'éjection étant mesurée pour une force de compression comprise d'environ 15 à environ 20 kN.

Pour fixer les idées, la dureté peut être comprise d'environ 2 à environ 5 MPa.  
5 Dans ce qui précède et ce qui suit, la dureté correspond à la résistance.

La dureté des comprimés obtenus est mesurée selon la méthode décrite dans la pharmacopée européenne, chapitre 2.9.8 (1997).

Le mécanisme utilisé pour comprimer la composition de sucre selon l'invention est une comprimeuse constituée de deux poinçons, un poinçon inférieur et un poinçon supérieur, et la poudre est comprimée entre ces deux poinçons.  
10

La force d'éjection est alors la force qu'il faut appliquer au poinçon inférieur pour libérer le comprimé.

Les valeurs mesurées avec les poudres de l'invention sont indiquées sur des courbes et comparées sur les mêmes courbes aux valeurs obtenues avec les poudres de l'art antérieur (voir figures 6 à 9). La dureté de la poudre comprimée obtenue selon l'invention est mesurée selon le test normalisé mentionné ci-dessus et les forces d'éjection sont des valeurs enregistrées sur les poinçons inférieurs de la comprimeuse mentionnée ci-dessous.  
15

On constate que les comprimés obtenus à partir de la composition pulvérulente selon l'invention présentent une dureté moyenne supérieure de 80% à celle des comprimés obtenus à partir de sucre directement compressible Dipac<sup>®</sup> et une force d'éjection inférieure de 50% à celle des comprimés obtenus à partir de sucre directement compressible Dipac<sup>®</sup>.  
20

L'invention concerne également une composition pulvérulente de sucre telle que définie ci-dessus, caractérisée en ce qu'elle présente un taux d'humidité résiduelle égal ou inférieur à 1% en poids, par rapport au poids total de la composition.  
25

Ce taux d'humidité résiduelle est mesuré par un dosage Karl Fischer.

Un taux d'humidité résiduelle, égal ou inférieur à 1%, correspond au taux d'humidité d'équilibre de la poudre obtenue dans les conditions atmosphériques normales (20-30°C, 50-60% d'hygrométrie relative).  
30

Si le taux d'humidité résiduelle est supérieur à 1%, cette poudre plus humide est instable et a tendance à perdre de l'humidité pour atteindre son humidité d'équilibre.

L'invention concerne également une particule entrant dans la constitution de la composition de sucre telle que définie ci-dessus, caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme creuse et dont la surface est constituée essentiellement d'un squelette formé de deux types de cristaux, ledit squelette étant composé d'un premier type de cristaux formant des interstices dans lesquels sont situés les cristaux constituant le deuxième type de cristaux, la taille des cristaux du premier type de cristaux étant notamment supérieure à environ 5  $\mu\text{m}$ , et comprise notamment d'environ 10 à environ 30  $\mu\text{m}$ , et la taille des cristaux du deuxième type de cristaux étant inférieure à 5  $\mu\text{m}$ , et notamment inférieure à 1  $\mu\text{m}$ , et avantageusement comprise d'environ 0,1  $\mu\text{m}$  à environ 2  $\mu\text{m}$ .

L'observation détaillée de la structure des particules de formes sphériques creuses entrant dans la composition de sucre selon l'invention montre que la structure fine desdites particules est constituée d'une ossature de cristaux de taille supérieure à environ 15  $\mu\text{m}$ , environnée de cristaux beaucoup plus fins, de taille inférieure à environ 5  $\mu\text{m}$  (voir figure 4).

La présence d'agent anti-cristallisant permet la formation de cette structure, et notamment la présence des cristaux de petite taille.

L'invention concerne également des granules constitués par des particules telles que définies ci-dessus, agglomérées entre elles, lesdits granules ayant une taille moyenne comprise d'environ 40 à environ 350  $\mu\text{m}$ .

Lesdits granules sont donc constitués de particules qui forment la composition pulvérulente de sucre selon l'invention.

L'invention concerne également un procédé de préparation d'une composition de sucre compressible, comprenant une étape de séchage par atomisation d'une solution initiale de saccharose additionnée d'au moins un agent anti-cristallisant, dans lequel la solution initiale de saccharose a une teneur en saccharose inférieure au taux de saturation, et présente avantageusement un taux de matières sèches d'environ 60% en poids.

On désigne par taux de saturation de la solution le rapport entre la concentration en saccharose et la limite de solubilité du saccharose dans l'eau à la température considérée.

Lorsque le taux de saturation de la solution est égal à 1, la limite de solubilité du saccharose est atteinte ; lorsque cette valeur est supérieure à 1, la solution est dans un état métastable et la solution de saccharose est sursaturée.

Le taux de matières sèches d'un produit correspond au pourcentage d'extrait sec dudit produit. Pour les sirops de sucres, ce taux est généralement exprimé en degrés Brix, et correspond à la masse d'extrait sec en g pour 100 g de solution.

5 Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, le procédé, tel que défini ci-dessus, est caractérisé en ce que l'agent anti-cristallisant est choisi parmi les monosaccharides, les oligosaccharides et les polysaccharides, ou est un mélange de sucre inverti et de maltodextrines.

10 On peut citer comme monosaccharides le glucose et le fructose, comme oligosaccharides le maltose, le lactose, le raffinose, les malto-oligosaccharides et les fructo-oligosaccharides, et comme polysaccharides la gomme arabique, les glucanes, les galactomananes, les galactanes et les fructanes.

15 Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, le procédé, tel que défini ci-dessus, est caractérisé en ce qu'une partie de la composition de sucre obtenue est recyclée comme amorce de cristallisation, en quantité inférieure à environ 60% en poids, de préférence inférieure à environ 30%, par rapport au poids total de la composition.

20 L'expression "amorce de cristallisation" ou semences désigne les cristaux qui permettent la cristallisation du saccharose, par contact avec la poudre en cours de séchage, cette poudre étant plutôt amorphe. Cette amorce de cristallisation permet d'obtenir un solide sec et stable.

L'expression "une partie de la composition de sucre" désigne la fraction de poudre produite par séchage qui doit être recyclée pour le bon fonctionnement du séchage. Plus il y a de germes, plus la cristallisation est rapide par multiplication du nombre de cristaux induits.

25 Plus on recycle de poudre, plus le séchage des gouttelettes de la solution est rapide.

Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, le procédé, tel que défini ci-dessus, comporte les principales étapes suivantes :

- 30 – l'atomisation en gouttes fines d'une solution de saccharose, contenant au moins un agent anti-cristallisant, sous un flux de composition de sucre recyclée, ladite composition de sucre recyclée servant d'amorce de cristallisation,
- le séchage des gouttes ainsi obtenues par de l'air chaud, conduisant à l'obtention de particules creuses,

– la maturation des particules creuses obtenues à l'étape précédente, consistant en la poursuite du séchage, jusqu'à l'obtention d'une humidité résiduelle inférieure à 1% en poids, par rapport au poids total de la composition de sucre.

L'expression "solution de saccharose" désigne la solution initiale dans laquelle le saccharose représente de 90 à 99% des matières sèches.

Par "atomisation en gouttes fines", on désigne la transformation de la solution de saccharose en gouttelettes au moyen de buses ou de turbines.

L'étape de séchage consiste à sécher les gouttes formées par atomisation lors de l'étape précédente en particules solides avec un courant d'air chaud.

L'air chaud utilisé pour sécher les gouttes obtenues à l'étape correspondant à l'atomisation est à une température de 120 à 200°C. La température d'entrée de l'air chaud doit être fixée en fonction du débit de la solution de saccharose introduite. Plus le débit est élevé, plus la température doit être élevée en raison d'un plus fort besoin d'énergie thermique pour effectuer le séchage.

La température de sortie de la composition pulvérulente est d'environ 85°C.

Par "maturation", on désigne la poursuite du séchage jusqu'à l'obtention de l'humidité résiduelle se rapprochant de l'humidité d'équilibre dans les conditions de stockage normales du produit.

Si le taux d'humidité résiduelle est supérieur à 1%, le produit obtenu est un produit instable qui continue à perdre de l'eau, et cette eau peut se condenser sur n'importe quelle paroi plus froide. Ce phénomène entraîne en général un mottage.

Cette caractéristique est fondamentale car elle va conditionner l'aptitude de la poudre à rester pulvérulente et à conserver sa fluidité. Pour une poudre à compression directe, ce paramètre va influencer directement sur la régularité en poids et en densité des comprimés. Ainsi, une poudre trop humide va augmenter très rapidement les forces d'éjection des comprimés et l'encrassement des équipements.

L'invention concerne également le procédé tel que défini ci-dessus, dans lequel on utilise un agent initial servant d'amorce de cristallisation, notamment le sucre glace.

Par "agent initial servant d'amorce de cristallisation", on désigne un composé qui sert à initier la cristallisation lors du séchage, tant que l'on ne dispose pas encore de poudre obtenue selon le procédé de l'invention.

Comme agent de cristallisation, on utilise notamment du sucre glace ou tout autre cristal de sucre très fin, composé de cristaux de taille inférieure à 200 µm.

L'invention concerne également le procédé tel que défini ci-dessus, dans lequel on supprime le sucre glace utilisé comme amorce de cristallisation, lorsqu'on a obtenu la composition de sucre en quantité suffisante pour être utilisée en partie comme amorce de cristallisation.

5 On se débarrasse généralement des compositions pulvérulentes de sucre contenant environ plus de 10% d'agent d'amorce de cristallisation, par exemple le sucre glace.

L'invention concerne également le procédé tel que défini ci-dessus, dans lequel on supprime l'utilisation du sucre glace lorsque la quantité de sucre obtenue est environ au moins égale à cinq fois la quantité de sucre glace initialement utilisé comme amorce de cristallisation.

10 L'invention concerne également une composition pulvérulente de sucre compressible telle qu'obtenue par le procédé tel que défini ci-dessus.

L'invention concerne également l'utilisation d'une composition pulvérulente de sucre compressible telle que définie ci-dessus, pour la préparation de comprimés ou de confiseries.

### DESCRIPTION DES FIGURES

20 La **Figure 1** représente un schéma de principe du procédé selon l'invention. Le rectangle A correspond à la solution initiale, dont la température est comprise entre 50 et 90°C, comprenant du saccharose et au moins un agent anti-cristallisant, ladite solution initiale présentant un pourcentage en matières sèches compris entre 50 et 70%. Le rectangle B correspond au produit final, c'est-à-dire la poudre ou composition  
25 pulvérulente séchée, obtenue selon le procédé de la présente invention. Le cercle 1 correspond à l'étape d'atomisation du procédé selon la présente invention, le cercle 2 à l'étape de séchage, le cercle 3 à l'étape de maturation et le cercle 4 à l'étape de recyclage de la poudre comme amorce de cristallisation. Le rectangle C correspond à l'entrée de l'air utilisé lors de l'étape de séchage, à une température comprise entre 120 et 200°C et le rectangle D à la sortie de l'air après l'étape de séchage, à une température  
30 comprise entre 80 et 95°C. Le rectangle E correspond à l'entrée de l'air utilisé lors de l'étape de maturation, à une température comprise entre 40 et 60°C et le rectangle F à la

sortie de l'air après cette étape de maturation, à une température comprise entre 35 et 60°C.

La **Figure 2** représente un schéma d'une tour de séchage MSD (sécheur à effets multiples).

Le rectangle A correspond à l'étape d'addition du mélange initial, comprenant du saccharose et au moins un agent anti-cristallisant, cette étape étant suivie par l'étape d'atomisation correspondant au rectangle B, et des étapes de recyclage de la poudre et de recyclage des particules fines, correspondant respectivement aux rectangles C et D. L'étape d'atomisation (rectangle B) a lieu dans la tour de séchage (cercle 1) et les particules obtenues sont récupérées dans le premier lit fluidisé (cercle 2), le cercle 3 représentant l'entrée de l'air utilisé dans ce premier lit fluidisé. Le produit sortant de ce premier lit fluidisé est mûré dans un second lit fluidisé (cercle 4), le cercle 5 correspondant à l'entrée de l'air dans ce deuxième lit fluidisé et le cercle 6 à sa sortie. Le cercle 7 représente l'entrée de l'air dans la tour de séchage (cercle 1). Les particules fines à recycler (rectangle D) sont récupérées dans le cyclone, correspondant au cercle 8, le cercle 9 correspondant à la sortie de l'air hors dudit cyclone.

La **Figure 3** représente une image sous un microscope électronique à balayage d'une particule d'une composition pulvérulente de sucre obtenue par le procédé selon l'invention à partir de saccharose pur.

La flèche A représente de gros cristaux de taille supérieure à 5  $\mu\text{m}$ .

La **Figure 4** représente une image sous un microscope électronique à balayage d'une particule d'une composition pulvérulente de sucre obtenue par le procédé selon l'invention à partir d'un mélange comprenant 95% de saccharose, 2,5% de sucre inverti et 2,5% de maltodextrines.

La flèche A représente de gros cristaux de taille supérieure à 5  $\mu\text{m}$  et la flèche B indique des petits cristaux de taille inférieure à 5  $\mu\text{m}$ .

La **Figure 5** représente une image sous un microscope électronique à balayage d'une particule d'une composition pulvérulente de sucre obtenue par le procédé selon

l'invention à partir d'un mélange comprenant 95% de saccharose et 5% de sirop de glucose.

La flèche A représente de gros cristaux de taille supérieure à 5  $\mu\text{m}$  et la flèche B indique des petits cristaux de taille inférieure à 5  $\mu\text{m}$ .

5

Les Figures 6 à 9 présentent les caractéristiques de comprimés obtenus selon le mécanisme suivant :

Avant la phase de compression, les poudres sont mélangées à 0,5% ou 0,25% de stéarate de magnésium (agent lubrifiant) pendant trois minutes dans un mélangeur Gerike dans des conditions climatiques identique pour toutes les poudres.

10

On utilise une machine à comprimer Korsch de modèle PH103/DMS, qui comprend trois poinçons. La vitesse de rotation du carrousel portant les poinçons peut atteindre 80 tpm et les forces de compression peuvent atteindre 30 kN.

15

Cette machine comprend un système d'acquisition des forces de compression et d'éjection.

Pour des comprimés ronds, plats et de diamètre 11 mm, le protocole de compression est le suivant :

Poudres fabriquées	Vitesse de rotation (tpm)	40
	Forces (kN)	5 à 30

Poudres de référence	Vitesse de rotation minimale (tpm)	40
	Vitesse de rotation maximale (tpm)	80
	Forces (kN)	5 à 30

20

La **Figure 6** représente des courbes comparatives de la dureté en MPa (ordonnées) des comprimés obtenus lors d'essais pilotes, à partir de différentes compositions de sucre, en fonction de la force de compression en kN (abscisses).

25

La courbe avec les carrés blancs correspond à des comprimés obtenus à partir d'un mélange à sec contenant 95% de saccharose et 5% de maltodextrines (le saccharose et les maltodextrines ayant été séchés séparément par atomisation avant d'être mélangés), la courbe avec les hexagones blancs correspond à des comprimés obtenus à partir d'un mélange à sec contenant 95% de saccharose et 5% de glucose et la courbe avec les ronds blancs correspond à des comprimés obtenus à partir d'un mélange à sec contenant 95% de saccharose et 5% de polyvinyl pyrrolidone. La courbe avec les

carrés noirs correspond à des comprimés obtenus à partir du sucre compressible Nutab<sup>®</sup> et la courbe avec les rectangles blancs à des comprimés obtenus à partir du sucre compressible Dipac<sup>®</sup>.

La courbe avec les triangles blancs correspond à des comprimés obtenus selon le procédé de l'invention à partir d'un mélange comprenant 95% de saccharose, 2,5% de maltodextrines et 2,5% de glucose. La courbe avec les ronds noirs correspond à des comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à partir d'un mélange comprenant 95% de saccharose et 5% de maltodextrines et la courbe avec les triangles noirs correspond à des comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à partir d'un mélange comprenant 95% de saccharose, 2,5% de maltodextrines et 2,5% de sucre inverti.

En comparant les différentes courbes de cette figure, on constate qu'en utilisant les mêmes compositions initiales, on obtient une poudre non compressible lorsque le mélange des différents constituants du mélange est effectué à sec, alors que lorsque le mélange est séché par atomisation, on obtient une poudre compressible.

En effet, on constate que les compositions obtenues à partir d'un mélange effectué à sec ne permettent pas d'obtenir des comprimés lorsque la force de compression est supérieure à 15 kN alors que, lorsque cette force est inférieure ou égale à 15 kN, la dureté des comprimés obtenus est très insuffisante (de 0,5 à 1,5 MPa). Il en résulte donc que ces compositions ne constituent pas des poudres compressibles.

On constate également que la dureté des comprimés obtenus à partir des produits de l'art antérieur atteint un plafond lorsque la force de compression augmente et diminue pour les forces de compression les plus élevées, tandis que les comprimés obtenus selon le procédé de la présente invention présentent les duretés les plus élevées.

La **Figure 7** représente des courbes comparatives de la force d'éjection en N (ordonnées) à laquelle répondent des comprimés obtenus lors d'essais pilotes, à partir de différentes compositions de sucre, en fonction de la force de compression en kN (abscisses).

La courbe avec les carrés blancs correspond à des comprimés obtenus à partir d'un mélange à sec de 95% de saccharose et de 5% de maltodextrines (le saccharose et les maltodextrines ayant été séchés séparément par atomisation avant d'être mélangés), la courbe avec les hexagones blancs correspond à des comprimés obtenus à partir d'un

mélange à sec de 95% de saccharose et de 5% de glucose et la courbe avec les ronds blancs correspond à des comprimés obtenus à partir d'un mélange à sec de 95% de saccharose et de 5% de polyvinyl pyrrolidone. La courbe avec les carrés noirs correspond à des comprimés obtenus à partir du sucre compressible Nutab<sup>®</sup> et la courbe avec les rectangles blancs à des comprimés obtenus à partir du sucre compressible Dipac<sup>®</sup>.

La courbe avec les triangles blancs correspond à des comprimés obtenus selon le procédé de l'invention à partir d'un mélange comprenant 95% de saccharose, 2,5% de maltodextrines et 2,5% de glucose. La courbe avec les ronds noirs correspond à des comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à partir d'un mélange comprenant 95% de saccharose et 5% de maltodextrines et la courbe avec les triangles noirs correspond à des comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à partir d'un mélange comprenant 95% de saccharose, 2,5% de maltodextrines et 2,5% de sucre inverti. La courbe avec les étoiles noires correspond à des comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à partir d'un mélange comprenant 95% de saccharose, 2,5% de maltodextrines et 2,5% de polyvinyl pyrrolidone. La courbe avec les hexagones noirs correspond à des comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à partir d'un mélange comprenant 95% de saccharose et 5% de glucose.

Les courbes de la Figure 7 sont à analyser en parallèle avec les courbes de la Figure 6. En effet, la force d'éjection et la dureté ne peuvent être dissociées. Plus précisément, une dureté faible n'est pas compatible avec une force d'éjection élevée car les comprimés risqueraient de se briser lors de leur éjection. En revanche, des comprimés à forte dureté peuvent supporter une force d'éjection plus importante. Ainsi, les comprimés obtenus selon le procédé de l'invention présentent un meilleur couple : dureté - force d'éjection, que les comprimés de l'art antérieur.

La Figure 8 représente des courbes comparatives de la dureté en MPa (ordonnées) des comprimés obtenus lors d'essais à échelle industrielle, à partir de différentes compositions de sucre, en fonction de la force de compression en kN (abscisses).

La courbe en trait plein avec les croix noires correspond aux comprimés obtenus selon le procédé décrit dans le brevet GB 1,350,098. La courbe en trait plein correspond aux comprimés obtenus à partir de saccharose pur. La courbe en trait plein avec des losanges noirs correspond aux comprimés obtenus à partir de sucre Nutab<sup>®</sup>, la courbe en

pointillés aux comprimés obtenus à partir de sucre Microtal (produit commercial ; version européenne du sucre Dipac<sup>®</sup>) et la courbe en trait plein avec les carrés noirs aux comprimés obtenus à partir de sucre Dipac<sup>®</sup>.

La courbe en trait plein avec les ronds blancs correspond aux comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à partir du mélange comprenant 95% de saccharose, 2,27% de maltodextrines, 1,82% de sucre inverti et 0,9% de caramel, la courbe en pointillés avec les triangles noirs aux comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à partir du mélange comprenant 95% de saccharose, 2,5% de maltodextrines, 2,5% de sucre inverti et 0,014% de colorant et la courbe en trait plein avec les carrés blancs aux comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à partir du mélange comprenant 95% de saccharose, 2,5% de maltodextrines et 2,5% de sucre inverti.

Les poudres obtenues selon le procédé de l'invention sont plus performantes que celles obtenues à partir des produits du marché. En effet, la dureté des comprimés obtenus à partir des sucres compressibles du marché atteint un maximum compris entre 3,4 et 3,8 MPa pour une force de compression très élevée (25 kN) alors que les comprimés obtenus selon le procédé de l'invention présentent des duretés plus importantes (de 4,9 à 5,7 MPa) pour une force de compression moindre (20 kN seulement).

On constate également que les produits obtenus à partir de saccharose pur ou selon le brevet GB 1,350,098 ne sont pas des poudres compressibles. En effet, la dureté de ces comprimés est beaucoup trop faible (inférieure à 2,5 MPa) pour que les poudres de départ puissent être qualifiées de poudres compressibles.

Afin de limiter l'usure des pièces de la machine à comprimer et de réduire la force qu'il est nécessaire d'appliquer aux comprimés pour leur éjection, il est souhaitable d'utiliser une force de compression modérée. Ainsi, pour la force de compression de 15 kN, les courbes de la Figure 8 montrent que la dureté des comprimés obtenus selon le procédé de l'invention est le double de celle des comprimés obtenus à partir des produits de l'art antérieur (de 4 à 4,7 MPa contre 2 à 2,3 MPa). Cela illustre donc la performance très améliorée des compositions de sucre de l'invention par rapport à leur aptitude à la compression.

La Figure 9 représente des courbes comparatives de la force d'éjection en N (ordonnées) à laquelle répondent des comprimés obtenus lors d'essais à échelle industrielle, à partir de différentes compositions de sucre, en fonction de la force de compression en kN (abscisses).

5 La courbe en trait plein avec les croix noires correspond aux comprimés obtenus selon le procédé décrit dans le brevet GB 1,350,098. La courbe en trait plein correspond aux comprimés obtenus à partir de saccharose pur. La courbe en trait plein avec les ronds noirs correspond aux comprimés obtenus à partir de sucre Nutab<sup>®</sup>, la courbe en trait plein avec les losanges noirs aux comprimés obtenus à partir de sucre Microtal et la  
10 courbe en pointillés aux comprimés obtenus à partir de sucre Dipac<sup>®</sup>.

La courbe en trait plein avec les ronds blancs correspond aux comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à partir du mélange comprenant 95% de saccharose, 2,27% de maltodextrines, 1,82% de sucre inverti et 0,9% de caramel, la courbe en trait plein avec les triangles blancs aux comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à  
15 partir du mélange comprenant 95% de saccharose, 2,5% de maltodextrines, 2,5% de sucre inverti et 0,014% de colorant et la courbe en pointillés avec les triangles noirs aux comprimés obtenus selon le procédé de l'invention, à partir du mélange comprenant 95% de saccharose, 2,5% de maltodextrines et 2,5% de sucre inverti.

Il faut associer les Figures 8 et 9 afin de considérer le couple : dureté - force  
20 d'éjection des comprimés. Les comprimés obtenus selon le procédé de l'invention nécessitent des forces d'éjection modérées (voir Figure 9) tandis que leurs duretés (voir Figure 8) sont très élevées. Il n'en est pas de même des comprimés obtenus à partir des produits de l'art antérieur qui nécessitent des forces d'éjection modérées à très élevées, pour des duretés sensiblement inférieures.

25

### Exemple 1

L'équipement utilisé (voir Figure 2) est une tour de séchage par atomisation à effets multiples (MSD) qui permet de recycler les particules fines vers la zone d'atomisation. Les gouttes formées par atomisation sont séchées dans une chambre par de l'air chaud et la composition pulvérulente ou poudre ainsi obtenue est maintenue dans un lit fluidisé situé au bas de l'installation. Le produit sortant du lit fluidisé est mûri dans un second lit fluidisé. Cette étape permet l'évacuation de l'humidité dégagée naturellement par la poudre, jusqu'à une humidité résiduelle de moins de 1%.

Une solution de saccharose, de sucre inverti et de maltodextrines ayant l'une des compositions indiquées ci-après est séchée par atomisation au moyen d'une buse haute pression. La température d'entrée de l'air est ajustée pour une température de sortie de 85 à 90°C. La température de l'air d'entrée du premier lit fluidisé est ajustée pour maintenir la poudre à une température de 40°C. La phase de maturation est conduite avec de l'air sec et permet de ramener l'humidité résiduelle de la poudre de quelques % à des valeurs inférieures à 1%.

Le séchage est réalisé dans les conditions suivantes :

- Recyclage des particules fines : vers la zone d'atomisation
- Recyclage de la poudre avec un doseur à vis : quantité 20% en poids par rapport à la matière sèche de la solution entrant
- Buse d'atomisation : haute pression (150 – 300 bars)
- Débit de la poudre : environ 300 kg/heure
- Débit de la solution de départ (sirop) : 400 L/heure
- Température de la solution : 60°C, 60% d'extrait sec
- Température d'entrée de l'air chaud : 145°C
- Composition des solutions (les chiffres indiqués sont des pourcentages en poids par rapport au poids total de la composition) :
  - \* Saccharose / sucre inverti / maltodextrines (95 / 2,5 / 2,5)
  - \* Saccharose / sucre inverti / maltodextrines / colorant (95 / 2,5 / 2,5 / 0,014)
  - \* Saccharose / sucre inverti / maltodextrines / caramel (95 / 2,27 / 1,82 / 0,9)
- Température de sortie de la tour : 85 – 90°C

Les caractéristiques des poudres fabriquées selon cet exemple 1 sont données ci-dessous dans le tableau 1.

Tableau 1

Produit	Humidité (%)	Granulométrie moyenne (µm)	Coulabilité (secondes pour 100 g)	Densité non tassée (g/cm <sup>3</sup> )	Densité tassée (g/cm <sup>3</sup> )	Indice de Carr (%)
Saccharose pur	0,74	285	13,6	0,45	0,64	30
S + mdx + SI + colorant	0,90	358	11,2	0,55	0,63	13
S + mdx + SI + caramel	0,84	306	10,5	0,55	0,64	14
S + mdx + SI	0,90	380	10,5	0,58	0,64	9

La ligne "S + mdx + SI + colorant" correspond à un mélange comprenant 95% de saccharose, 2,5% de maltodextrines, 2,5% de sucre inverti et 0,014% de colorant.

La ligne "S + mdx + SI + caramel" correspond à un mélange comprenant 95% de saccharose, 2,27% de maltodextrines, 1,82% de sucre inverti et 0,9% de caramel.

La ligne "S + mdx + SI" correspond à un mélange comprenant 95% de saccharose, 2,57% de maltodextrines et 2,5% de sucre inverti.

L'indice de Carr permet de définir la coulabilité d'une poudre et correspond au rapport suivant :

$$\text{Indice de Carr} = 100 \times \frac{\text{densité tassée} - \text{densité non tassée}}{\text{densité tassée}}$$

L'aptitude à l'écoulement est directement corrélée à l'indice de Carr selon le tableau suivant :

Indice de Carr	Aptitude à l'écoulement
5 à 11%	Excellente
12 à 17%	Bonne
18 à 22%	Moyenne
23 à 28%	Passable
29 à 34%	Mauvaise
35 à 40%	Très mauvaise
supérieur à 40%	Très, très mauvaise

5

### Exemple 2

L'équipement utilisé est une tour de séchage par atomisation à effets multiples (MSD) qui permet de recycler les particules fines vers la zone d'atomisation. Son principe de fonctionnement est identique à l'installation citée dans l'exemple précédent.

La solution de départ ayant l'une des compositions indiquées ci-après est atomisée avec une buse bifluide. Les particules fines sont recyclées vers le lit fluidisé. Une partie de la poudre produite (20%) est recyclée au moyen d'un doseur vers la buse d'atomisation. Le produit ainsi séché est mûri soit dans un lit fluidisé, soit dans un sécheur tambour.

15

Le séchage est réalisé selon les conditions suivantes :

- 20 – Recyclage des particules fines : vers le lit fluidisé (cercle 2 sur la figure 2)
- Recyclage de la poudre avec un doseur : 20% en poids vers la buse
- Buse d'atomisation : bifluide
- Débit poudre : environ 7 kg/heure
- Débit de la solution de départ (sirop) : 10 L/heure
- 25 – Température de la solution : 60°C, 60% d'extrait sec

- Température d'entrée de l'air chaud : 170°C
- Composition des solutions (les chiffres indiqués sont des pourcentages en poids par rapport au poids total de la composition) :
  - \* Saccharose / sirops de glucose (95 / 5)
  - \* Saccharose / maltodextrines (95 / 5)
  - \* Saccharose / sucre inverti / maltodextrines (95 / 2,5 / 2,5)
  - \* Saccharose / sucre inverti / maltodextrines / colorant (95 / 2,5 / 2,5 / 0,014)
  - \* Saccharose / sucre inverti / maltodextrines / caramel (95 / 2,27 / 1,82 / 0,9)
- Température sortie tour : 85 – 90°C

5

10

## REVENDICATIONS :

- 5 1. Composition pulvérulente de sucre compressible présentant une densité apparente supérieure à environ 0,5, et notamment comprise d'environ 0,6 à environ 0,8, et de préférence égale à environ 0,6, ladite composition étant constituée de particules se présentant sous forme creuse.
- 10 2. Composition pulvérulente de sucre selon la revendication 1, comprenant :  
– du saccharose à raison d'environ 90% à environ 99% en poids, par rapport au poids total de la composition,  
– au moins un agent anti-cristallisant à raison d'environ 1% à environ 10% en poids, par rapport au poids total de la composition,  
– et éventuellement des additifs choisis parmi des arômes, des colorants ou des principes actifs.
- 15 3. Composition pulvérulente de sucre selon la revendication 2, caractérisée en ce que l'agent anti-cristallisant est choisi parmi le sucre inverti, les maltodextrines, les monosaccharides, les oligosaccharides et les polyols.
- 20 4. Composition pulvérulente de sucre selon la revendication 1, comprenant un agent lubrifiant choisi parmi des corps gras, tels que le stéarate de magnésium, l'acide stéarique, ou parmi les composés suivants : benzoate de sodium et silice colloïdale, à raison d'environ 0,1% à environ 1% par rapport au poids total de la composition.
- 25 5. Composition pulvérulente de sucre selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce qu'elle est susceptible d'être comprimée, la dureté de la poudre comprimée obtenue à partir de la composition pulvérulente étant supérieure à environ 2 MPa, ladite dureté étant mesurée pour une force de compression supérieure à environ 10 kN, et
- 30 la poudre comprimée répondant à une force d'éjection comprise d'environ 80 à environ 180 N, et de préférence égale à 150 N, ladite force d'éjection étant mesurée pour une force de compression comprise d'environ 15 à environ 20 kN.

6. Composition pulvérulente de sucre selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce qu'elle présente un taux d'humidité résiduelle égal ou inférieur à 1% en poids, par rapport au poids total de la composition.

5 7. Particule entrant dans la constitution de la composition de sucre selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme creuse et dont la surface est constituée essentiellement d'un squelette formé de deux types de cristaux, ledit squelette étant composé d'un premier type de cristaux formant des interstices dans lesquels sont situés les cristaux constituant le deuxième type de cristaux, la taille des cristaux du premier type de cristaux étant notamment supérieure à environ 5  $\mu\text{m}$ , et  
10 comprise notamment d'environ 10 à environ 30  $\mu\text{m}$ , et la taille des cristaux du deuxième type de cristaux étant inférieure à 5  $\mu\text{m}$ , et notamment inférieure à 1  $\mu\text{m}$ , et avantageusement comprise d'environ 0,1  $\mu\text{m}$  à environ 2  $\mu\text{m}$ .

15 8. Granules constitués par des particules selon la revendication 7 agglomérées entre elles, lesdits granules ayant une taille moyenne comprise d'environ 40 à environ 350  $\mu\text{m}$ .

20 9. Procédé de préparation d'une composition de sucre compressible, comprenant une étape de séchage par atomisation d'une solution initiale de saccharose additionnée d'au moins un agent anti-cristallisant, dans lequel la solution initiale de saccharose a une teneur en saccharose inférieure au taux de saturation, et présente avantageusement un taux de matières sèches d'environ 60% en poids.

25 10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que l'agent anti-cristallisant est choisi parmi les monosaccharides, les oligosaccharides et les polysaccharides, ou est un mélange de sucre inverti et de maltodextrines.

30 11. Procédé selon la revendication 9 ou 10, caractérisé en ce qu'une partie de la composition de sucre obtenue est recyclée comme amorce de cristallisation, en quantité inférieure à environ 60% en poids, de préférence inférieure à environ 30%, par rapport au poids total de la composition.

12. Procédé selon l'une des revendications 9 à 11, comportant les principales étapes suivantes :

– l'atomisation en gouttes fines d'une solution de saccharose, contenant au moins un agent anti-cristallisant, sous un flux de composition de sucre recyclée, ladite composition de sucre recyclée servant d'amorce de cristallisation,

– le séchage des gouttes ainsi obtenues par de l'air chaud, conduisant à l'obtention de particules creuses,

– la maturation des particules creuses obtenues à l'étape précédente, consistant en la poursuite du séchage, jusqu'à l'obtention d'une humidité résiduelle inférieure à 1% en poids, par rapport au poids total de la composition de sucre.

13. Procédé selon la revendication 12, dans lequel on utilise un agent initial servant d'amorce de cristallisation, notamment le sucre glace.

14. Procédé selon la revendication 13, dans lequel on supprime le sucre glace utilisé comme amorce de cristallisation, lorsqu'on a obtenu la composition de sucre en quantité suffisante pour être utilisée en partie comme amorce de cristallisation.

15. Procédé selon la revendication 13, dans lequel on supprime l'utilisation du sucre glace lorsque la quantité de sucre obtenue est environ au moins égale à cinq fois la quantité de sucre glace initialement utilisé comme amorce de cristallisation.

16. Composition pulvérulente de sucre compressible telle qu'obtenue par le procédé selon l'une des revendications 9 à 15.

17. Utilisation d'une composition pulvérulente de sucre compressible selon l'une des revendications 1 à 6 ou 16, pour la préparation de comprimés ou de confiseries.

FIGURE 1

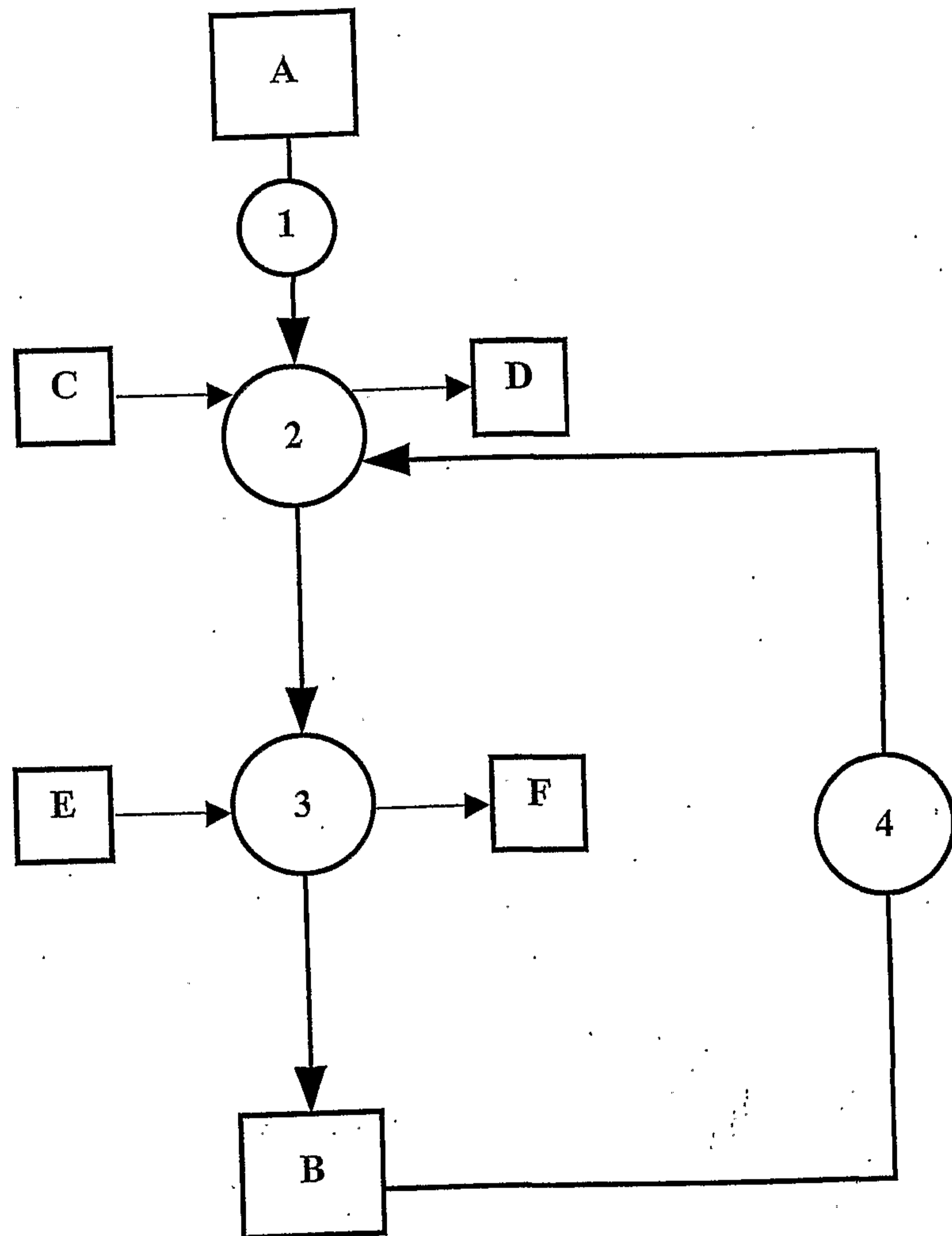


FIGURE 2

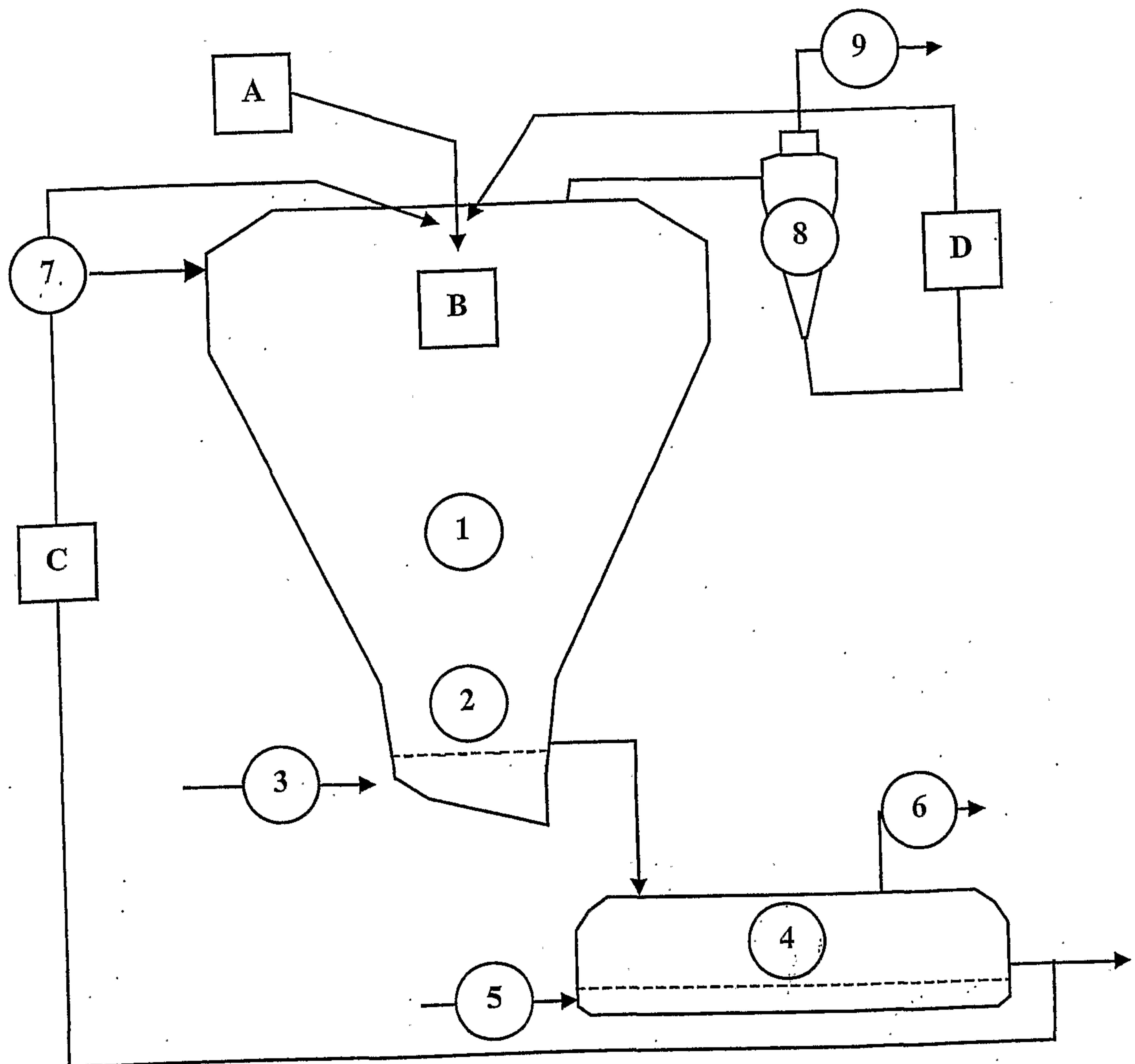


FIGURE 3

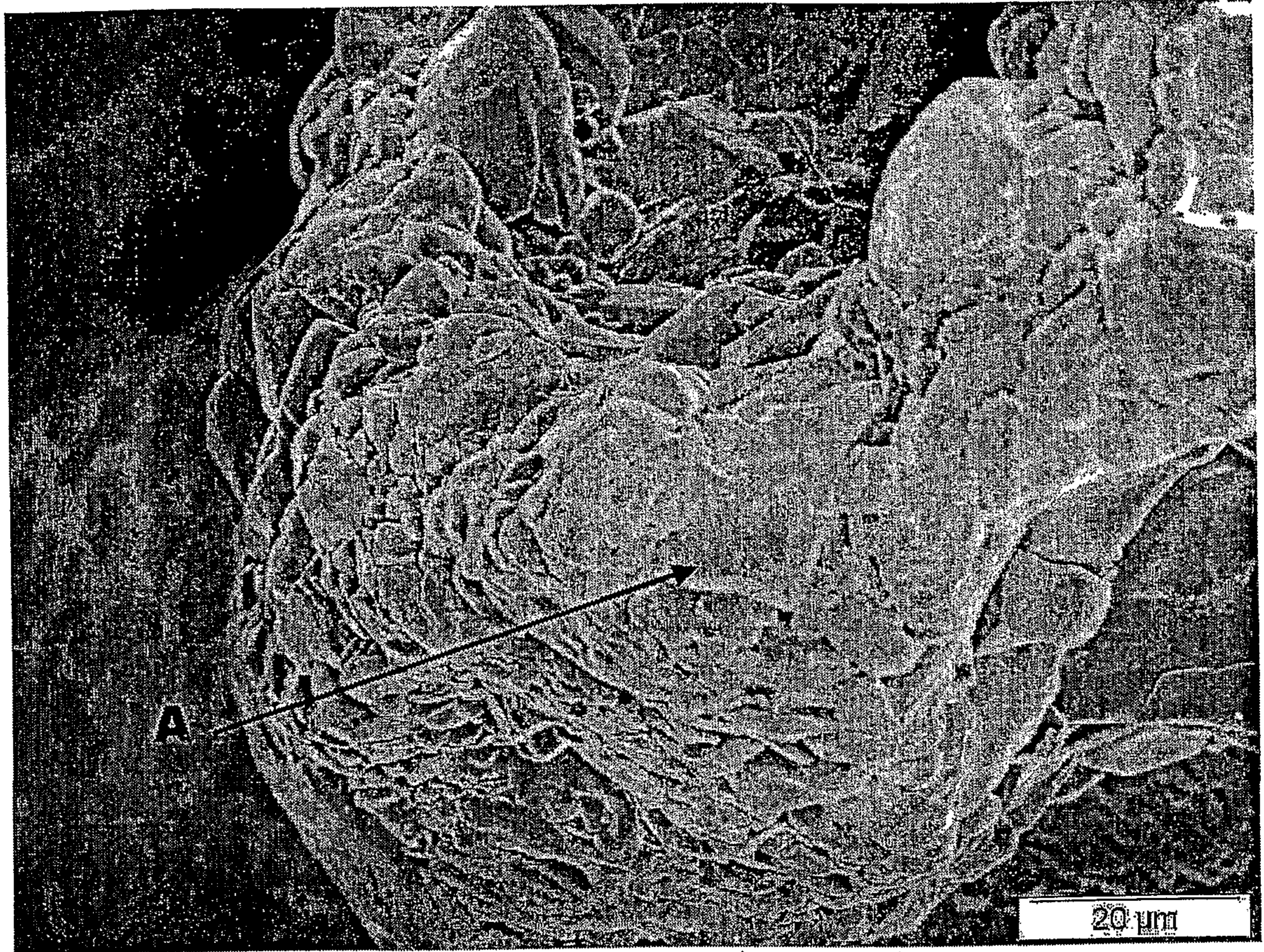


FIGURE 4

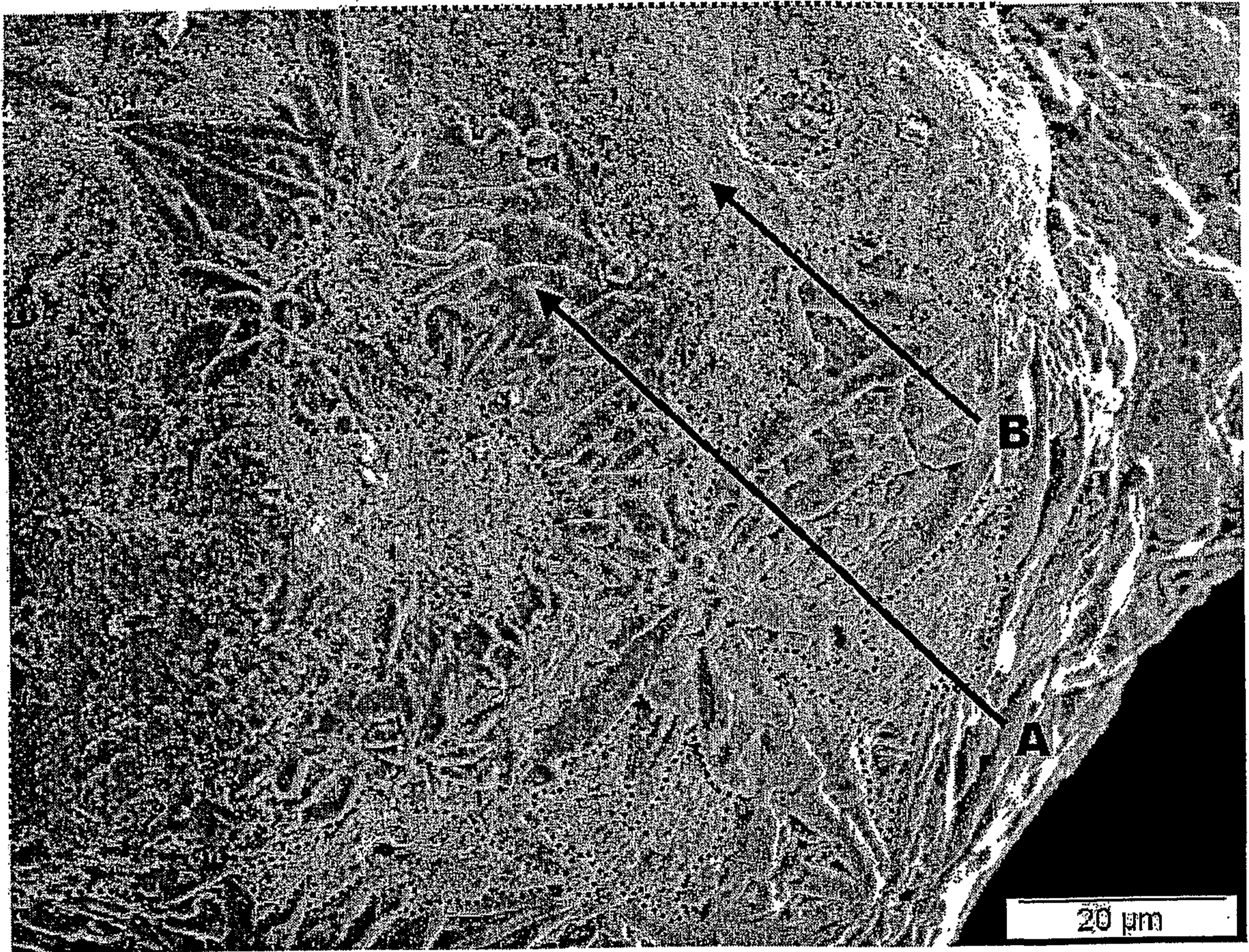


FIGURE 5

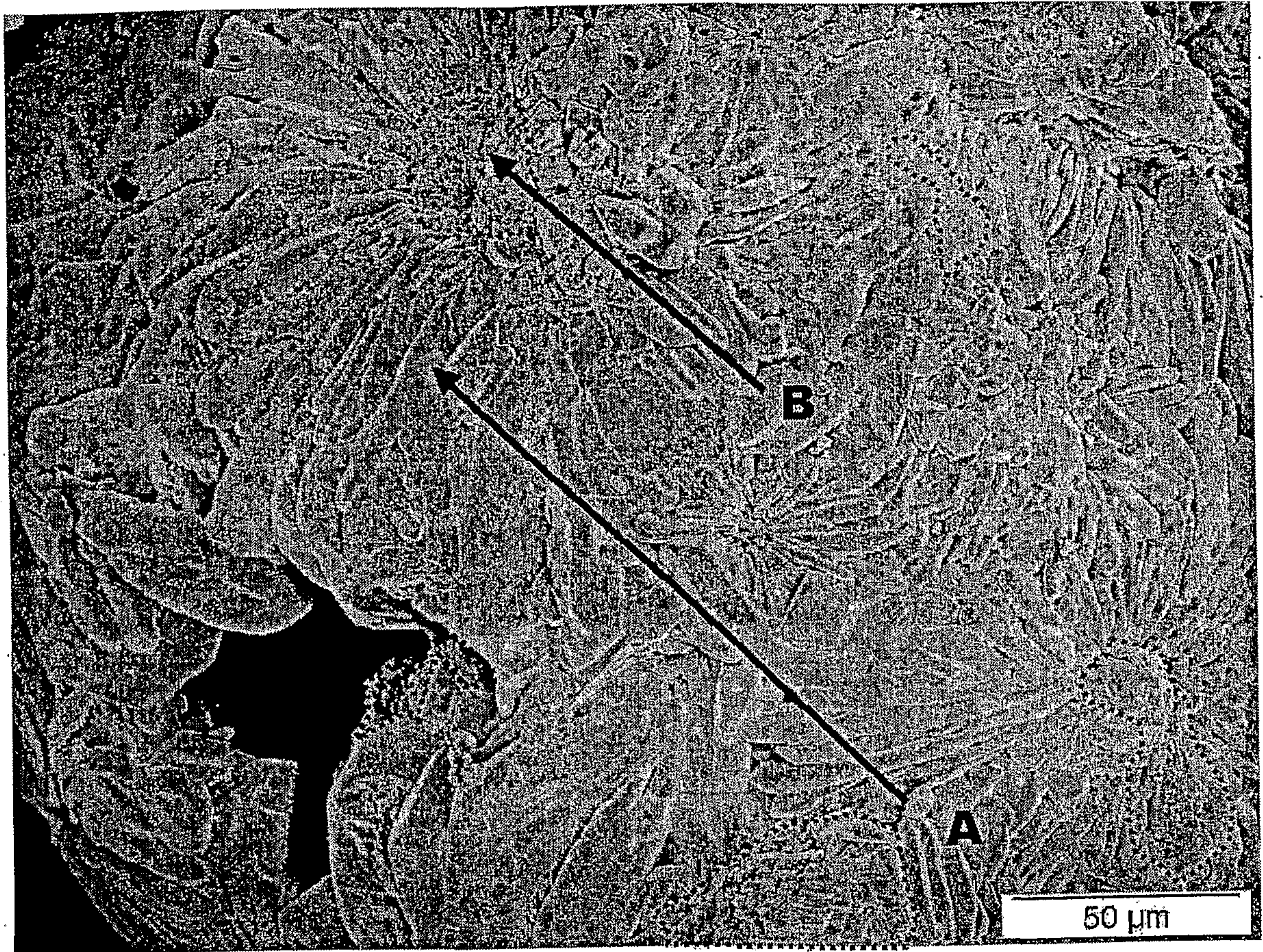


FIGURE 6

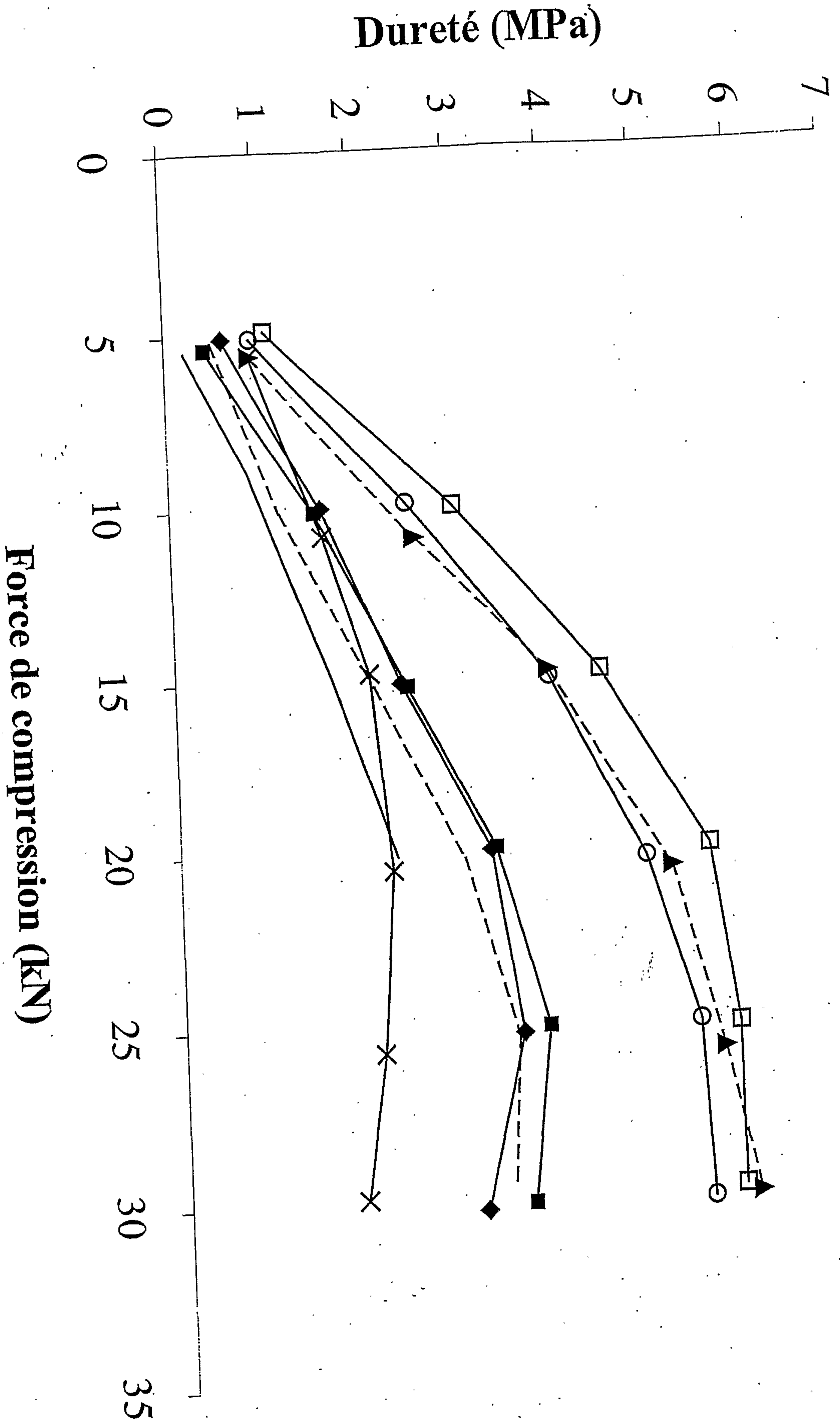


FIGURE 7

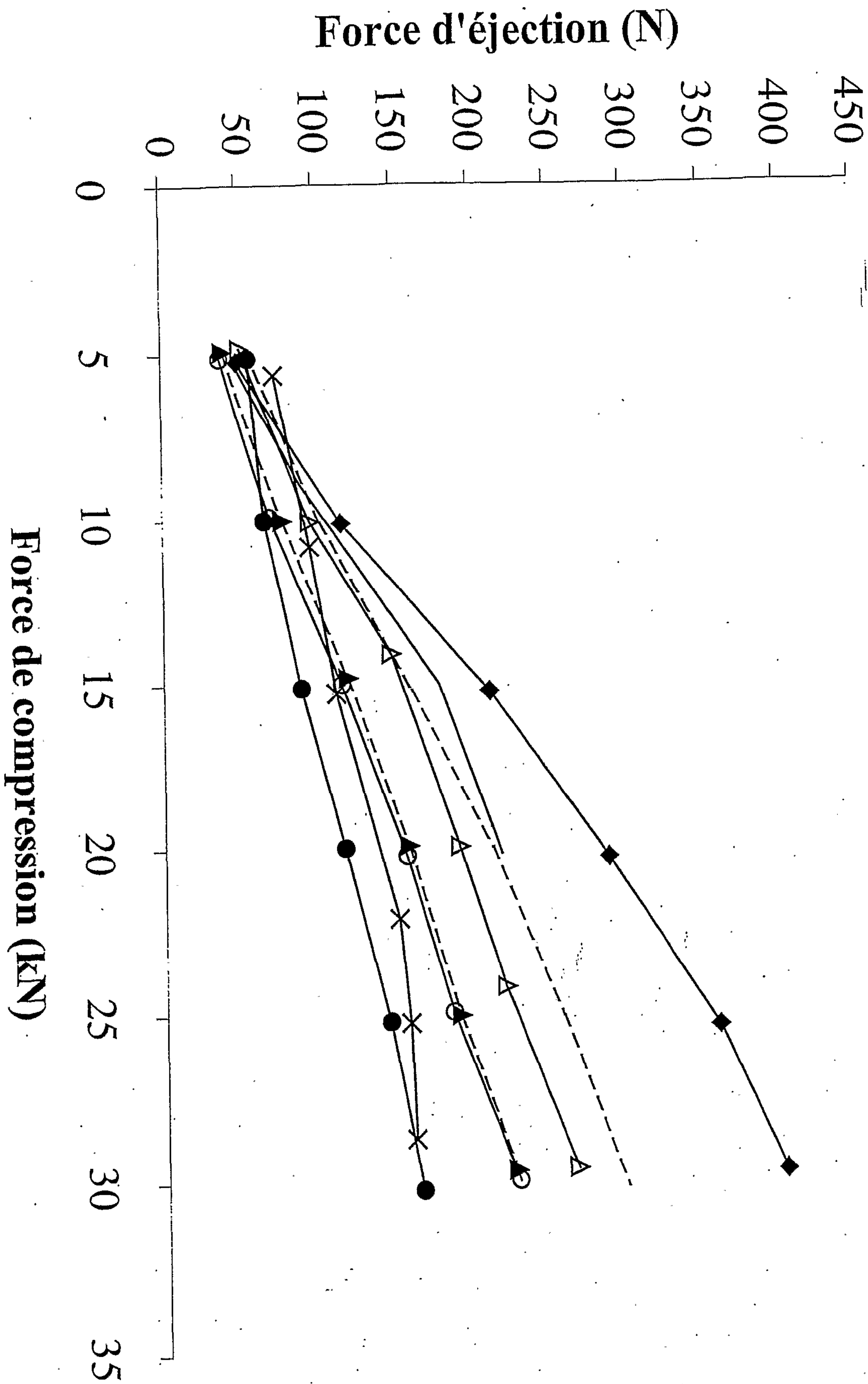


FIGURE 8

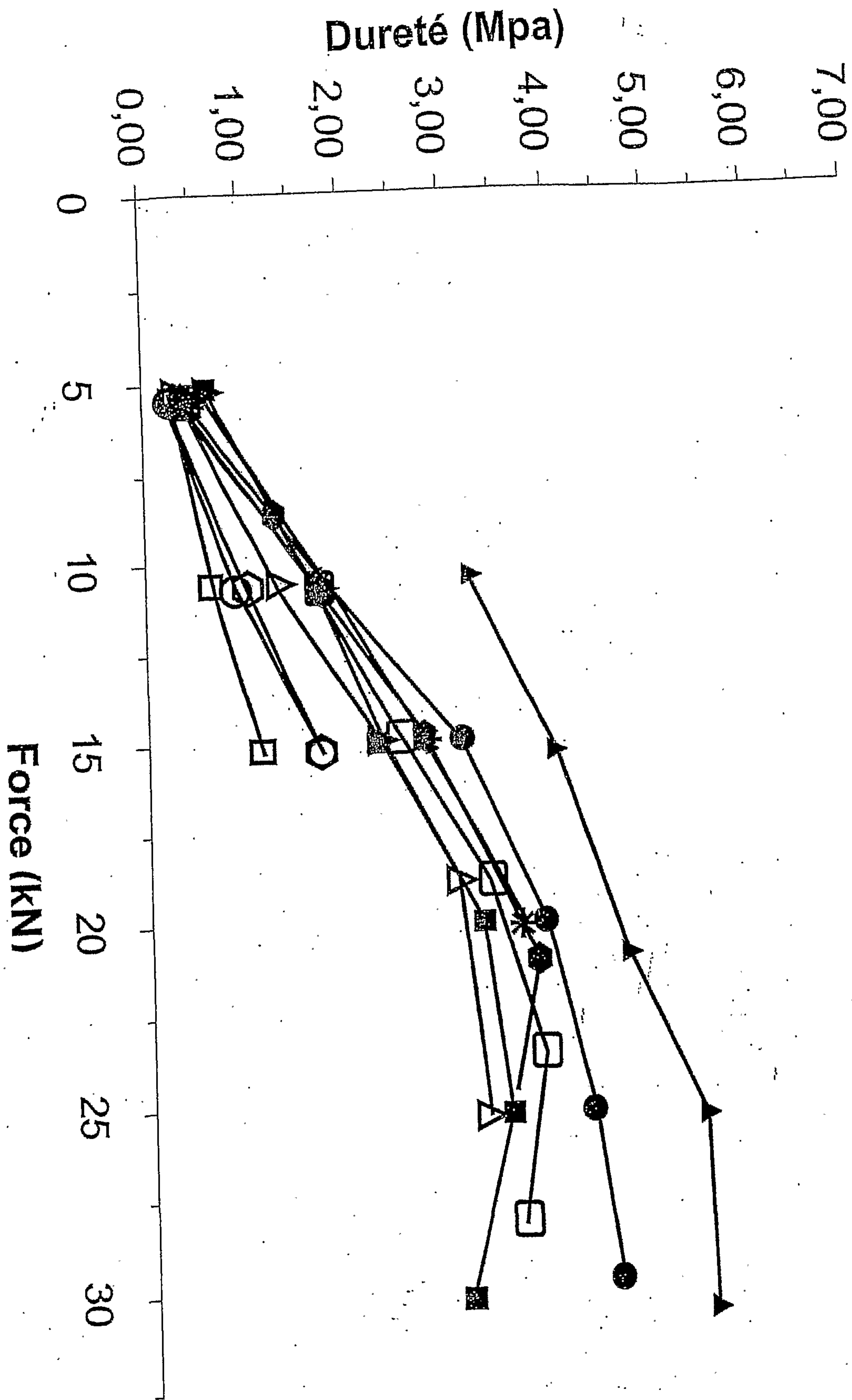


FIGURE 9

