

Brevet N° **8 1 9 3**  
du **29 novembre 1979**  
Titre délivré : **22 AVR. 1980**



Monsieur le Ministre  
de l'Économie Nationale et des Classes Moyennes  
Service de la Propriété Industrielle  
LUXEMBOURG

## Demande de Brevet d'Invention

### I. Requête

La société dite: GENERAL FOODS CORPORATION, 250 North Street, (1)  
WHITE PLAINS, New York 10625, Etats-Unis d'Amérique, représen-  
tée par Monsieur Jacques de Muyser agissant en qualité de (2)  
mandataire

dépose ce vingt-neuf novembre 1900 soixante-dix-neuf (3)  
à 15 heures, au Ministère de l'Économie Nationale et des Classes Moyennes, à Luxembourg :

1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant :  
"Procédé d'aromatisation de produits alimentaires et produit (4)  
aromatisé utilisé dans ce but".

déclare, en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :  
1.- James Patrick MAHLMANN, 3 Ryder Road, WAYNE, New Jersey (5)  
07470, Etats-Unis d'Amérique  
2.- Steven Mark SCHECHTER, 2031 Palmetto Street, RIDGEWOOD,  
New York 11385, Etats-Unis d'Amérique

2. la délégation de pouvoir, datée de WHITE PLAINS le 12 novembre 1979  
3. la description en langue française de l'invention en deux exemplaires ;  
4. // planches de dessin, en deux exemplaires ;  
5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,  
le 29 novembre 1979

~~XX~~  
(6) déposée(s) en (7) .....  
le ..... (8)

au nom de ..... (9)  
élit domicile pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg .....  
35, bd. Royal ..... (10)

sollicite la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les annexes  
susmentionnées, — avec ajournement de cette délivrance à // mois.

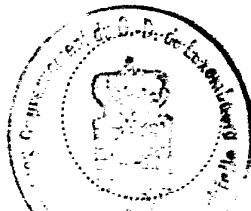
Le mandataire

### II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie Nationale  
et des Classes Moyennes, Service de la Propriété Industrielle à Luxembourg, en date du :

29 novembre 1979

à 15 heures



Pr. le Ministre  
de l'Économie Nationale et des Classes Moyennes,  
P.

Brevet N° **8 1 9 3**  
du **29 novembre 1979**  
Titre délivré : .....



Monsieur le Ministre  
de l'Économie Nationale et des Classes Moyennes  
Service de la Propriété Industrielle  
LUXEMBOURG

## Demande de Brevet d'Invention

### I. Requête

La société dite: **GENERAL FOODS CORPORATION, 250 North Street, (1)**  
**WHITE PLAINS, New York 10625, Etats-Unis d'Amérique, représen-**  
**tée par Monsieur Jacques de Muyser agissant en qualité de (2)**  
**mandataire**

dépose ce **vingt-neuf novembre 1900 soixante-dix-neuf (3)**  
à **15 (4)** heures, au Ministère de l'Économie Nationale et des Classes Moyennes, à Luxembourg :

1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant :  
**"Procédé d'aromatisation de produits alimentaires et produit (4)**  
**aromatisé utilisé dans ce but".**

déclare, en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :  
**1.- James Patrick MAHLMANN, 3 Ryder Road, WAYNE, New Jersey (5)**  
**07470, Etats-Unis d'Amérique**  
**2.- Steven Mark SCHECHTER, 2031 Palmetto Street, RIDGEWOOD,**  
**New York 11385, Etats-Unis d'Amérique**

2. la délégation de pouvoir, datée de **WHITE PLAINS (6)** le **12 novembre 1979 (7)**  
3. la description en langue **française (8)** de l'invention en deux exemplaires ;  
4. **// (9)** planches de dessin, en deux exemplaires ;  
5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,  
le **29 novembre 1979 (10)**

~~XX~~  
(6) ..... déposée(s) en (7) .....  
le ..... (8)

au nom de ..... (9)  
**élit domicile pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg (10)**  
**35, bd. Royal**

**solicite la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les annexes**  
**susmentionnées, — avec ajournement de cette délivrance à // mois.**

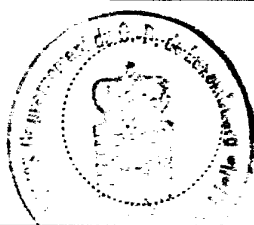
Le **mandataire**  
*[Signature]*

### II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie Nationale et des Classes Moyennes, Service de la Propriété Industrielle à Luxembourg, en date du :

**29 novembre 1979**

à **15** heures



Pr. le Ministre  
de l'Économie Nationale et des Classes Moyennes,  
p. *[Signature]*

*AEF*

A 68007

(1) Nom, prénom, firme, adresse — (2) s'il y a lieu «représenté par ...» agissant en qualité de mandataire — (3) date du dépôt en toutes lettres — (4) titre de l'invention — (5) noms et adresses — (6) brevet, certificat d'addition, modèle d'utilité — (7) pays — (8) date — (9) déposant originaire — (10) adresse — (11) 6, 12 ou 18 mois.

Mémoire Descriptif  
déposé à l'appui d'une demande de  
**BREVET D'INVENTION**  
au  
**Luxembourg**

formée par: GENERAL FOODS CORPORATION

pour: "Procédé d'aromatisation de produits alimentaires  
et produit aromatisé utilisé dans ce but".

PROCEDE D'AROMATISATION DE PRODUITS ALIMENTAIRES ET  
PRODUIT AROMATISE UTILISE DANS CE BUT

La présente invention concerne des particules aromati-  
ques de substances végétales comme du café, des grains de  
5 céréales et/ou de la chicorée.

Les poudres solubles pour boissons, comme les produits  
de café séché par pulvérisation, sont relativement dépourvues  
d'arôme par rapport à la substance mère, notamment le café  
torréfié et moulu. Une faible intensité d'arôme existe éga-  
10 lement dans certains types de cafés torréfiés comme la plu-  
part des cafés décaféinés et les cafés torréfiés comprimés  
décrits dans les brevets E.U.A N° 1 903 362, 3 615 667 et  
3 801 716. Ces produits à faible arôme ont initialement une  
faible quantité d'arôme de sorte que, lors de l'ouverture  
15 initiale du produit par le consommateur, et quelle que soit  
la quantité d'arôme présente dans le produit, elle est rapi-  
dement dissipée après l'ouverture initiale du récipient, de  
sorte que les ouvertures ultérieures du récipient pendant un  
cycle type d'utilisation du produit ne dégagent que peu ou pas  
20 d'arôme.

On notera que l'expression "produit de café", telle  
qu'utilisée dans cette invention, désigne non seulement les  
produits contenant 100 % de café mais aussi les cafés de  
substitution et les cafés dilués qui peuvent contenir des  
25 grains torréfiés (par exemple du blé), de la chicorée et  
d'autres substances végétales, seules ou en combinaison avec  
du café.

Jusqu'à présent, la majeure partie des efforts faits  
pour ajouter un arôme naturel à des produits alimentaires  
30 s'est concentrée sur l'addition d'arôme de café torréfié à  
des cafés solubles comme le café séché par pulvérisation ou  
lyophilisation. Le domaine de la présente invention se  
situe donc incontestablement dans le domaine de l'aromatisa-  
tion des produits de café, mais on envisage cependant l'ap-  
35 plication de cette invention à l'aromatization d'autres pro-  
duits alimentaires.

A l'heure actuelle, pratiquement tous les cafés solu-  
bles du commerce sont combinés à de l'huile de café, par  
exemple par pulvérisation sur le café soluble avant son

conditionnement d'une huile de café pure ou enrichie en arôme. De cette manière, le café soluble aura un arôme plus proche de celui du café torréfié et moulu non décaféiné. L'addition d'huile est généralement effectuée par la technique bien connue de placage d'huile (décrite dans le brevet des E.U.A. N° 3 148 070) ou par injection d'huile (décrite dans le brevet des E.U.A. N° 3 769 032). A l'heure actuelle, les produits de café torréfiés du commerce ne contiennent aucun arôme ajouté, tous les essais d'obtention d'un produit plus aromatique concernant la conservation des produits aromatiques contenus dans les grains de café fraîchement torréfiés.

L'huile de café, avec ou sans arômes ajoutés, a été le milieu préféré utilisé pour aromatiser le café car les produits pouvaient encore être considérés comme du café pur ; cependant, les techniques mises au point pour la production de l'huile de café (Voir Sivetz, Coffee Processing Technology, Vol. 2, Avi Publishing Company, 1963, pages 21-30), comme l'extraction par solvant ou l'expression de l'huile de café à partir du café torréfié, ne sont pas particulièrement indiquées car le fabricant se retrouve soit avec du café torréfié contenant du solvant, soit avec un gâteau exprimé, qui doivent tous deux être traités ou rejetés. L'addition d'huile à un produit de café s'est également révélée gênante en ce que, de façon indésirable, des gouttelettes d'huile peuvent apparaître sur la boisson liquide préparée à partir du produit contenant l'huile. Ainsi, il serait avantageux de mettre au point des procédés d'aromatisation de produits de café qui utilisent du café ou d'autres substances végétales, mais qui ne nécessitent pas la production ou l'addition d'huile de café ou de toute autre substance glycéridique.

On utilise comme support de l'arôme de café des particules de matière végétale ayant une structure cellulaire essentiellement insoluble et une teneur en huile naturelle d'au moins 1 % et, de préférence, d'au moins 3 % en poids, comme le café, les grains (par exemple le blé) ou la chicorée, particules qui peuvent être sous forme de grains de café entiers torréfiés ou de particules subdivisées de café,

de blé ou de chicorée torréfiés, y compris des particules  
broyées ou moulues à l'état colloïdal. Les particules  
peuvent être obtenues à partir de café torréfié comprimé  
ou même de mouture de café épuisée, comme le marc prove-  
nant de la fabrication du café soluble. Ces particules  
5 sont mises en contact avec des composés aromatiques volatils  
de sorte que les composés aromatiques sont emprisonnés  
ou adsorbés en quantité supérieure à 0,1 % en  
poids. Bien qu'il soit théoriquement possible d'adsorber  
10 des composés aromatiques en quantité allant jusqu'à environ  
5 % en poids, des taux supérieurs à 1 % sont difficiles à  
obtenir en pratique. Le café torréfié et moulu classique  
auquel on n'a pas ajouté de produits aromatiques en contient  
en quantité inférieure à 0,05 % en poids. De préférence,  
15 les particules aromatisées selon cette invention contien-  
dront des composés aromatiques à raison de 0,2 % ou plus,  
typiquement environ 0,5 %. Ce matériau torréfié aromatisé  
est combiné à des produits de café à faible arôme, à un taux  
pondéral approprié pour obtenir l'arôme désiré. On utilise  
20 un taux d'environ 0,05 % à 2 % de particules ajoutées quand  
les particules insolubles ou seulement partiellement solu-  
bles sont combinées à une poudre soluble pour limiter la  
quantité de sédiment dans le produit reconstitué. Un taux  
de composés aromatiques dans les particules de seulement  
25 0,1 % en poids nécessiterait typiquement l'addition de plus  
de 5 % de ces particules dans le produit de café à faible  
arôme. Quand les particules aromatisées sont combinées à  
un matériau insoluble, il est évidemment possible d'utiliser  
un taux supérieur, disons jusqu'à 10 % en poids.

30 Quand on désire obtenir des particules inférieures à  
200  $\mu$ , des techniques de cryopulvérisation, comme décrite  
dans le brevet des E.U.A. N° 3.965.267, se sont révélées  
utiles. Le café soluble classique, comme le café séché par  
pulvérisation ou lyophilisé, ne s'est pas révélé être un  
35 support utilisable quand on l'emploie dans le procédé de  
cette invention. On n'a pas trouvé que la poudre de café  
soluble adsorbe, retienne ou stabilise les produits aromati-  
ques au même degré ou de la même manière que le café, les  
grains ou la chicorée torréfiés qui sont utilisés dans la

présente invention.

Les méthodes de mise en contact des particules torrè-  
fiées avec les composés aromatiques, pour emprisonner l'arôme  
dans les particules, sont nombreuses et variées. L'utilisa-  
5 tion de pressions élevées et/ou de faibles températures de  
particules peut permettre de maximaliser la prise d'arôme ou  
de diminuer le temps nécessaire pour obtenir un taux désiré  
d'aromatisation ; cependant, de telles conditions ne sont  
pas nécessaires. Il sera souvent indiqué, cependant, de  
10 minimiser la quantité d'eau qui vient en contact avec les  
particules avant, pendant et après l'aromatisation. La  
teneur en eau et la quantité de matériau fournissant les  
produits aromatiques aux particules torrèfiées doivent être  
réglées de sorte que la teneur en eau des particules soit  
15 maintenue en dessous d'environ 15 % en poids. Des techniques  
appropriées de condensation, de vaporisation, d'entraînement  
et/ou de toute autre séparation peuvent être utilisées pour  
séparer l'eau et les produits aromatiques contenus dans les  
courants gazeux portant les arômes, les givres d'arômes ou  
20 les condensés aromatiques liquides. Il peut également être  
indiqué de séparer les produits aromatiques de tout gaz  
vecteur (par exemple  $\text{CO}_2$ ) dans lequel ils sont entraînés.  
Parmi les techniques utilisables pour adsorber des composés  
aromatiques dans les particules torrèfiées, citons : (1) la  
25 technique qui consiste à placer un mélange des particules  
torrèfiées et d'un givre  $\text{CO}_2$ /arôme condensé dans un réci-  
pient sous aération, de préférence au-dessus de  $-40^\circ\text{C}$ , et  
à permettre à la portion  $\text{CO}_2$  du givre de se sublimer ; (2)  
la technique qui consiste à enfermer les particules torrè-  
30 fiées et un givre aromatique condensé dans un ou deux réci-  
pients sous pression reliés, puis à élever la température  
dans le récipient contenant le givre pour vaporiser le  
givre et fournir une pression élevée ; (3) la technique qui  
consiste à combiner un condensé aromatique aqueux très  
35 concentré avec les particules torrèfiées à un niveau auquel  
il n'humidifie pas de façon indue les particules ; (4) la  
technique qui consiste à condenser les produits aromatiques  
sur les particules torrèfiées refroidies ; (5) la technique  
qui consiste à faire passer un courant de gaz à faible

teneur en eau et portant les arômes dans un lit ou une colonne de particules torréfiées.

Les composés aromatiques que l'on peut utiliser dans cette invention peuvent provenir de l'une quelconque des nombreuses sources bien connues de l'homme de l'art. Selon la technique de contact que l'on utilisera, les arômes peuvent être présents sous forme d'un composant d'un gaz, d'un condensé liquide ou d'un givre condensé. Parmi les arômes que l'on peut utiliser, citons les arômes de l'huile de café, comme décrit dans le brevet des E.U.A. N° 2 947 634; les arômes obtenus pendant la torréfaction du café vert, comme décrit dans le brevet des E.U.A. N° 2 156 212 ; les arômes obtenus pendant le broyage du café torréfié, comme décrit dans le brevet des E.U.A. N° 3 021 218 ; les arômes volatiles distillés avec entraînement à la vapeur d'eau obtenus à partir de café torréfié et moulu, comme décrit dans les brevets des E.U.A. N° 2 562 206, 3 132 947, 3 244 521, 3 421 901, 3 532 507 et 3 615 665, et les arômes distillés sous vide obtenus à partir de café torréfié et moulu, comme décrit dans les brevets des E.U.A. N° 2 680 687 et 3 035 922. Il serait également possible d'utiliser des composés chimiques synthétiques volatils qui reproduisent ou simulent les composés aromatiques présents naturellement dans le café torréfié. Comme le verra l'homme de l'art, l'addition de composés aromatiques volatils à des produits alimentaires donnera également, en plus de l'amélioration d'arôme désirée, un effet de flaveur en raison de la présence d'une certaine quantité des composés dans le produit alimentaire au moment de la consommation.

Selon un mode de réalisation de cette invention, on obtient un gaz aromatique de café contenant une proportion élevée de gaz carbonique, de préférence plus de 80 % en poids, à partir d'une source comme un équipement de broyage de café industriel. On fait, de préférence, passer ce gaz dans un premier réfrigérant où il est refroidi à une température de 2°C à 10°C et où la majeure partie de l'eau contenue dans le gaz est condensée. Ce gaz est ensuite amené à un réfrigérant, comme un échangeur de chaleur chemisé et à parois raclées, refroidi à l'aide d'un gaz liquide comme

l'azote liquide, où le gaz est condensé sous forme d'un givre de gaz carbonique.

Le givre est ensuite placé dans un récipient sous pression où il est réchauffé, par exemple à l'aide d'une  
 5 chemise d'eau environnante, à au moins 29°C et, de préférence, à une température comprise entre environ 2°C et 65°C. La quantité de givre et la dimension du récipient sous pression sont adaptées de sorte qu'une pression gazeuse d'au moins 6,8 atmosphères s'établira dans le(les) réci-  
 10 pient(s). Lorsque la température du givre augmente au-dessus d'environ - 56,6°C, le gaz carbonique solide contenu dans le givre est transformé en une phase liquide et/ou une phase de vapeur saturée portant l'arôme.

On permet ensuite à la vapeur de gaz carbonique portant  
 15 l'arôme de venir en contact avec le café, le blé et/ou la chicorée torréfiés, ce contact ayant lieu dans le même récipient que celui dans lequel on vaporise le givre ou dans un second récipient dans lequel on amène la vapeur de gaz carbonique porteuse d'arôme. Comme le verra l'homme de  
 20 l'art, quand on utilise deux ou plusieurs récipients, le volume total de tous les récipients et des raccords sera inversement proportionnel à la pression qui s'établit dans le système.

Après la durée de contact désirée, on isolera si néces-  
 25 saire le récipient contenant l'adsorbant torréfié faiblement aromatisé, puis on le refroidira, généralement à une température inférieure à 0°C et, de préférence, inférieure à - 45°C, avant de l'ouvrir à l'atmosphère. Cette étape de refroidissement fera que des composés aromatiques de café  
 30 supplémentaires seront adsorbés en raison du pouvoir d'adsorption de l'adsorbant (c'est-à-dire par condensation capillaire dans la structure microporeuse). Il serait, évidemment, possible de maximaliser cette adsorption supplé-  
 35 mentaire en refroidissant à la température où se formera à nouveau un givre. A ce moment, la pression dans le récipient approcherait de la pression atmosphérique et il est souvent indiqué alors de chauffer et de mettre le récipient à l'air pour enlever le gaz carbonique et élever la température du contenu au-dessus de 0°C.

Quand on utilise des récipients séparés pour le givre et le matériau adsorbant, il est possible de recueillir une portion des composés aromatiques qui pourraient se dégager du récipient contenant l'adsorbant avec le gaz carbonique.

5 Ceci peut être effectué en isolant le récipient à givre et en le refroidissant pour condenser à nouveau le gaz carbonique en un givre. Si l'on relie ensuite ce récipient contenant le givre refroidi à la conduite d'évacuation du

10 récipient contenant l'adsorption, les vapeurs évacuées passeront dans le récipient contenant le givre ou elles seront condensées et disponibles pour aromatiser des quantités supplémentaires de café, de blé et/ou de chicorée torréfiés.

On n'a pas trouvé que la granulométrie particulière du

15 café, du blé et/ou de la chicorée torréfiés à aromatiser selon cette invention, soit déterminante. L'utilisation que l'on fera des particules portant l'arôme peut permettre de choisir ce paramètre. Par exemple, il peut être indiqué :

(1) d'aromatiser des grains de café entiers dont quelques-

20 uns seront introduits dans un conteneur de produits de café torréfiés et moulus ou solubles, donnant un produit ayant un aspect unique en son genre ; (2) d'aromatiser du café, du blé et/ou de la chicorée torréfiés dont la dimension doit correspondre à celle d'un produit torréfié et moulu avec

25 lequel on doit les mélanger, et (3) d'aromatiser des particules ayant une dimension de 840 microns ou moins pour les incorporer dans un produit de café soluble. On peut avantageusement obtenir un matériau torréfié finement moulu ayant une granulométrie inférieure à 200 microns et, de préférence,

30 d'environ 25 microns, en utilisant la technique de cryopulvérisation du brevet des E.U.A. N° 3 965 267. On peut également utiliser des particules de taille colloïdale.

On pense que la teneur en huile des particules torréfiées, d'au moins 1 % et, de préférence, au moins 3 %,

35 améliore l'aptitude des particules cellulaires à emprisonner les produits aromatiques. Cette amélioration peut être mise en évidence par d'adsorption d'une quantité supérieure de produits aromatiques et/ou d'un plus large spectre de produits aromatiques. On a également trouvé que ce

composant huileux peut également avoir un but utile quand on conditionne dans des bocaux de verre un matériau alimentaire en poudre aromatisé, produit selon cette invention, car même de très faibles quantités d'huile, contenues dans le produit conditionné, empêcheront les petites particules de matériau d'adhérer à l'intérieur du bocal en verre, ce qui pourrait produire un aspect peu plaisant.

La teneur en eau de la substance de départ (café, blé et/ou chicorée torréfiés) doit être en-dessous de 7 % pour éviter des problèmes de stabilité des produits aromatiques fixés, en particulier pendant la période avant que l'adsorbant portant l'arôme soit combiné au produit de café de faible arôme. Une fois que la combinaison est effectuée, l'excès d'eau qui peut être présent dans l'adsorbant portant l'arôme migrera dans le produit de faible arôme qui a préalablement été séché à une teneur en eau stable. Comme l'adsorbant aromatisé peut être ajouté à un niveau inférieur à environ 2 % du poids du matériau à faible arôme, la quantité totale d'eau transférée peut être insignifiante.

L'invention est en outre illustrée par les exemples suivants, mais ne leur est pas limitée.

#### Exemple 1

On place 300 grammes de café torréfié et moulu dans une bombe de Parr de 2 litres purgée au gaz carbonique. On place dans un bain-marie à 50°C une seconde bombe de Parr contenant 200 grammes de givre de gaz de broyage, ce qui provoque la sublimation du givre et donne une température interne d'environ 24°C et une pression maximale d'environ 62,2 atmosphères. En utilisant un tube de raccord sous pression élevée, on maintient ensuite les deux bombes de Parr à température ambiante pendant trois heures. On isole la bombe contenant le café torréfié et moulu, puis on la refroidit et on la maintient à environ - 70°C pendant 10 heures. Puis, on met cette bombe à l'air libre et on la réchauffe à 0°C. Le café torréfié et moulu aromatisé résultant possède un arôme intense de café fraîchement torréfié.

#### Exemple 2

On place et on enferme hermétiquement 200 grammes de givre de gaz de broyage et 300 grammes de café torréfié de

mouture normale (granulométrie moyenne de 860 microns) dans une bombe de Parr de 2 litres sous atmosphère de CO<sub>2</sub>. On place trois couches de serviettes en papier entre le givre et le café en tant que produit adsorbant de l'eau provenant du givre de façon à minimiser l'agglomération du café torréfié. Puis on chauffe le contenu de la bombe à la température ambiante (24°C) pendant trois heures pendant lesquelles s'établit une pression d'environ 41,8 atmosphères, et l'on maintient ces conditions pendant une heure supplémentaire. On refroidit la bombe en utilisant de la neige carbonique pendant un temps allant jusqu'à 20 heures jusqu'à ce que la pression interne revienne à la pression atmosphérique. Puis, en utilisant un bain de glace, on chauffe la bombe de Parr à 0°C sous environ 14,6 atmosphères; on évacue ensuite lentement CO<sub>2</sub> du système. Sous atmosphère de CO<sub>2</sub>, on ouvre la bombe de Parr, on enlève le café torréfié aromatisé et on le combine avec de la poudre de café séchée par pulvérisation et agglomérée à un taux de 0,58 % en poids (1 gramme pour 170 grammes de poudre) et on l'enferme hermétiquement dans un bocal en verre sous atmosphère de CO<sub>2</sub>.

### Exemple 3

On répète le mode opératoire de l'Exemple 2 en utilisant du café torréfié et moulu à fine mouture (granulométrie moyenne de 620 microns) et des grains entiers à la place du café de mouture normale. On évalue périodiquement les bocalux fermés de chacune de ces trois variantes, tant sur le plan organoleptique qu'avec un chromatographe en phase gazeuse, et on les compare à un échantillon témoin aromatisé en ajoutant de l'huile de café enrichie d'arôme de gaz de broyage (rapport du givre à l'huile de 1,8:1) dans un bocal de 170 grammes de café séché par pulvérisation et aggloméré, cette addition étant effectuée à un taux de 0,2%. On prépare l'huile de café aromatisée selon la technique de décantation sous pression élevée décrite dans le brevet des E.U.A. N° 4.119.736. Ainsi, la quantité de givre de gaz de broyage consommée dans la préparation de tous les échantillons est à un niveau comparable (0,67 pour 0,61 gramme par bocal). Le Tableau I résume la quantité relative de composés hydrocarbonés volatils totaux présents dans 1 ml

d'espace de tête dans les bocaux fermés, en fonction du temps, avec une conservation à 35°C.

TABLEAU I

Stabilité de conservation à 35°C du café soluble aromatisé

5 Numération chromatographique moyenne en millions ( $\pm 10\%$ )

| Porteur<br>d'arôme | Huile<br>de café<br>Témoin | Grains<br>entiers<br>torréfiés | Café<br>torréfié<br>de mouture<br>normale | Café<br>torréfié<br>de fine<br>mouture |
|--------------------|----------------------------|--------------------------------|---|--|
|--------------------|----------------------------|--------------------------------|---|--|

10 Durée de  
conservation  
(semaines)

|      |      |      |      |      |
|------|------|------|------|------|
| 0    | 1,75 | 1,10 | 4,30 | 2,00 |
| 2    | 1,81 | 1,15 | 3,60 | 2,20 |
| 15 4 | 1,75 | 1,13 | -    | 1,80 |
| 6    | 1,60 | 1,00 | 3,10 | 1,90 |
| 8    | 1,50 | 1,15 | 3,10 | 2,00 |
| 10   | 1,40 | 1,20 | 3,10 | -    |

20 L'examen du Tableau I montre que le café soluble aromatisé avec des particules de tailles différentes de café torréfié aromatisé se comporte très bien en ce qui concerne la numération de l'espace de tête indépendamment du niveau aromatique initial. Des évaluations organoleptiques confir-  
25 ment les résultats précédents.

En même temps que les mesures chromatographiques, on effectue des évaluations organoleptiques périodiques sur chaque échantillon en utilisant un jury de dégustateurs de café entraînés. Brièvement, une évaluation organoleptique  
30 type comporte deux éléments. On détermine d'abord la teneur en oxygène du bocal fermé en utilisant un analyseur d'oxygène Beckman, Modèle C2. La teneur en oxygène doit être inférieure en 4 %. Puis, on ouvre le bocal et on note la qualité relative, l'intensité et la nature de l'arôme dans l'espace  
35 de tête, en utilisant trois ou quatre expérimentateurs confirmés, chacun avec sa propre série d'échantillons. Puis, on range les bocaux selon leur intensité relative (impact) sur une échelle de 1 (nulle) à 9 (très intense) et selon leurs qualités relatives sur une échelle de 1 (extrêmement

médiocre) à 9 (excellente). La seconde phase d'évaluation comprend la préparation d'une tasse de café soluble et la détermination de l'arôme et de la flaveur immédiats relatifs de chaque tasse. Enfin, on fait un examen visuel de l'aspect superficiel de chaque tasse en notant la présence d'huile, de café torréfié ou de toute autre matière. En outre, pour ces échantillons, on décante soigneusement les tasses et on note la présence de sédiment. En général, une approximation grossière indique que 40 % des tasses préparées avec l'échantillon de mouture normale ont une à cinq taches sur la surface et/ou un sédiment de type marc au fond de la tasse. Pour l'échantillon à fine mouture, environ 30 à 40 % des tasses préparées contiennent un léger sédiment de type marc après décantation du breuvage. Les surfaces de tous les échantillons sont totalement dépourvues d'huile. L'échantillon témoin comportant de l'huile de café donne des tasses ayant une surface huileuse notable.

Les Tableaux II et III résument les opinions moyennes des expérimentateurs en ce qui concerne l'impact de l'arôme et la qualité dans le bocal, en fonction de la durée de conservation.

TABLEAU II

Effet de la conservation à 35°C sur l'évaluation de l'impact de l'arôme (Echelle de 1 à 9)

|    | <u>Durée</u><br><u>(semaines)</u> | <u>Huile</u><br><u>de café</u> | <u>Grains</u><br><u>entiers</u> | <u>Mouture</u><br><u>normale</u> | <u>Mouture</u><br><u>fine</u> |
|----|-----------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|-------------------------------|
| 25 | 0                                 | 7,5                            | 6,5                             | 6,5                              | 7,0                           |
|    | 2                                 | 6,0                            | 5,0                             | 6,0                              | 6,5                           |
|    | 4                                 | 5,5                            | 4,5                             | 6,0                              | 6,0                           |
| 30 | 6                                 | 5,7                            | 5,0                             | 6,0                              | 6,0                           |
|    | 8                                 | 6,0                            | 5,0                             | 6,0                              | 5,5                           |
|    | 10                                | 6,0                            | 6,0                             | 6,0                              | -                             |

TABLEAU III

Effet de la conservation à 35° C sur l'évaluation de la  
qualité de l'arôme (Echelle de 1 à 9)

|    | <u>Durée</u><br><u>(Semaines)</u> | <u>Huile</u><br><u>de café</u> | <u>Grains</u><br><u>entiers</u> | <u>Mouture</u><br><u>normale</u> | <u>Mouture</u><br><u>fine</u> |
|----|-----------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|-------------------------------|
| 5  | 0                                 | 7,0                            | 6,5                             | 7,0                              | 7,0                           |
|    | 2                                 | 5,7                            | 5,0                             | 7,0                              | 6,5                           |
|    | 4                                 | 5,0                            | 4,0                             | 6,5                              | 5,5                           |
| 10 | 6                                 | 6,0                            | 4,0                             | 5,5                              | 5,5                           |
|    | 8                                 | 6,0                            | 5,0                             | 6,0                              | 5,0                           |
|    | 10                                | 6,0                            | 6,0                             | 6,0                              | -                             |

Comme on peut le voir d'après les résultats précédents,  
15 l'impact et la qualité de l'arôme des diverses variantes  
testées sont comparables à ceux du témoin. L'analyse chro-  
matographique des variantes montre toujours une composition  
d'espace de tête très similaire à celle du témoin.

Après dix semaines de conservation à 35°C, on évalue  
20 les bocaux fermés dans un effet d'utilisation qui reflète  
une simulation de l'utilisation réelle jour après jour par  
le consommateur. Les résultats de cette étude montrent que  
les trois variantes possèdent un impact et une qualité  
d'arôme comparables à ceux du témoin.

25 Exemple 4

On sèche du marc de café épuisé à une teneur en eau de  
7 % en poids et on place 300 grammes de ce produit dans une  
bombe de Parr de 2 litres contenant une couche inférieure de  
200 grammes de givre de gaz de broyage et une couche de  
30 serviettes de papier. Puis on ferme la bombe, on chauffe à  
la température ambiante (environ 59 atmosphères) et, après  
3 heures, on refroidit la bombe avec de la neige carbonique  
pour ramener la pression interne à la pression atmosphérique.  
Puis on introduit la bombe dans un bain d'eau, on chauffe à  
35 0°C et on l'évalue. Puis on mélange le marc épuisé aromati-  
sé avec de la poudre de café soluble à raison de 0,5 %.  
Après stockage dans des conditions inertes, le produit  
résultant est caractérisé comme ayant un arôme de type café  
prononcé et agréable avec des notes légèrement plus vertes

que les produits des exemples 2 et 3.

Exemple 5

On effectue la cryopulvérisation de grains de café de Colombie torréfiés de façon poussée en utilisant de l'azote  
5 liquide comme fluide cryogénique. Les particules broyées possèdent une dimension moyenne de 125 microns et on les conserve sous atmosphère sèche. On mélange ensuite soigneusement les particules avec un givre de gaz de broyage de café à un rapport pondéral de 1,2:1. Puis on transfère le  
10 mélange dans un bocal à évent de trous d'épingle prérefroidi et on conserve le tout à - 8°C pendant une nuit. Puis, on combine les particules aromatisées avec un agglomérat de café séché par pulvérisation, à un taux de 0,2 % en poids, et on conditionne dans des bocaux de verre sous atmosphère  
15 inerte. Après une conservation prolongée, on trouve que les bocaux contiennent un arôme d'espace de tête agréable.

RENDICATIONS

1. Produit alimentaire sec aromatisé, caractérisé en ce qu'il comprend un mélange d'un matériau alimentaire de faible arôme et de particules d'un matériau végétal chargé d'arôme, lesdites particules représentant de 0,05 à 10 % du poids du matériau alimentaire, ledit matériau végétal ayant une structure cellulaire essentiellement insoluble et lesdites particules contenant en adsorption une quantité de matières volatiles aromatiques supérieure à 0,2 % en poids, suffisante pour donner un arôme d'espace de tête agréable au produit alimentaire sec.

2. Produit selon la revendication 1, caractérisé en ce que le matériau végétal est choisi dans le groupe comprenant le café torréfié, les grains torréfiés, la chicorée torréfiée, et leurs combinaisons.

3. Produit selon la revendication 2, caractérisé en ce que le matériau alimentaire de faible arôme est un produit de café soluble et que les particules chargées d'arôme sont présentes à raison de 0,05 à 2 %.

4. Produit selon la revendication 2, caractérisé en ce que le matériau alimentaire à faible arôme est un produit de café torréfié.

5. Produit selon la revendication 4, caractérisé en ce que le produit de café torréfié est un café décaféiné.

6. Produit selon la revendication 1, caractérisé en ce que le matériau végétal a une teneur en huile naturelle d'au moins 3 % en poids.

7. Procédé d'obtention d'un arôme d'espace de tête pour produit alimentaire de faible arôme, conditionné et sec, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant :

a) à mettre en contact des particules de matériau végétal avec des composés aromatiques volatils, de sorte que ces produits aromatiques sont adsorbés par les particules en quantité supérieure à 0,2 % en poids, ledit matériau végétal ayant une structure cellulaire essentiellement insoluble et une teneur en huile naturelle d'au moins 3 % en poids,

b) à combiner les particules aromatisées de l'étape a) avec un matériau alimentaire de faible arôme sec, à un

taux de 0,05 % à 2 % en poids, et

c) à conditionner la combinaison de l'étape b) dans un récipient fermé hermétiquement.

5 8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le matériau végétal est broyé à une granulométrie inférieure à 200 microns en diamètre, avant l'aromatisation.