



CONFÉDÉRATION SUISSE
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

① CH 667 374 A5

⑤ Int. Cl.4: A 23 L 2/40

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

⑰ Numéro de la demande: 543/86

⑲ Titulaire(s):
Dridrinks N.V., Curaçao (AN)

⑳ Date de dépôt: 11.02.1986

㉒ Inventeur(s):
Lavie, Louis, Lausanne

㉔ Brevet délivré le: 14.10.1988

㉖ Fascicule du brevet
publié le: 14.10.1988

㉘ Mandataire:
Kirker & Cie SA, Genève

⑤④ **Composition pulvérulente hydrosoluble non hygroscopique destinée à la préparation de boissons à dégagement gazeux prolongé et procédé pour sa préparation.**

⑤⑦ Une composition pulvérulente hydrosoluble, non hygroscopique, destinée à la préparation de boissons à dégagement gazeux prolongé comprend un premier constituant mélangé à un second constituant réagissant l'un avec l'autre en présence d'eau pour donner un dégagement gazeux, chacun desdits constituants étant enrobé ou imprégné d'un film de gomme xanthane.

L'enrobage s'effectue à l'aide de solutions aqueuses de gomme xanthane, le cas échéant additionnées de saccharose ou de dérivés de saccharose.

REVENDEICATIONS

1. Composition pulvérulente hydrosoluble, non hygroscopique, destinée à la préparation de boissons à dégagement gazeux prolongé, caractérisée en ce qu'elle comprend un premier constituant mélangé à un second constituant réagissant l'un avec l'autre en présence d'eau pour donner un dégagement gazeux, chacun desdits constituants étant enrobé et ou imprégné d'un film de gomme xanthanne.

2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le film d'enrobage ou d'imprégnation comprend également du saccharose ou un dérivé du saccharose, tel le caramel de sucre.

3. Composition selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que le premier constituant comprend un sel ou un mélange de sels d'acide carbonique, tel un carbonate ou un bicarbonate alcalin, un carbonate alcalino-terreux ou un sel d'acide carbonique et d'un acide aminé.

4. Composition selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que le second constituant comprend un acide ou un mélange d'acides minéral et/ou organiques, tels les acides phosphorique, citrique, tartrique, malique ou ascorbique.

5. Procédé pour la préparation d'une composition pulvérulente hydrosoluble, non hygroscopique, destinée à la préparation de boissons à dégagement gazeux prolongé comprenant un premier constituant mélangé à un second constituant réagissant l'un avec l'autre en présence d'eau pour donner un dégagement gazeux, caractérisé en ce qu'on enrobe ou imprègne séparément lesdits constituants à l'aide d'une solution aqueuse de gomme xanthanne, on sèche et pulvérise ensuite séparément chacun desdits constituants ainsi enrobés ou imprégnés, puis on mélange en proportions prédéterminées les constituants séchés et pulvérisés.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la solution aqueuse de gomme xanthanne comprend également du saccharose ou un dérivé du saccharose, tel le caramel de sucre.

7. Procédé selon l'une des revendications 5 et 6, caractérisé en ce que l'enrobage ou l'imprégnation s'effectue par mélange sous pression mécanique, le cas échéant par dissolution des constituants.

8. Procédé selon l'une des revendications 5 à 7, caractérisé en ce que le premier constituant comprend un sel ou un mélange de sels d'acide carbonique, tels un carbonate ou un bicarbonate alcalin, un carbonate alcalino-terreux ou un sel d'acide carbonique et d'un acide aminé.

9. Procédé selon l'une des revendications 5 à 8, caractérisé en ce que le second constituant comprend un acide ou un mélange d'acides minéral et/ou organiques, tels les acides phosphorique, citrique, tartrique, malique ou ascorbique.

10. Procédé selon l'une des revendications 5 à 9, caractérisé en ce que les premier et second constituants, respectivement acides et carbonates, sont utilisés sous forme cristallisée ou amorphe, de préférence amorphe.

DESCRIPTION

La présente invention a pour objet une composition pulvérulente, non hygroscopique, destinée à la préparation de boissons, nutritives ou non nutritives, à dégagement gazeux prolongé. L'invention a également pour objet un procédé pour la préparation de ladite composition.

Le marché des boissons gazeuses, plus particulièrement celui des limonades gazeuses dites *soft drinks* ou *diet drinks*, est en progression constante. Sur le plan industriel cependant, son développement se heurte au coût des transports et des manipulations relativement nombreuses d'un produit lourd et volumineux. On tente actuellement de résoudre de tels problèmes en dispersant à l'extrême les centres de production et à ne transporter que des extraits concentrés, à l'état sec ou liquide.

Dans les installations industrielles appropriées, ces extraits sont additionnés d'eau, le cas échéant de sucre, puis de CO₂ sous pression

élevée, avant d'être conditionnés dans des récipients hermétiques, résistant à la pression, et de ce fait relativement lourds et encombrants. Le caractère « piquant » de ces boissons est alors assuré, entre autres, lors de la consommation, par le dégagement progressif de la dose de CO₂ initialement dissoute.

On connaît également des extraits secs pulvérulents à base de bicarbonate de sodium et d'acides comestibles qui, additionnés d'eau juste avant consommation, permettent l'obtention de boissons gazeuses. De tels extraits, cependant, ne permettent pas une gazéification de la boisson comparable par sa durée et son « piquant » à celle résultant de la dissolution de CO₂ sous pression. On constate en outre que, dans de nombreux cas, les ingrédients indispensables à l'effet organoleptique recherché, tels les acides phosphorique et citrique ou le bicarbonate de sodium par exemple, sont particulièrement hygroscopiques et compromettent de ce fait la stabilité des mélanges conditionnés.

Les industries chimique et pharmaceutique produisent et utilisent des polymères pour l'enrobage des médicaments. Certains de ces polymères peuvent convenir pour préserver les extraits secs contre les reprises d'humidité et pour contrôler partiellement la réaction entre les acides et les carbonates. N'ayant pas été conçus pour cet usage, ils présentent des inconvénients, tels que la coloration des mousses, ou des dépôts dans les verres. Le contrôle et l'uniformisation du dégagement de CO₂ dans la boisson ne sont en outre que fort imparfaitement maîtrisés.

Dans le domaine des boissons effervescentes, plus particulièrement, certaines solutions ont été déjà proposées. Le brevet US N° 2.868.646 préconise l'enrobage de mélanges cristallins d'acides comestibles et de bicarbonates, en présence de fortes proportions de sucre, à l'aide de gommages hydrosolubles. Cette méthode est inadaptée à l'emploi d'acide phosphorique, ainsi qu'à la préparation de boissons dites *diet*, pauvres en calories.

Le brevet US N° 3.082.091 décrit l'emploi de gommages végétales, de gomme guar en particulier, pour l'enrobage du bicarbonate de sodium. Bien que relativement stable à l'état sec, le bicarbonate ainsi enrobé, une fois mis en présence d'eau et d'acide, ne permet pas d'obtenir un dégagement gazeux contrôlé. Le brevet US N° 3.667.962, qui préconise l'emploi de matrices poreuses hydrosolubles, à base de dextrines essentiellement, au sein desquelles acides et carbonates sont dispersés, ne donne pas non plus les effets recherchés.

Les effets les plus remarquables sont obtenus à ce jour à l'aide de la méthode d'enrobage définie dans la demande de brevet EP-A-0130 144. Les constituants acides et carbonates sont enrobés ou imprégnés chacun à l'aide d'une liqueur à base de polysaccharides macromoléculaires hydrosolubles d'origine végétale, telles la gomme arabe et la gomme adragante. Pour obtenir les qualités recherchées, les solutions de polysaccharides macromoléculaires sont préalablement soumises à un traitement thermique modéré, en présence d'alcool éthylique.

La présente invention a pour but l'obtention de résultats comparables à ceux obtenus selon la méthode décrite dans EP-A-0130 144, tout en évitant le traitement préalable des polysaccharides. L'invention a pour objet une composition pulvérulente telle que définie à la revendication 1, ainsi qu'un procédé pour sa préparation tel que défini à la revendication 5.

Il a en effet été découvert, contrairement aux polysaccharides macromoléculaires hydrosolubles employés jusqu'alors, qui sont tous d'origine végétale, que la gomme xanthanne présentait des qualités telles que de simples solutions aqueuses de celle-ci permettaient d'obtenir les effets souhaités. Cela laisse à penser que le mode de précipitation de la gomme xanthanne, par addition d'isopropanol à la solution aqueuse résultant du traitement microbiologique, entraînerait une modification de son comportement rhéologique en solution, semblable à celui obtenu par traitement des polysaccharides d'origine végétale à l'aide d'alcool éthylique. Il a été constaté, en outre, que ces effets pouvaient être obtenus par l'emploi de quantités de gomme xanthanne nettement plus faibles. Il en résulte donc une simplification sensible des opérations d'enrobage.

La gomme xanthane est un polysaccharide d'origine microbologique, issu de la culture d'un micro-organisme spécifique: *Xanthomonas campestris*. Sa production à l'échelle industrielle est parfaitement maîtrisée, tant du point de vue quantitatif que qualitatif. De ce fait, la gomme xanthane présente l'avantage supplémentaire de ne pas être soumise aux aléas des produits d'origine naturelle, dont l'obtention est soumise à l'évolution des conditions climatiques des régions de production, entre autres.

La présente invention permet d'obtenir de façon particulièrement avantageuse une composition pulvérulente dont les constituants sont efficacement protégés contre toute reprise d'humidité et qui, une fois additionnée d'eau, permet la préparation d'une boisson gazeuse dont la gazéification, tant par sa durée que par son « piquant », est tout à fait comparable à celle obtenue par le moyen des installations industrielles connues à ce jour.

L'invention a entre autres pour objet une composition pulvérulente hydrosoluble non hygroscopique, comprenant un premier constituant mélangé à un second constituant réagissant l'un avec l'autre en présence d'eau pour donner un dégagement gazeux, chacun desdits constituants étant imprégné de gomme xanthane ou enrobé d'un film de celle-ci. Selon les cas, ce film d'enrobage peut également comprendre, en proportions variables, du saccharose ou un dérivé du saccharose, tel le caramel de sucre.

Selon l'invention, la composition comprend, à titre de premier constituant, un sel ou un mélange de sels d'acide carbonique, tels un carbonate ou un bicarbonate alcalin, un carbonate alcalino-terreux ou un sel d'acide carbonique et d'acide aminé. Elle comprend de préférence du bicarbonate de sodium.

Elle comprend en outre, à titre de second constituant, un acide ou un mélange d'acides organiques, tels les acides citrique, tartrique, malique ou ascorbique, et/ou un acide minéral, tel l'acide phosphorique.

Conformément au procédé de l'invention, l'imprégnation ou l'enrobage des constituants de la composition s'effectue par le moyen d'une solution aqueuse de gomme xanthane, le cas échéant additionnée de saccharose ou de caramel de sucre. De bons résultats peuvent être obtenus à l'aide de solutions aqueuses à 1 ou 2% en poids, ces valeurs limites n'étant pas absolues. Des solutions aqueuses à environ 1% conviennent bien à l'enrobage de bicarbonate, les solutions aqueuses sucrées contenant de 2 à 4% de gomme étant particulièrement bien adaptées à l'enrobage des acides. Ces solutions peuvent être utilisées à raison de 5 à 20% en poids, de préférence à raison de 10% environ en poids par rapport aux composés pulvérulents à enrober. Bien entendu, les proportions des solutions et leurs concentrations peuvent varier selon la nature des problèmes rencontrés, et adaptées en conséquence. Etant donné les très faibles quantités de solutions d'enrobage utilisées, sucrées et à plus forte raison purement aqueuses, celles-ci conviennent parfaitement à la préparation de compositions de base pour boissons pauvres en calories, dites *diet drinks*. Pour l'obtention de boissons dites *soft drinks*, à contenu sucré plus important, on utilisera sans restriction aucune les solutions sucrées d'enrobage.

En ce qui concerne les constituants acides, il suffit que l'imprégnation de ceux-ci permette d'obtenir une bonne protection des produits contre l'hygroscopie et un léger ralentissement de la dissolution pour stabiliser le pH en fonction de la durée de la réaction. En ce qui concerne les carbonates, il convient, en plus de la protection contre l'hygroscopie, d'assurer le contrôle de la réaction en fonction du temps de gazéification choisi.

Les solutions aqueuses de gomme xanthane s'obtiennent de façon usuelle; lors de l'incorporation de proportions importantes de saccharose par exemple, un léger chauffage peut être requis pour unification.

L'application de ces solutions pour l'enrobage de chacun des constituants de la composition selon l'invention peut être avantageusement effectuée à l'aide des techniques usuelles, tels la pulvérisation ou le procédé dit à lit fluidisé, par exemple.

À l'aide desdites solutions, on peut également procéder à l'imprégnation de chacun des constituants de la composition soit par mélange sous pression mécanique des produits et de la solution choisie, soit par dissolution, dans la quantité d'eau minimale nécessaire, des produits désirés. Les opérations de mélange sous pression mécanique peuvent être effectuées à l'aide d'un mortier ou d'un moulin à boules par exemple.

Si l'on désire ajouter d'autres ingrédients, tels que colorants ou ingrédients organoleptiques, par exemple du colorant caramel, des substances édulcorantes naturelles ou synthétiques, des huiles essentielles ou des extraits végétaux, ces produits sont répartis en fonction de leurs affinités avec l'un ou l'autre des éléments de la réaction.

Dans certains cas, les ingrédients hydrosolubles peuvent être incorporés aux solutions d'enrobage. Dans d'autres, notamment pour ce qui concerne les composants non solubles dans l'eau, ils seront ajoutés séparément, une fois le processus d'enrobage terminé, de préférence adsorbés sur un support solide.

Une fois les ingrédients choisis convenablement enrobés, le produit résultant est alors soumis à dessiccation et réduit en poudre. La dessiccation peut être convenablement effectuée par chauffage modéré, de 15 à 30°C par exemple, sous vide partiel, par séchage sous vide poussé à basse température, par lyophilisation ou dans un courant d'air chaud, à 40°C par exemple. La dessiccation sera poursuivie de façon à abaisser la teneur en eau du produit imprégné jusqu'à un maximum de 0,5 à 1% en poids environ.

Le produit résultant de la dessiccation est ensuite pulvérisé selon les techniques usuelles, le cas échéant stocké dans l'attente de son utilisation finale.

Les ingrédients sélectionnés peuvent être alors répartis en doses unitaires convenant, après simple addition d'eau, à la préparation de boissons gazeuses.

Certaines des mises en œuvre de l'invention sont illustrées à l'aide des exemples ci-dessous. Ces exemples ne sont en aucun cas limitatifs.

Exemple 1:

On a premièrement préparé une solution aqueuse à 1% de gomme xanthane (qualité pour aliments — Keltrol T — commercialisé par Kelco, 20 N. Wacker Dr., Chicago, Ill. 60606, USA), en dissolvant 2 g de ladite gomme dans 198 g d'eau, à température ambiante.

50 g de bicarbonate de sodium pulvérulent ont ensuite été enrobés avec 5 g de solution de gomme xanthane à 1%, par mélange des ingrédients dans un mortier. Après obtention d'un produit homogène, celui-ci a été séché sur tamis durant 1 h à 40°C et finalement réduit en poudre.

Taux de couverture en gomme: 0,001 en poids.

Le bicarbonate ainsi enrobé peut être utilisé comme suit pour la préparation d'une composition pulvérulente de base pour boisson gazeuse (quantité pour 300 ml):

— 2 g de bicarbonate de sodium enrobé selon la méthode ci-dessus,

— 3 g d'un mélange d'acides phosphorique, tartrique et citrique (3:30:17) enrobé selon la méthode décrite dans EP-A-0130 144.

Le mélange obtenu, une fois additionné d'eau froide, produit une effervescence gazeuse contrôlée, se poursuivant sur 35 min environ.

Exemple 2:

On a préparé une solution aqueuse sucrée de gomme xanthane (qualité pour aliments) comme suit:

— 4 g de gomme xanthane en poudre,
— 100 g d'eau.

La solution ainsi obtenue a ensuite été utilisée pour l'enrobage du mélange d'acides suivant:

— 3 g d'acide phosphorique,

- 17 g d'acide citrique anhydre,
- 30 g d'acide tartrique moulu,

à raison de 2,5 g de solution pour 50 g de mélange d'acides. Une fois les ingrédients réduits en une masse homogène, le produit résultant a été séché sur un treillis à fines mailles dans un courant d'air chaud et finalement réduit en poudre dans un mortier. Taux d'enrobage: 0,004 en poids.

Ce mélange d'acides peut être ensuite utilisé pour la préparation

d'une composition pulvérulente de base pour boisson gazeuse (quantité pour 300 ml):

- 2 g de bicarbonate de sodium enrobé selon la méthode de l'exemple 1,
- 3 g du mélange d'acides enrobé selon la méthode ci-dessus.

Après addition d'eau froide au mélange ci-dessus, on observe une effervescence gazeuse régulière, sur 35 min environ.