

12

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: **90401379.4**

51 Int. Cl.<sup>5</sup>: **C13F 3/00, A23L 1/236,**  
**C13F 5/00**

22 Date de dépôt: **23.05.90**

30 Priorité: **26.05.89 FR 8906902**

43 Date de publication de la demande:  
**28.11.90 Bulletin 90/48**

84 Etats contractants désignés:  
**AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE**

71 Demandeur: **BEGHIN-SAY SOCIETE ANONYME**

**F-59239 Thumeries(FR)**

72 Inventeur: **Wacquez, Jean**  
**28, rue Pasteur**  
**F-59710 Pont a Marcq(FR)**

74 Mandataire: **David, Daniel et al**  
**BEGHIN-SAY, SA, Service Propriété**  
**Industrielle, 54 avenue Hoche**  
**F-75008 Paris(FR)**

54 **Produit édulcorant formé de cristaux agglomérés et son procédé de fabrication.**

57 Le produit édulcorant conforme à l'invention à base de saccharose cristallisé ou autre ingrédient équivalent, se présente sous la forme de morceaux moulés obtenus, de façon connue en soi, par humidification de l'ingrédient, moulage et séchage. Il est caractérisé en ce qu'il comprend entre 0,01 % et 2 % d'au moins un additif hydrocolloïdal choisi parmi les pectines et la gélatine.

Les morceaux offrent une meilleure résistance à l'abrasion tout en présentant une vitesse de délitement accrue par rapport aux morceaux moulés ne contenant pas cet additif.

**PRODUIT EDULCORANT FORME DE CRISTAUX AGGLOMERES ET SON PROCEDE DE FABRICATION**

L'invention se rapporte à un produit édulcorant constitué essentiellement d'un ou de plusieurs ingrédients cristallisés choisis parmi le saccharose, les dérivés de sucre ou bien les polyols, qui ont été agglomérés ou compactés en morceaux.

Afin d'augmenter son pouvoir sucrant, le produit peut comporter, en outre, en association avec l'ingrédient ou le mélange d'ingrédients mentionnés ci-dessus, un ou plusieurs édulcorants intenses. Les édulcorants intenses tels la saccharine, les saccharinates, l'acésulfame, et surtout les édulcorants du type dipeptide, c'est à dire les esters de l'aspartyl-phénylalanine dont le plus utilisé est l'ester de méthyle, l' $\alpha$ -L-aspartyl-L-phénylalanine méthyle ester, connu sous l'appellation d'aspartame (APM en abrégé), sont largement utilisés dans l'industrie alimentaire, du fait de leur pouvoir sucrant élevé, au moins égal à environ 150 fois celui du saccharose. Dans l'application visée par la présente invention, l'addition d'édulcorants intenses a généralement pour but la réalisation de morceaux présentant un pouvoir sucrant proche de celui que le consommateur a l'habitude de goûter, mais à pouvoir énergétique inférieur.

La méthode de fabrication classique consiste à mélanger intimement les ingrédients, s'il y en a plusieurs, à les humidifier, à leur donner la forme désirée en les moulant, et à les passer à l'étuvage pour éliminer quasiment toute humidité. On obtient de la sorte, par exemple, le sucre en morceaux usuels, de consommation courante.

Le procédé de moulage du sucre se décompose comme suit :

- humidification à l'eau du mélange sec de cristaux dans une proportion allant de 1 à 2%,
- introduction du mélange humidifié dans les alvéoles d'une plaque de moulage obstruée à son extrémité par un piston,
- arasage de la plaque de moulage et de ses alvéoles par une lame en même temps que le piston exerce une pression sur le mélange contenu dans les alvéoles
- démoulage du mélange par le mouvement du piston qui traverse les alvéoles de la plaque de moulage et fait tomber les morceaux moulés sur une plaque de démoulage transportée par un convoyeur à bande,
- passage de la plaque de démoulage avec le mélange moulé dans un corps d'étuve maintenu à une température comprise entre 60 et 65 °C, pendant 20 à 30 minutes,
- regroupement des morceaux moulés dans leur container de conditionnement,
- enfin maturation des morceaux le temps nécessaire à l'obtention d'une répartition homogène de l'eau résiduelle.

L'invention a pour premier objet de remédier au problème de l'érosion que l'on constate sur les morceaux obtenus par moulage, après qu'ils ont été manipulés et transportés. L'origine de cette érosion se trouve dans les forces de pression ou les chocs auxquels les morceaux sont soumis au cours de leur transport et des frottements entre eux ou bien avec les parois de leur emballage. Il s'ensuit une altération de l'aspect du produit avec formation de poudre résiduelle, inutilisable, qui se dépose au fond du container de conditionnement. Les fabricants n'ont jusqu'à présent trouvé aucune solution satisfaisante à ce problème.

L'invention a également pour objet de fournir un produit édulcorant en morceaux susceptible de se déliter aisément dans les liquides aqueux à édulcorer. Le délitement se manifeste, au contact du liquide, par une destruction du morceau qui se sépare en plusieurs fragments avant d'entrer en solution. Lorsque ces fragments tardent à se former, ou ne se forment pas, leur passage à l'état dissous est long, et le consommateur y voit un défaut. Ce problème de mise en solution des morceaux, à une vitesse satisfaisante, se retrouve en particulier dans les produits, mis récemment dans le commerce, qui sont composés en majeure partie de saccharose associé à un édulcorant intense du type aspartame par exemple.

Il a été trouvé maintenant que l'on pouvait, de façon surprenante, améliorer, à la fois la résistance mécanique aux chocs et aux frottements, et l'aptitude au délitement de tels produits en morceaux, en leur incorporant à la fabrication une quantité mesurée d'au moins un additif hydrocolloïdal choisi parmi les pectines et la gélatine.

De préférence, la quantité d'additif sera comprise entre 0,01 et 2% en poids de la matière sèche totale ; en particulier elle sera inférieure à 0,1 %. Le dosage exact retenu sera fonction de l'amélioration observée de la résistance à l'érosion et de la vitesse de délitement du produit sucrant en morceaux de même composition mais ne comportant pas d'additif hydrocolloïdal.

Les additifs hydrocolloïdaux donnant d'excellents résultats, notamment quand l'ingrédient est le saccharose, sont une pectine à prise lente méthylée à 53-57 % et une gélatine de degré BLOOM d'au moins 200, en particulier une gélatine 200 BLOOM ou une gélatine 250 BLOOM; un mélange d'au moins deux de ces

additifs convient également.

Le produit conforme à l'invention peut comprendre également un additif édulcorant intense dans une proportion comprise entre 0,01 et 10 % en poids de matière sèche. Les édulcorants intenses convenant à cette application sont la saccharine, les saccharinates, l'acésulfame ou les édulcorants du type dipeptide tels que l'aspartame.

Le produit conforme à l'invention peut comprendre également un additif destiné à rehausser le goût, tel que le glutamate de soude, ou bien un arôme concentré.

L'humidité totale entrant dans la composition du produit édulcorant au moment de la confection du mélange doit être comprise entre 1 et 2% pour permettre son compactage ultérieur. L'humidité du produit formé est inférieure ou égale à 1% après dessiccation par étuvage à température adaptée aux constituants du produit final et après maturation de celui-ci. La densité du produit final n'est pas différente de ce qu'elle serait sans la présence de l'additif, pectine ou gélatine, agissant sur ses caractéristiques mécaniques.

On connaît la demande de brevet EP 219150 qui concerne un produit sucrant comprenant un ingrédient tel le saccharose, au moins un édulcorant intense et un produit ayant la propriété de stabiliser les matières pâteuses à base de sucre et se présentant sous forme de mousse. Il est mentionné que ledit stabilisateur de mousse peut être un amidon, une maltodextrine, un agar, une protéine ou encore une gélatine.

Le produit en question dans EP 219150 se caractérise essentiellement par sa structure aérée et sa faible densité comprise entre 0,1 et 0,9 %. Pour obtenir ce résultat, on génère des pores à l'intérieur de la masse de sucre en portant le mélange humidifié, tout en le malaxant à une température comprise entre 80° et 160° C, sous une pression telle que l'eau se transforme en vapeur et produise un moussage du sucre. Après découpage en morceaux, on refroidit progressivement la matière pour qu'elle conserve sa structure poreuse.

Les morceaux ainsi fabriqués se délitent aisément car les liquides pénètrent rapidement par les pores jusqu'au coeur de la masse. Toutefois leur fabrication nécessite la mise en oeuvre d'une température élevée qui présente des inconvénients aussi bien sur le plan économique, dépense supplémentaire en énergie, que sur le plan produit car elle limite l'emploi de certains édulcorants, comme l'aspartame qui commence à se dégrader dès 80° C, en particulier lorsque le pH est alcalin. En outre, il ne semble pas que la résistance mécanique d'un tel produit soit améliorée par rapport aux morceaux moulés.

Les produits conformes à l'invention ne présentent pas ces inconvénients car ils sont fabriqués selon les techniques classiques de l'industrie sucrière, et ne subissent pas de chauffage à température élevée. On améliore en outre, de façon sensible, aussi bien le délitement que la résistance mécanique, résultats qui n'étaient pas prévisibles a priori.

L'invention a également pour objet un procédé de préparation du produit édulcorant en morceaux contenant l'additif améliorant ses caractéristiques mécaniques.

Le procédé conforme à l'invention dérive du procédé connu de moulage rappelé plus haut. Il est caractérisé en ce que l'additif hydrocolloïdal est mis en solution dans la quantité d'eau nécessaire au mouillage ou à l'empâtage de l'ingrédient cristallisé.

Grâce à l'invention, on fabrique ainsi le produit de façon simple et peu onéreuse. Le procédé peut être mis en oeuvre dans une installation existante classique sans qu'il soit nécessaire de lui apporter d'importantes modifications.

Un tel procédé comprend les étapes suivantes :

- Lorsque le produit doit contenir plusieurs ingrédients sous forme cristalline : saccharose, dérivé de sucre, polyol, on procède d'abord au mélange à sec de ces derniers. On choisit de préférence des ingrédients dont la granulométrie possède un coefficient de variation granulométrique élevé c'est-à-dire de l'ordre de 50 % autour de 500 µm. On utilise à cette fin un mélangeur-malaxeur du type utilisé dans l'industrie alimentaire ou pharmaceutique dans le but d'obtenir un mélange intime des constituants secs sans trop altérer leur granulométrie. Un mélangeur à poudre/poudre ou à poudre/liquide du type bicône ou un mélangeur malaxeur, chacun étant connu en soi, est préconisé pour cette opération.
- Dans un récipient séparé, on met en solution le ou les additifs technologiques de l'invention dans la totalité de l'eau nécessaire au mouillage ou à l'empâtage des ingrédients de base. Cette quantité d'eau mesurée ne diffère pas sensiblement de celle que l'on emploie dans le procédé classique de moulage. Elle est dans une proportion comprise entre 1 et 2 % de la masse totale du produit sec.
- Selon la caractéristique de solubilité des produits d'addition utilisés, et leur caractéristique de solubilité, la mise en solution se fera à chaud ou à froid, et à l'aide d'un homogénéisateur. Le cas échéant, l'eau de mouillage pourra servir aussi de solvant aux édulcorants intenses, solubles, si ceux-ci font partie de la composition du produit sucrant, par exemple l'acésulfame. On peut également prévoir d'y ajouter des arômes ou des rehausseurs de goût comme le glutamate de soude.
- On procède ensuite au mélange intime de la masse pulvérulente et de la solution ainsi préparées.

L'introduction de la solution aqueuse dans la masse pulvérulente peut se faire par injection ou pulvérisation ; les types de mélangeurs utilisés lors de la première étape décrite plus haut conviennent généralement pour cette phase .

- Dans le cas où le produit final doit contenir un édulcorant intense non soluble dans la solution de mouillage, on introduit celui-ci dans le liquide de mouillage en réalisant une suspension. L'aspartame entre dans cette catégorie.

- Enfin, on procède au moulage et à l'étuvage des morceaux selon la technique classique utilisée dans l'industrie sucrière, par exemple, pour la fabrication du sucre en morceaux et qui a été rappelé ci-dessus.

La description qui suit se rapporte à des exemples de réalisation de produits conformes à l'invention.

Les exemples présentés ne sont pas limitatifs .

On a sélectionné trois hydrocolloïdes dont les caractéristiques physico-chimiques sont rapportées dans le tableau ci-après .

| HYDROCOLLOÏDE            | PECTINE SLOW SET                             | GELATINE ALIMENTAIRE                                           |                                   |
|--------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|-----------------------------------|
|                          |                                              | 200 BL                                                         | 250 BL                            |
| pH sol. en eau distillée | 2,76 à 4%                                    | 4,8-5,3 à 1%                                                   | 4,8-5,3 à 1%                      |
| degré d'estérification   | 53 à 57%                                     |                                                                |                                   |
| humidité                 | <10%                                         | <13%                                                           | <13%                              |
| solubilité/eau           | 4% dans eau à 60 ° c                         | Commence à gélifier à la concentration de 1% dans l'eau froide |                                   |
| dispersibilité/eau       | jusqu'à 10% avec l'aide d'un homogénéisateur |                                                                |                                   |
| pouvoir gélifiant        | 150 ° ± 10 ° SAG (méthode IPT)               | à 6,67%, 10 ° C en BLOOM 200                                   | à 6,67%, 10 ° C en BLOOM 250      |
| aspect                   | poudre fine de couleur jaune clair           | poudre fine de couleur jaune clair                             | poudre fine de couleur blanchâtre |

Le pouvoir gélifiant d'une pectine est mesuré en degrés SAG selon une méthode standardisée connue en soi. Le pouvoir gélifiant d'une gélatine est mesuré en degrés BLOOM qui correspond également à une méthode connue en soi. Par exemple pour la mesure du degré BLOOM, on prépare une solution de gélatine à 6,66 % dans un flacon à large col que l'on laisse pendant 16 à 18 H dans un bain à 10 ° C. On effectue la mesure à l'aide d'un gélomètre BLOOM qui indique le poids en grammes nécessaire pour produire une dépression de 4 mm en surface, au moyen d'un plongeur de 12,7 mm de diamètre.

## EXEMPLES

### Exemple 1

On a réalisé un produit de référence. Il s'agit de morceaux contenant un mélange d'édulcorants intenses (APM et Acesulfame), et présentant un pouvoir sucrant double que celui reconnu aux morceaux de saccharose de même poids (2,75g). La formule des morceaux pour 100g de produit après étuvage est la suivante :

|                                | avant<br>étuvage | après moulage<br>et étuvage |
|--------------------------------|------------------|-----------------------------|
| sucre cristal                  | 99,62            | 99,54                       |
| eau                            | 1,90             | 0,10                        |
| mélange d'édulcorants intenses | 0,36             | 0,36                        |
|                                | <u>101,90</u>    | <u>100,00</u>               |

10

## Exemple 2

On a réalisé, selon le procédé de l'invention, le même type de produit que dans l'exemple précédent en lui additionnant 0,06% de pectine slow set. La formule des morceaux obtenus pour 100g de produit après étuvage est la suivante :

|                                | avant<br>étuvage | après moulage<br>et étuvage |
|--------------------------------|------------------|-----------------------------|
| sucre cristal                  | 99,58            | 99,50                       |
| eau                            | 1,90             | 0,08                        |
| pectine                        | 0,06             | 0,06                        |
| mélange d'édulcorants intenses | 0,36             | 0,36                        |
|                                | <u>101,90</u>    | <u>100,00</u>               |

30

## Exemple 3

On a réalisé, selon le procédé de l'invention, le même produit que dans l'exemple 1 mais en lui additionnant 0,08% de gélatine 200 BLOOM . La formule des morceaux obtenus pour 100g de produit après étuvage est la suivante :

|                                | avant<br>étuvage | après moulage<br>et étuvage |
|--------------------------------|------------------|-----------------------------|
| sucre cristal                  | 99,56            | 99,50                       |
| eau                            | 1,90             | 0,06                        |
| gélatine                       | 0,08             | 0,08                        |
| mélange d'édulcorants intenses | 0,36             | 0,36                        |
|                                | <u>101,90</u>    | <u>100,00</u>               |

## Exemple 4

On a réalisé selon le procédé de l'invention le même produit que dans l'exemple 1 mais en lui additionnant une gélatine 250 BLOOM.

|                                | avant<br>étuvage | après moulage<br>et étuvage |
|--------------------------------|------------------|-----------------------------|
| sucre cristal                  | 99,60            | 99,46                       |
| eau                            | 1,90             | 0,14                        |
| gélatine 250 BI                | 0,04             | 0,04                        |
| mélange d'édulcorants intenses | 0,36             | 0,36                        |
|                                | <u>101,90</u>    | <u>100,00</u>               |

#### Résultats comparés :

On a fait subir des essais de résistance mécanique et de délitement à des morceaux confectionnés selon les exemples 1 à 4.

Pour mesurer la résistance à l'abrasion, on a placé 10 morceaux sur un tamis, à ouverture de 1000  $\mu\text{m}$ , oscillant à 100 oscillations par minute. Après 7 minutes, on a récupéré le sucre en poudre qui a traversé le tamis, et rapporté sa masse en pourcentage de la masse initiale.

Pour mesurer la dureté, on a employé un pénétromètre et répertorié le nombre de graduations qu'il indique au moment de la rupture du morceau de produit édulcorant.

La mesure du délitement est le temps nécessaire en secondes, pour qu'un morceau de produit déposé dans un panier métallique, lui-même plongé dans l'eau à 20 ° C, soit complètement délité.

Les résultats sont rassemblés dans le tableau I qui montre que, grâce à l'invention, on obtient une réduction des pertes par abrasion avec une augmentation de la dureté, alors que le temps de délitement est réduit de 30 % au moins.

TABLEAU I

|           | Humidité % | Abrasion % | Dureté | Délitement<br>en sec. |
|-----------|------------|------------|--------|-----------------------|
| Exemple 1 | 0,10       | 12,95      | 1,88   | 376                   |
| Exemple 2 | 0,08       | 10         | 2,80   | 275                   |
| Exemple 3 | 0,06       | 7,77       | 2,95   | 240                   |
| Exemple 4 | 0,14       | 4,16       | 2,92   | 220                   |

#### Revendications

1) Produit édulcorant en morceaux formés de cristaux agglomérés d'un ingrédient ou d'un mélange d'ingrédients choisis parmi le saccharose, les dérivés de sucre et les polyols, lesdits morceaux étant obtenus selon un procédé qui comprend au moins une étape d'humidification à température ambiante de l'ingrédient, une étape de mise en forme par moulage sans élévation de température suivie d'une étape de séchage, caractérisé en ce qu'il comprend en outre, entre 0,01 % et 2 % en poids de matière sèche d'au moins un additif hydrocolloïdal choisi parmi les pectines et la gélatine de façon à améliorer notamment sa résistance mécanique.

2) Produit édulcorant selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il comprend entre 0,01 % et 0,1 % dudit additif hydrocolloïdal.

3) Produit édulcorant selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que l'additif hydrocolloïdal est une pectine à prise lente méthylée à 53-57 %.

4) Produit édulcorant selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que l'additif hydrocolloïdal est une gélatine de degré BLOOM au moins égal à 200.

5) Produit édulcorant selon la revendication 4 caractérisé en ce que l'additif hydrocolloïdal est une gélatine de 250 BLOOM.

6) Produit édulcorant selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que l'additif hydrocolloïdal est un mélange d'au moins deux additifs selon les revendications 2 à 4.

7) Produit édulcorant selon l'une des revendications 1 à 6 caractérisé en ce qu'il comprend en outre entre 0,01 et 10 % d'un additif édulcorant intense.

5 8) Produit édulcorant selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce qu'il comprend en outre un arôme, ou un rehausseur de goût comme le glutamate de soude.

9) Procédé de fabrication d'un produit édulcorant selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que l'additif hydrocolloïdal est mis en solution dans la quantité d'eau nécessaire au mouillage ou à l'empâtage de l'ingrédient cristallisé.

10 10) Procédé de fabrication selon la revendication précédente caractérisé en ce que l'on met en solution dans l'eau de mouillage, au moins un additif soluble tel qu'un arôme concentré, un rehausseur de goût comme le glutamate de soude, ou un édulcorant intense soluble comme l'acésulfame.

11) Procédé selon l'une des revendications 9 ou 10 caractérisé en ce que l'on introduit un édulcorant intense non soluble en réalisant une suspension dudit édulcorant dans l'eau de mouillage.

15

20

25

30

35

40

45

50

55



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 90 40 1379

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |                                                                                       |                                                 |                                            |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|--------------------------------------------|
| Catégorie                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes       | Revendication concernée                         | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)       |
| D,X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | EP-A-0 219 150 (RAFFINERIE TIRLEMONTOISE)<br>* Revendications 1,3,8,11,12 *           | 1,9,10                                          | C 13 F 3/00<br>A 23 L 1/236<br>C 13 F 5/00 |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | ---                                                                                   | 2-8,11                                          |                                            |
| X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | EP-A-0 106 910 (AJINOMOTO)<br>* Revendications 1-5; exemple 1; page 7, lignes 10-20 * | 1,9,10                                          |                                            |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | ---                                                                                   | 2-8,11                                          |                                            |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | WO-A-8 606 747 (POLIVE-WUHLIN)<br>* Revendications 1-10 *                             | 1-11                                            |                                            |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | GB-A-2 209 917 (DUTTON)<br>* Revendications 1-5; page 1, lignes 25-30 *<br>-----      | 1                                               |                                            |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |                                                                                       |                                                 | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5) |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |                                                                                       |                                                 | C 13 F<br>A 23 L                           |
| Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |                                                                                       |                                                 |                                            |
| Lieu de la recherche<br>LA HAYE                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |                                                                                       | Date d'achèvement de la recherche<br>06-09-1990 | Examineur<br>VAN MOER A.M.J.               |
| <b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b><br>X : particulièrement pertinent à lui seul<br>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br>A : arrière-plan technologique<br>O : divulgation non-écrite<br>P : document intercalaire<br>T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons<br>.....<br>& : membre de la même famille, document correspondant |                                                                                       |                                                 |                                            |