



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2002/06/21
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2003/01/03
(45) Date de délivrance/Issue Date: 2013/08/13
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2003/12/16
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2002/002163
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2003/000800
(30) Priorité/Priority: 2001/06/22 (FR01/08575)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C09B 67/02* (2006.01),
A23K 1/00 (2006.01), *A23K 1/16* (2006.01),
A23L 1/275 (2006.01), *C09B 67/00* (2006.01)

(72) Inventeurs/Inventors:
BOUDIN, MICHEL, FR;
CUVILLY, YANNICK, FR;
FLEURY, FREDERIC, CA

(73) Propriétaire/Owner:
S.A. COLOR, FR

(74) Agent: GOUDREAU GAGE DUBUC

(54) Titre : COLORANTS SOLUBLES EN MILIEU AQUEUX ET LEUR PROCEDE DE FABRICATION
(54) Title: COLORING AGENTS WHICH ARE SOLUBLE IN AQUEOUS MEDIA AND METHOD FOR THE PRODUCTION THEREOF

(57) **Abrégé/Abstract:**

L'invention concerne la fabrication de colorants solubles dans l'eau et les véhicules aqueux. Elle a pour objet des colorants solubles, dont notamment de nature organique, destinés notamment à l'industrie alimentaire, caractérisés en ce qu'ils sont présentés sous forme solide en mélange avec un agent effervescent dans un liant essentiellement constitué de polyéthylène-glycol dans lequel ils sont préalablement dilués à une température supérieure à la température de fusion dudit liant. Le procédé de fabrication de ces colorants implique de préférence un mélange à sec des deux constituants introduits sous forme pulvérulente avant un chauffage du mélange provoquant la fusion du liant.



(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 03/000800 A3(51) Classification internationale des brevets⁷ :
C09B 67/02, 67/421, A23K 1/16, A23L 1/275(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR02/02163

(22) Date de dépôt international : 21 juin 2002 (21.06.2002)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
01/08575 22 juin 2001 (22.06.2001) FR(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : S.A.
COLOR [FR/FR]; La Pommerie-Anneville Ambourville,
F-76480 Duclair (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : BOUDIN,
Michel [FR/FR]; La Pommerie, F-76480 Ambourville
(FR). CUVILLY, Yannick [FR/FR]; 13, rue Baron Bigot,
F-76710 Montville (FR). FLEURY, Frédéric [FR/FR];
30, place Beauvoisine, F-76000 Rouen (FR).(74) Mandataire : THIBON LITTAYE, Annick; Cabinet Thi-
bon Littaye, BP 19, F-78164 Marly-le-Roi Cedex (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).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale

(88) Date de publication du rapport de recherche
internationale: 20 mars 2003En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrégia-
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: COLORING AGENTS WHICH ARE SOLUBLE IN AQUEOUS MEDIA AND METHOD FOR THE PRODUCTION
THEREOF

(54) Titre : COLORANTS SOLUBLES EN MILIEU AQUEUX ET LEUR PROCEDE DE FABRICATION

(57) Abstract: The invention relates to the production of coloring agents which are soluble in water and in aqueous vehicles. The soluble coloring agents are, in particular, organic and are especially used in the food industry. The inventive coloring agents are characterized in that they are present in a solid form mixed with an effervescent agent in a binder which is essentially composed of polyethylene glycol wherein they are previously diluted at a temperature which is higher than the fusion temperature of said binder. Preferably, the method for the production of said coloring agents involves a dry mixture of two constituents introduced in a powdery form prior to the heating of said mixture, resulting in the fusion of the binder.

(57) Abrégé : L'invention concerne la fabrication de colorants solubles dans l'eau et les véhicules aqueux. Elle a pour objet des colorants solubles, dont notamment de nature organique, destinés notamment à l'industrie alimentaire, caractérisés en ce qu'ils sont présentés sous forme solide en mélange avec un agent effervescent dans un liant essentiellement constitué de polyéthylène-glycol dans lequel ils sont préalablement dilués à une température supérieure à la température de fusion dudit liant. Le procédé de fabrication de ces colorants implique de préférence un mélange à sec des deux constituants introduits sous forme pulvérulente avant un chauffage du mélange provoquant la fusion du liant.



WO 03/000800 A3

1

COLORANTS SOLUBLES EN MILIEU AQUEUX ET LEUR PROCEDE DE FABRICATION

La présente invention concerne l'industrie des matières colorantes. Elle porte sur la fabrication de colorants solubles en milieu aqueux, tels que ceux notamment à base de composés colorants de nature organique, qui sont destinés à être commercialisés sous forme solide pour servir dans des industries diverses à la coloration de véhicules aqueux.

Les colorants en question sont utilisés notamment dans les industries agro-alimentaires, où ils servent à colorer les aliments. Les aliments qui sont distribués industriellement sous la forme de boissons ne sont là qu'un exemple, car il existe bien des aliments solides qu'il est courant de colorer de manière similaire. Pour une consommation moindre, mais qui reste cependant importante, ces colorants sont également utilisés dans l'industrie pharmaceutique et l'industrie cosmétique. En tout état de cause, on n'entend ici nullement se limiter à un secteur d'application particulier, tout en relevant que suivant ses modes de mise en oeuvre préférés, l'invention a l'avantage de conduire à des produits non toxiques, qui sont compatibles avec toutes les exigences sanitaires qui doivent être respectées s'agissant de produits destinés à être ingérés ou absorbés par l'homme. Des exigences similaires se rencontrent pour les animaux, pour les animaux d'élevage en particulier, si bien que l'invention satisfait aux mêmes avantages dans le cadre des colorants que l'on utilise pour l'alimentation animale, par exemple pour distinguer par la couleur des compositions alimentaires différentes.

Pour satisfaire aux besoins de ce genre d'industrie, il existe de nombreux colorants organiques dits de synthèse, qui appartiennent à différentes familles de composés chimiques. S'ils ont l'avantage d'être moins coûteux que les colorants naturels et d'être dotés d'un pouvoir colorant beaucoup plus élevé et constant d'un lot de fabrication à un autre, ils ne sont pas exempts

2

d'inconvénients. En particulier, leur faible solubilité conduit à les présenter sous forme pulvérulente, à l'état d'une poudre de granulométrie micronique qui est généralement obtenue directement dans la chaîne de synthèse du composé colorant, soit en réalisant la
5 dernière étape dans un réacteur à lit fluidisé, soit en procédant à une étape ultérieure de micronisation du gâteau de filtration final. Autrement dit, si ce n'était leur fort pouvoir colorant, ces colorants constitués de molécules organiques s'utiliseraient de la même manière que les colorants minéraux, constitués de pigments
10 cristallins micronisés.

La mise en oeuvre de ces colorants pose dès lors de graves problèmes, tant pour les conditions de leur emballage et leur transport que sur le site d'utilisation. Les poudres sont en effet volatiles et extrêmement salissantes. Quelles que soient les
15 précautions prises dans leur manipulation, en particulier au niveau des mélangeurs et cuves de dissolution, elles génèrent des poussières qui s'infiltrent partout, adhèrent à toutes parois et salissent tous les matériels de leurs couleurs intenses. Entre autres conséquences, il s'y ajoute l'impossibilité de respecter des
20 exigences d'hygiène et de sécurité qui deviennent de plus en plus sévères, plus bien entendu le besoin de nettoyages fréquents et difficiles, ainsi que le port d'un masque pour les opérateurs.

En solution aux problèmes auxquels l'industrie est confrontée de ce fait, en particulier ceux qui viennent d'être
25 soulignés, la présente invention propose de présenter les colorants, notamment ceux destinés à l'industrie alimentaire, sous forme solide en mélange avec un liant essentiellement constitué de polyéthylène-glycol dans lequel ils sont préalablement dilués à une température supérieure à la température de fusion dudit liant. De préférence, le
30 mélange comporte en outre un constituant propre à manifester un effet effervescent dans le véhicule aqueux auquel est destiné le colorant. Ce constituant, ou agent effervescent, est en pratique un mélange de deux composés qui sont finement distribués individuellement dans le produit final, de manière à être prêt à
35 réagir mais seulement en présence d'eau.

3

A l'origine de l'invention, on a observé que le polyéthylène-glycol à l'état fondu est capable de dissoudre sans difficulté des proportions importantes des composés chimiques constituant les colorants organiques et qu'en outre, à poids de composé colorant
5 égal, le produit solide les contenant en mélange intime dans la masse avec le liant, tel qu'il est obtenu après refroidissement, est doué d'une meilleure solubilité, ou du moins d'une vitesse de dissolution dans l'eau et les véhicules aqueux qui est très sensiblement accrue par rapport à la poudre micronique de départ.

10 Suivant les modes de mise en oeuvre préférés de l'invention, l'ajout d'un agent effervescent est réglé pour améliorer au mieux la capacité du produit fini constitué par le mélange à l'état solide à se dissoudre rapidement dans l'eau et sa nature est choisie pour assurer sa solubilité dans le liant dans la proportion efficace.
15 Un tel agent effervescent est avantageusement choisi parmi les combinaisons génératrices d'acide carbonique reconnues non toxiques et acceptables dans l'alimentation. L'exemple type de ce point de vue est représenté par un mélange sensiblement stoechiométrique d'acide citrique et de carbonate de sodium, l'un et
20 l'autre de ces composés étant aisés à dissoudre dans le liant sans que la réaction effervescente se produise tant que le mélange n'est pas mis en présence d'eau.

L'invention a aussi pour objet un procédé de fabrication de produits colorants, en particulier de colorants dits alimentaires,
25 destinés notamment à l'industrie agro-alimentaire, qui se caractérise en ce qu'il consiste essentiellement à diluer un composé organique colorant pulvérulent dans un liant en fusion essentiellement constitué de polyéthylène-glycol avantageusement en mélange avec un agent effervescent, et à refroidir le mélange obtenu pour obtenir
30 un colorant sous forme solide dans lequel le composé colorant est intimement mélangé audit liant.

Dans ses modes de mise en oeuvre préférés, le procédé suivant l'invention répond à différentes caractéristiques secondaires, qui peuvent être appliquées individuellement ou en
35 toute combinaison techniquement opérante pour aboutir à un

colorant tel que ceux qui sont également objet de la présente invention, c'est-à-dire à un produit colorant se présentant sous forme solide, non générateur de poussières salissantes, et soluble dans les véhicules aqueux.

En particulier, en ce qui concerne le procédé de fabrication, la matière colorante de départ est de préférence initialement sous la forme d'une poudre de granulométrie micronique, le polyéthylène-glycol est lui-même utilisé de préférence sous forme de poudre, les deux composants en poudre sont avantageusement mélangés à sec avant chauffage du mélange à une température suffisante pour assurer la fusion du liant.

L'invention porte aussi sur un procédé de fabrication de produits colorants alimentaires, solubles en milieu aqueux, caractérisé en ce qu'il consiste à mélanger au moins un composé organique colorant de départ, initialement sous forme de poudre de granulométrie micronique, et un liant essentiellement constitué de polyéthylène-glycol, lui-même incorporé sous forme de poudre, ainsi qu'un agent effervescent à deux constituants qui sont introduits séparément à sec pour être mélangés avec ledit colorant et ledit liant, à chauffer ensuite le mélange pulvérulent résultant à une température suffisante pour assurer la fusion du liant et la dissolution du ou des composés colorants, puis à refroidir le mélange fondu obtenu de manière à obtenir un produit colorant sous forme solide dans lequel ledit composé colorant est intimement mélangé audit liant.

Quant aux composés préférés entrant dans la composition des produits, il est à noter que le polyéthylène-glycol est un polymère de la classe des polyoléfines que l'on utilise suivant l'invention dans une qualité correspondant à un taux de polymérisation relativement faible, de sorte qu'il est non seulement très soluble, mais qu'il est également fusible à une température inférieure à 120 °C. En pratique, on préfère les qualités de polyéthylène-glycol, ou composés homologues et dérivés équivalents, qui permettent d'opérer la fusion à température comprise entre 40 °C et 80 °C. Ne serait-ce que d'un point de vue économique, on a toujours intérêt à pouvoir se contenter d'un chauffage à

4a

température tiède, et de plus, il convient d'éviter tout effet qui tendrait à dégrader le composé colorant. Mais d'autre part, on souhaite récupérer un produit solide à la température ordinaire, capable aussi de supporter les variations de température ambiante dans les usines utilisatrices.

D'autre part, bien qu'il soit envisageable que le mélange entre une poudre micronisée de composé colorant et le liant dans le produit solide final soit suffisamment intime pour éviter tout dégagement de poussière micronique salissante, on préfère s'assurer qu'il y ait véritablement dissolution complète du composé colorant lors de sa dilution dans le liant liquide. On doit toutefois comprendre que l'invention englobe le cas où il y a seulement dissolution apparente, chaque particule de dimension micronique se

5

trouvant individuellement enrobée dans la masse du liant. C'est d'ailleurs ainsi qu'il est usuel dans la pratique industrielle d'appliquer le terme de colorant à des pigments minéraux dès lors que par une granulométrie ultra-fine, leur comportement est tel que
5 leur dilution est assimilable à une dissolution vraie. En ce sens, l'invention prévoit de partir de préférence d'un composé colorant pulvérulent de granulométrie inférieure à 100 microns, avantageusement de l'ordre de 10 à 50 microns.

Respecter une condition similaire de granulométrie très fine
10 est également souhaitable quand on prévoit d'introduire le composé colorant directement dans le liant déjà fondu séparément, qui se présente alors sous la forme d'un liquide visqueux. Dans le cas où, conformément aux modes de mise en oeuvre préférées de l'invention, on procède d'abord à un mélange à sec, on incorpore le
15 polyéthylène-glycol sous forme divisée, notamment sous la forme d'une poudre de granulométrie de l'ordre du millimètre car des facteurs économiques (essentiellement en coût de la matière première) font préférer des granulométries supérieures à 500 microns.

20 Des conditions similaires sont avantageusement appliquées aux constituants de l'agent effervescent complétant la composition. En particulier, ils sont de préférence également sous forme solide pulvérulente et incorporés à sec au polyéthylène-glycol, avant ou pendant son mélange avec le composé colorant.

25 Les proportions des constituants mis en oeuvre peuvent être très variables, en fonction notamment de leurs propriétés physico-chimiques respectives. Elles peuvent aussi varier suivant les dimensions souhaitées pour le produit solide final. Ces dernières seront elles-mêmes extrêmement variables, en fonction princi-
30 palement de chaque cas d'application particulier auquel le produit est destiné. A titre d'exemple, pour un colorant se présentant à l'état solide sous une forme divisée, notamment pour faire un produit coulable, constitué de granulés ou autres éléments similaires et livré en vrac, on prévoit avantageusement une composition moins riche
35 en polyéthylène-glycol que pour un produit se présentant finalement

6

en briques ou autres blocs massifs demandant une mise en forme par moulage, éventuellement par extrusion.

L'un des avantages importants qu'apporte l'invention réside d'ailleurs dans la gamme très étendue des dimensions réalisables dans des conditions économiques intéressantes pour s'adapter aux
5 souhaits que chaque client peut manifester. Un autre avantage important concerne la reproductibilité des colorations, qui est sûre et facile à obtenir, ainsi que leur variété. D'une manière générale, pour chaque atelier chez le client utilisant un colorant suivant
10 l'invention, le dosage correct de colorant est facile à assurer, la concentration étant constante dans le produit livré et ce dernier pouvant être fourni en quantité unidose à tout poids approprié.

De plus, le produit obtenu suivant l'invention peut avantageusement renfermer un mélange de composés organiques
15 colorants différents, afin de conduire à des nuances que l'on peut choisir à volonté. On comprend aisément que dans ce cas, il revient avantageusement au fabricant mettant en oeuvre le procédé suivant l'invention d'assurer la composition appropriée et de préserver ainsi l'obtention de la nuance désirée pour un dosage déterminé. Le client
20 utilisateur n'a plus à craindre les conséquences d'erreurs ou négligences dans la pesée de la dose de chaque colorant.

Suivant d'autres caractéristiques avantageuses, la composition du produit de l'invention comprend de 10 à 80 % et, de préférence, de 15 à 60 % de polyéthylène-glycol par rapport au
25 poids total de la composition. La proportion de colorant est avantageusement comprise entre 10 et 70 %, et de préférence entre 30 et 50 %, par rapport au poids total de la composition. Quant à l'agent effervescent dans les mélanges ternaires, il est avantageusement présent dans la proportion de 10 à 60 % et, de
30 préférence, de 15 à 50 % par rapport au poids total de la composition. Dans tous les cas, que la composition totale comprenne ou non de l'agent effervescent, il semble que les meilleurs résultats sont obtenus quand le mélange binaire de polyéthylène-glycol comprend de 0,5 à 1,5 partie en poids de poly-

7

éthylène-glycol pour une partie en poids du composé colorant de départ.

Quant aux formes du produit final tel que présenté à l'état solide, il y a lieu de retenir notamment d'une part la présentation
5 sous forme de granulés en vrac, dont les dimensions sont avantageusement comprises entre 0,2 et 10 millimètres, donc globalement de l'ordre du millimètre. De tels granulés peuvent être obtenus par précipitation directement à partir du mélange fondu des constituants. On peut aussi retenir d'autre part la présentation sous
10 forme d'éléments de dimensions non isotropes analogues à des brins de vermicelle qui sont découpés dans un fil de diamètre là aussi de l'ordre du millimètre obtenu par moulage par extrusion du mélange pâteux en cours de refroidissement à partir du mélange fondu, ou encore les blocs qui peuvent être obtenus par moulage
15 dans des moules de formes et dimensions très diverses, dans toute la gamme des pastilles aux briquettes ou briques. Pour des dimensions correctement calculées en fonction de chaque application particulière, chaque élément ou bloc peut avantageusement constituer une dose de produit colorant pour un lot
20 de fabrication du véhicule aqueux dans lequel il sera dissout.

L'invention est illustrée par les exemples ci-après, qui fournissent une description détaillée de modes de mise en oeuvre particuliers du procédé suivant l'invention dans son application à la fabrication de produits colorants pour l'industrie agro-alimentaire
25 répondant à des compositions particulières conformes aux caractéristiques préférées des colorants suivant l'invention. D'une manière générale, toutes les grandeurs chiffrées sont exprimées en conformité avec la normalisation internationale d'une part, en quantités massiques d'autre part. Sauf stipulation contraire, les
30 proportions des constituants dans les compositions décrites sont donc indiquées en pourcentages massiques par rapport à la masse totale du mélange des constituants.

8

Exemple I

Conformément à l'invention, on utilise un composé organique connu comme colorant de synthèse tel qu'il est obtenu de manière traditionnelle sous forme pulvérulente, de granulométrie micronique, par fluidisation ou micronisation en fin du procédé de
5 synthèse industriel.

On part ainsi, dans le cas présent, de jaune de quinoléine à 70 % de pureté, répondant à la norme européenne des colorants alimentaires pour le colorant E104. Sa formule chimique est celle
10 d'un sulfonate de 2-(2-quinolyl)indan-1,3-dione, en pratique essentiellement le disulfonate de sodium.

Le liant utilisé est du polyéthylène-glycol du commerce (PEG), sous forme de granules dont la granulométrie moyenne est de l'ordre de 500 microns.

15 En plus du liant et du composé colorant de base, la composition comporte un agent effervescent. Celui-ci est préparé au préalable. Il est composé de 64,5 % d'acide citrique et de 35,5 % de carbonate de sodium, l'un et l'autre sous forme cristalline. Ces proportions correspondent sensiblement à l'équilibre stoechio-
20 métrique de la réaction effervescente entre les deux constituants.

La composition est constituée par mélange à sec de 40 % en poids de E104 avec 25 % en poids de PEG et 35 % en poids d'agent effervescent (total de ses deux constituants).

Le mélange pulvérulent obtenu est chauffé avec précaution
25 jusqu'à ce qu'il soit uniformément liquide. On procède pour cela dans un bain-marie porté à l'ébullition, donc à une température proche de 100 °C. Pour la qualité de PEG utilisée dans l'exemple présent, la température de fusion de l'ensemble est gouvernée par le PEG à 54°C, et à son égard, en l'absence d'humidité, l'agent
30 effervescent est inerte en solution.

Le mélange fondu est ensuite refroidi de manière à assurer sa précipitation sous forme de granules solides, légèrement pâteux,

9

qui sont recueillis et maintenus sous agitation modérée jusqu'à complet refroidissement à la température ambiante, afin d'éviter que les granulés s'agglomèrent en blocs.

Quand, à titre d'essai, on met quelques grains du produit colorant dans un verre d'eau, on observe qu'ils se dissolvent immédiatement, et quand on remue légèrement avec une cuiller, la dissolution est vite complète sous forme d'un liquide coloré mais limpide. Parallèlement, si l'on introduit une pincée de colorant de base dans un autre verre d'eau, on ne sait éviter qu'il se dépose au fond du verre, et il faut agiter fortement et longuement pour parvenir à le dissoudre.

Exemple II

On procède sensiblement comme dans l'exemple précédent en remplaçant le colorant E104 par du colorant alimentaire E102, c'est-à-dire du jaune de tartrazine, dont la formule chimique est celle d'un carboxylate trisodique de phényl-azo-pyrazole. La poudre industrielle est à 85 % de pureté et elle présente un poids moléculaire de 534,4. Elle est d'une couleur orange qui fournit du jaune en solution.

La composition est choisie à 40 % de colorant E102 pour 27,5 % de polyéthylène-glycol et 32,5 % d'agent effervescent. Tous les constituants sont mélangés simultanément à sec, l'acide citrique et le carbonate de sodium étant introduits séparément.

Le mélange obtenu est chauffé à une température de 70-80 °C, à laquelle il est maintenu jusqu'à obtenir un produit liquide bien homogène. Comme dans l'exemple précédent, son refroidissement est assuré sous forme de granulés solides.

Les granulés sont triés sur tamis de dimensions de mailles adaptée à la granulométrie recherchée. En exemple particulier, le tamisage est réalisé en deux ou trois étapes s'intercalant avec un concassage des éléments trop gros pour passer au travers des mailles du tamis, de manière à obtenir finalement des granulés de

10

dimensions sensiblement isotropes de l'ordre de 0,5 à 1 millimètre de diamètre.

Le produit est pesé et livré en vrac. Il est particulièrement bien adapté pour les fabricants de boissons, car il est facile à
5 dissoudre dans les liquides aqueux en utilisant les moyens d'homogénéisation des matériels existant déjà dans les usines pour les colorants actuels. On note qu'à concentrations égales, la couleur jaune du colorant de base n'est en rien altérée par le procédé suivant l'invention.

10 *Exemple III*

On procède comme dans les exemples précédents pour une composition comprenant 40 % en poids de colorant E102 ou E104 pour 35 % en poids de PEG et 25 % en poids au total des deux
constituants de l'agent effervescent.

15 La formation des granulés se réalise sans difficulté., en évitant une consistance pâteuse qui pourrait provoquer la formation de blocs que l'on devrait alors concasser. Les granulés obtenus présentent des diamètres inférieurs à 2 à 3 millimètres.

On applique aussi le même procédé à du rouge ponceau
20 E124 (de la classe des dérivés monoazo de naphthalène à 85 % de pureté), ainsi qu'à du colorant E131, ce dernier étant un triaryl-méthane dit bleu patent (à 85% de pureté).

Dans un autre cas, pour du colorant E151 devant servir pour une boisson fortement effervescente, on applique une
25 composition comportant 50 parties en poids d'agent effervescent pour 40 parties en poids de polyéthylène-glycol et 10 parties en poids de colorant. Il en résulte bien entendu un pouvoir colorant moindre, mais la teinte finale du produit dissous est préservée dès lors que le taux de dilution du colorant de base est le même.

30 D'une manière générale, quelque soit le colorant organique choisi, le procédé ainsi mis en oeuvre avec granulation du produit lors du refroidissement du mélange fondu conduit à des granulés de

11

dimensions de l'ordre du millimètre, pouvant avantageusement varier entre 0,2 mm et 10 millimètres de diamètre.

Exemple IV

A 40 % en poids de PEG on ajoute 25 % en poids d'agent effervescent (poids total de ses deux constituants) puis 35 % en poids de colorant E104.

L'ensemble est soigneusement mélangé à sec, puis chauffé doucement jusqu'à une température de l'ordre de 70 °C. On obtient un produit liquide qu'on laisse refroidir à une température de l'ordre de 45 à 50 °C pour qu'il devienne suffisamment visqueux pour prendre un état pâteux permettant sa mise en forme par extrusion.

C'est donc en cours de refroidissement vers l'état solide que le mélange considéré est extrudé à travers une filière de 2 millimètres de diamètre. Le fil continu est découpé en sortie d'extrudeuse en éléments dits de vermicelle, de 0,5 à 1 millimètre de longueur.

En variante, la même procédure est appliquée à du colorant E102, mais en produisant des éléments d'environ 4 mm de diamètre à partir d'une composition comprenant 40 % de poudre de colorant, 40 % de PEG et 20 % d'agent effervescent.

Exemple V

On utilise du colorant E124 (rouge ponceau) à la dose de 35 % pour 40 % de PEG et 25 % d'agent effervescent.

En cours de refroidissement après fusion, le mélange encore pâteux est mis en forme par extrusion au travers d'une filière délivrant un fil continu de diamètre de l'ordre de 2 mm qui est aussitôt découpé en éléments dont la longueur est de l'ordre du centimètre.

12

En variant cette longueur, par exemple à des valeurs pouvant aller de 0,5 à 20 millimètre, on peut régler la dose de colorant de base que représente chaque élément.

Exemple VI

5 A 45 % en poids de polyéthylène-glycol fondu on ajoute 35 % en poids de poudre de colorant alimentaire E132 (bleu d'indigotine) et 20 % en poids d'agent effervescent.

Le liquide homogène obtenu est refroidi jusqu'à prendre un état pâteux, à une température de l'ordre de 40 à 50 °C, et coulé
10 dans des moules d'où il est extrait, après complet refroidissement, sous la forme d'éléments unidoses.

Avec des moules conduisant à des pastilles en forme de disques de 4 cm de diamètre et 5 mm d'épaisseur, le poids de chaque pastille est de 10 g, ce qui représente un pouvoir colorant
15 correspondant à 3,5 g de colorant de base.

Exemple VII

On procède comme dans l'un ou l'autre des exemples ci-dessus, mais en partant d'une composition dans laquelle la part du colorant est composée à 30 % en poids de colorant E132 (bleu
20 d'indigotine) et à 70 % de colorant E102 (jaune de tartrazine).

On obtient ainsi un produit colorant fournissant une couleur verte. Il est intéressant de relever que dans les deux couleurs de base sont intimement réparties de manière équilibrée dans chaque élément solide du produit, granulé ou vermicelle, ou pastille ou
25 autre forme venue de moulage.

Exemple VIII

On procède comme ci-dessus mais en visant la fabrication d'un produit colorant destiné à être utilisé par un fabricant d'aliments pour animaux sous forme de croquettes sèches. Le
30 colorant de départ est du colorant E171, c'est-à-dire du dioxyde de

13

titane en poudre micronisée. Il est dilué dans un mélange de polyéthylène-glycol à l'état fondu et de mélange effervescent à une température comprise entre 50 et 70 °C. Les agglomérats obtenus lors du refroidissement présentent des dimensions comprises entre 2
5 et 5 mm.

Chez l'utilisateur, le produit peut être dosé dans le mélange alimentaire sec pour atteindre une concentration d'environ 10 % en colorant E171 proprement dit. A titre de comparaison, si ce colorant est directement utilisé sans avoir subi le traitement suivant
10 l'invention, on ne sait guère dépasser une concentration de 0,5 % en poids. On constate là un avantage qui vient s'ajouter à celui d'éviter tous les problèmes de poussières au moment de la manipulation assurant la coloration de l'aliment par une dispersion du colorant minéral qui dans l'application, est équivalente à une dissolution.

15 En variante de cet exemple, on remplace le colorant minéral de dioxyde de titane E171 par du colorant de tartrazine E102, tel qu'il est utilisé de manière connue dans ce genre d'aliments secs pour y présenter une concentration finale de 0,1 % en poids.

20 Suivant une autre variante, on combine les deux colorants dans un même produit colorant suivant l'invention en les introduisant simultanément pour mise en solution ou pseudo-solution dans le polyéthylène-glycol fondu, en mélange avec les constituants du mélange effervescent. On observe à cette occasion que le mélange
25 des colorants et leurs dosages respectifs sont assurés à la fabrication du produit suivant l'invention et que le client n'a plus aucun besoin de manipuler les poussières salissantes. Il est en outre assuré d'obtenir la nuance désirée de manière reproductible.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication de produits colorants alimentaires, solubles en milieu aqueux, caractérisé en ce qu'il consiste à mélanger au moins un composé organique colorant de départ, initialement sous forme de poudre de granulométrie micronique, et un liant essentiellement constitué de polyéthylène-glycol, lui-même incorporé sous forme de poudre, ainsi qu'un agent effervescent à deux constituants qui sont introduits séparément à sec pour être mélangés avec ledit colorant et ledit liant, à chauffer ensuite le mélange pulvérulent résultant à une température suffisante pour assurer la fusion du liant et la dissolution du ou des composés colorants, puis à refroidir le mélange fondu obtenu de manière à obtenir un produit colorant sous forme solide dans lequel ledit composé colorant est intimement mélangé audit liant.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la température à laquelle le mélange pulvérulent est porté est comprise entre 40°C et 80°C.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le mélange fondu est mis en forme par moulage, au cours de son refroidissement.
4. Procédé selon la revendication 3, dans lequel le mélange fondu est mis en forme par extrusion.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel l'on assure la précipitation du mélange fondu sous forme de granules de dimension de l'ordre du millimètre directement à partir du mélange fondu lors de son refroidissement.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel l'agent effervescent est présent dans la proportion de 10 à 50 % par rapport au poids total du mélange.
7. Procédé selon la revendication 6, dans lequel l'agent effervescent est présent dans la proportion de 15 à 30 % par rapport au poids total du mélange.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel l'agent effervescent est du type à deux constituants formés par l'acide citrique et un carbonate.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel le mélange comporte de 10 à 80 % de polyéthylène-glycol par rapport au poids total du mélange.
10. Procédé selon la revendication 9, dans lequel le mélange comporte de 20 à 60 % de polyéthylène-glycol par rapport au poids total du mélange.
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, dans lequel le mélange comporte de 10 à 70 % de composé colorant par rapport au poids total du mélange.
12. Procédé selon la revendication 11, dans lequel le mélange comporte entre 30 et 50 % de composé colorant par rapport au poids total du mélange.
13. Utilisation du produit colorant obtenu selon le procédé de l'une quelconque des revendications 1 à 12 pour la coloration de produits alimentaires.
14. Utilisation selon la revendication 13, dans laquelle lesdits produits alimentaires sont des boissons.