

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 05.07.00.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 11.01.02 Bulletin 02/02.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : MICROLITHE SA Société anonyme — FR.

⑦2 Inventeur(s) : PERNIN MARC et MARTY BERNARD JEAN PIERRE.

⑦3 Titulaire(s) :

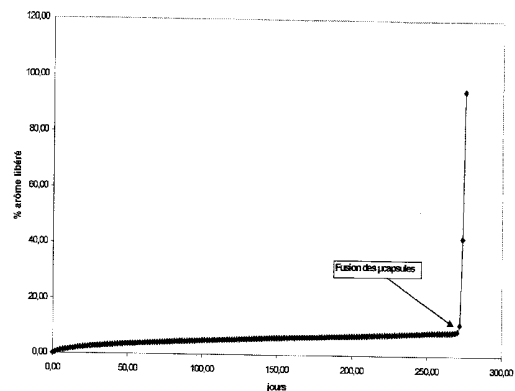
⑦4 Mandataire(s) :

⑤4 PROCÉDE DE FABRICATION D'ARÔME DE CAFÉ ENCAPSULE UTILISANT UNIQUEMENT DES INGREDIENTS EXTRAITS DES GRAINS DE CAFÉ.

⑤7 Procédé de fabrication d'arôme de café encapsulé utilisant uniquement des ingrédients extraits des grains de café.

L'invention se rapporte à la fabrication de microcapsules contenant de l'arôme de café. Dans un réacteur thermostaté on place un mélange formé de 90% d'huile de café hydrogénée et de 10% d'arôme de café. Le mélange est maintenu sous agitation constante à une température légèrement supérieure à la température de fusion du mélange. A l'aide d'une pompe ou de tout autre dispositif permettant de le déplacer, ce mélange est acheminé vers un dispositif de pulvérisation formé par exemple d'une buse à air, d'une buse vibrée ou de tout autre appareillage permettant de diviser le mélange fondu en fines gouttelettes. Durant leur trajet dans l'air environnant, éventuellement refroidi artificiellement, les gouttelettes se solidifient et l'arôme se retrouve ainsi emprisonné dans une matrice d'huile de café hydrogénée.

Le procédé, qui met en oeuvre des ingrédients provenant uniquement de grains de café, est particulièrement approprié à l'aromatization de cafés de bonne qualité puisqu'il permet de conserver l'appellation "café".



L'invention se rapporte à la fabrication de microcapsules contenant de l'arôme de café. Dans tout ce qui suit, on parlera indifféremment de microcapsules ou de capsules d'arôme de café pour désigner le même produit.

5 Selon les plus anciens procédés, on extrait les constituants aromatiques volatils du café torréfié à l'aide de vapeur d'eau ou de gaz inertes humides à faible pression relative. Il se forme alors un condensat contenant l'arôme qui est ensuite ajouté au concentré ou sirop de café fabriqué de façon habituelle, avant ou après l'étape de séchage par atomisation ou par lyophilisation. L'inconvénient majeur de ces procédés est que les constituants aromatiques volatils sensibles à l'humidité sont mis en présence d'eau, induisant une série de réactions indésirables au sein de la phase aqueuse, telles que des condensations et des réactions d'hydrolyse. De plus, au cours du séchage par atomisation, une grande partie de l'arôme est à nouveau perdue.

15 Selon d'autres procédés, par pressage de café torréfié à l'aide de presses à vis ou d'autres types de presses, on obtient une huile aromatique qui peut être réincorporée dans les extraits finis. Bien que la proportion de constituants aromatiques moyennement et peu volatils dans ce type d'extrait soit plus importante, ces extraits ont l'inconvénient majeur de sentir le brûlé de façon plus ou moins marquée. Ceci est la conséquence des pressions et températures élevées appliquées à la masse pressée et de la pyrolyse partielle qui en résulte. Par ailleurs, la teneur en arômes volatils est plus faible dans ces extraits que dans le café fraîchement torréfié, en grande partie à cause des conditions de pressage. Les résidus de pressage résultant de ces procédés ont encore un fort contenu en extrait aromatique, mais ils ne peuvent être transformés dans les installations habituelles sans traitement préalable car leur contenu élevé en particules fines provoque un colmatage des appareillages.

20 Des compositions aromatiques ont été obtenues à partir de café torréfié par extraction à l'aide de solvants ou de mélanges de solvants dont on ajuste la polarité de façon à extraire le maximum de composants aromatiques. L'inconvénient de ce procédé consiste surtout à séparer les solvants quantitativement des constituants aromatiques; ceci n'est pas possible sans pertes, en particulier des composants volatils.

30 On trouve aussi dans l'art antérieur de nombreuses références à propos de la cristallisation d'un arôme de café par condensation à basse température. Ces « arômes cristallisés » sont formés par condensation à basse température des arômes volatils dégagés durant le broyage, la distillation à la vapeur, le grillage ou la distillation sèche des cafés grillés et moulus. Ces produits volatils sont souvent obtenus par condensation à basse température des vapeurs dégagées, par exemple en faisant passer les gaz dans un piège à azote liquide et former ainsi le condensat désigné ci-dessus sous le terme d'« arôme cristallisé ». Celui-ci peut provenir de la condensation d'un gaz de broyage, de grillage, de distillation sèche, de distillation à la vapeur, etc. Comme exemples de brevets concernant la préparation d'arômes cristallisés, on peut citer les brevets des Etats-Unis d'Amérique n° 2 680 687 et n° 3 021 218.

40 Cependant, l'arôme cristallisé, une fois préparé, doit pouvoir être incorporé sous forme stable, dans le dérivé de café qu'il doit aromatiser. Ce dérivé peut être un café dit "instantané" ou "soluble" car ils sont relativement dépourvus de l'arôme caractéristique du café naturel, grillé et moulu. Fréquemment, on n'obtient qu'un résultat médiocre ou nul en introduisant simplement l'arôme cristallisé dans des cafés solubles habituels car tout l'arôme s'échappe dès que le flacon est ouvert. Toutefois, une partie de l'arôme est retenue si le dérivé de café a été mis en contact avec de l'huile de café, par pulvérisation ou par un autre moyen. L'huile de café a un effet stabilisant, permettant une certaine rémanence de l'arôme cristallisé dans le café soluble ainsi traité. L'huile de café est couramment obtenue par des méthodes d'extraction bien connues des hommes de l'art; on utilise en général l'un des deux procédés ci-après.

Selon le premier qui est un procédé d'extraction liquide, on utilise un solvant organique, par exemple l'éther, pour extraire l'huile du café grillé et moulu. Le solvant est ensuite éliminé, laissant comme résidu l'huile de café.

5 Dans le second procédé, très répandu, l'extraction de l'huile à partir des grains de café grillés et moulus est réalisée en soumettant ces grains à des pressions très élevées. Le produit obtenu est souvent appelé "huile d'expression", et comme on n'ajoute pas de produits étrangers pour extraire l'huile, c'est cette huile d'expression qui est le plus souvent utilisée pour le traitement des cafés solubles. L'huile d'expression, qu'on appellera dans ce qui suit "huile brute", contient de nombreux composants parmi lesquels des paraffines, des esters de stérols, des triglycérides, des diglycérides, des monoglycérides, des stérols libres, des esters diterpéniques tels que les esters de cafestol et de kahwéol et des lipides polaires, comme des phospholipides. On a observé que certains de ces composés, bien que désirables en eux-mêmes comme apportant le goût et l'arôme du café grillé et moulu, sont indésirables quand l'huile brute est utilisée comme support de l'arôme cristallisé. Autrement dit, lorsque l'arôme cristallisé a été incorporé à l'huile brute l'ensemble formé par l'essence de l'arôme et l'huile de support devient rance en très peu de temps, l'arôme devenant alors désagréable du fait de la formation de l'odeur caractéristique du café moisi. Il semble que ce rancissement soit dû à l'action de la lumière et de l'oxygène sur l'huile brute, entraînant la transformation de certains composants, comme les esters diterpéniques présents dans l'huile de café, en radicaux libres qui provoquent eux-mêmes une nouvelle réaction et un rancissement rapide. En conséquence, si l'on emploie l'huile brute comme support pour l'arôme cristallisé, tous les avantages de départ propres à cet adjonction d'arôme sont annulés, pour peu que le produit soit exposé à la lumière et à l'oxygène de l'air, même pour un laps de temps assez court.

15 Des améliorations ultérieures ont été obtenues par des procédés de purification de l'huile de café brute, avec stabilisation de cette huile de façon à en faire, pour l'incorporation de l'arôme cristallisé, un meilleur véhicule qui procure un support d'arôme de café ne donnant pas lieu à un rancissement rapide et à une odeur de café moisi. L'un de ces procédés consiste à distiller sous vide l'huile de café dans certaines conditions bien précises en éliminant certains composants tels que les esters diterpéniques non saturés. Une fois éliminés par un mode opératoire soigneux de distillation, ces composants indésirables n'entraînent plus de rancissement ni de développement rapide de l'odeur de café moisi. L'huile ainsi purifiée, pratiquement formée de triglycérides, constitue donc un support d'une stabilité satisfaisante pour l'arôme cristallisé.

25 La distillation sous vide de l'huile brute de café a déjà été proposée, notamment dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 2 947 634 et le brevet français n° 2 130 383 selon lesquels on obtient des arômes de grande qualité par distillation d'une huile d'expression à des pressions inférieures à la pression atmosphérique dans des conditions de température relativement douces.

40 Enfin, on peut extraire les arômes volatils de substances végétales, telles que le café torréfié, avec du gaz carbonique à des pressions comprises entre environ 5 et 40 atmosphères, condenser le gaz carbonique, puis ajouter le condensat obtenu, contenant les arômes volatils, à l'extrait de café pour l'aromatiser. On peut aussi extraire les arômes volatils avec du gaz carbonique liquide, mais en même temps on entraîne une faible quantité de constituants gras, de sorte qu'avec le gaz carbonique liquide, on obtient presque uniquement les arômes.

45 Pour une meilleure stabilité du principe aromatique, il ne faut pas extraire seulement les composants volatils qui ne sont pas stables, mais il faut en plus extraire les antioxydants contenus dans le café torréfié ainsi qu'une grande quantité d'huile de café. Ainsi, les arômes volatils obtenus à l'état adsorbé sur l'huile jouant le rôle de support, sont de ce fait facilement dosables à l'état d'huile, mais peuvent être stockés ultérieurement et sont par conséquent très faciles à manipuler, car l'extrait huileux contient aussi des antioxydants.

50

L'objectif précédent ne peut être atteint lorsqu'on utilise comme agent d'extraction du gaz carbonique liquide ou gazeux à des pressions allant d'environ 5 à 40 atmosphères. On doit alors employer du gaz carbonique à l'état supercritique, c'est à dire du gaz carbonique dont la température est supérieure à la température critique de 31,3°C et dont la pression est supérieure à la pression critique de 73 bars.

Enfin, des recherches ont été faites sur l'encapsulation des arômes du café afin de les retenir le plus longtemps possible dans le café soluble. Comme exemple de brevet de capsules d'arôme de café on citera le brevet français n° 79 18910. Divers excipients, dont des gommes, ou d'autres hydrocolloïdes ont été utilisées à cette fin mais le principal inconvénient qui en résulte est l'introduction de matières étrangères dans le café. On a aussi utilisé de la poudre de café pour préparer des microcapsules remplies de particules solides de café imprégnées d'arôme de café. Dans tous ces cas la quantité d'arôme encapsulé est peu élevée et il faut donc ajouter une proportion relativement forte de microcapsules au café soluble.

On peut aussi préparer des microcapsules de café comprenant une coque durcie, formée de café et/ou de particules solides de succédané de café, entourant une gouttelette d'huile de café contenant l'arôme. Ces microcapsules de café peuvent avoir diverses dimensions ; leur diamètre moyen approximatif peut être compris par exemple entre 250µ et un ou deux millimètres.

L'invention est destinée à éliminer les inconvénients décrits ci-dessus et notamment éviter l'introduction de matières étrangères dans le café. En effet, pour mériter l'appellation « café » le produit doit être élaboré uniquement à partir de constituants extraits de grains de café à l'exclusion d'ingrédients de toute autre origine. L'invention se rapporte à des microcapsules d'arôme de café comprenant une matrice d'huile de café hydrogénée dans laquelle on a dissout ou dispersé ou absorbé l'arôme de café. La matrice des microcapsules peut être constituée exclusivement d'huile de café hydrogénée ou peut contenir d'autres fractions extraites du grain de café telles que des fibres ou toute autre fraction pouvant se révéler utile à la bonne conservation du produit. L'arôme encapsulé peut être formé exclusivement des constituants aromatiques hautement désirables ou bien d'un mélange de ces constituants et d'huile de café tels que décrits précédemment. L'huile de café hydrogénée constituant la matrice d'encapsulation peut être plus ou moins hydrogénée de façon à fondre dans une gamme de températures allant de la température ambiante à 70°C.

Les capsules de café selon l'invention peuvent avoir diverses dimensions et leur diamètre moyen peut être approximativement compris entre quelques microns et quelques millimètres. Des essais et analyses ont montré que la matrice de la capsule est très imperméable et garantit la rétention de l'arôme pendant longtemps. Les essais réalisés ont montré que plus les capsules sont grandes meilleure est la conservation de l'arôme. Les capsules intactes n'ont pratiquement pas d'odeur, mais lorsqu'on verse de l'eau chaude dessus elles fondent et laissent échapper les arômes volatils qu'elles contiennent en une dizaine de secondes et elles sont complètement dissoutes en trente secondes sans agitation.

La phase initiale de production des microcapsules consiste à hydrogéner l'huile de café. Différents procédés peuvent être mis en œuvre. Dans le procédé le plus simple, l'huile et le catalyseur sont introduits dans un réacteur du type « Dead End » ; habituellement, on prépare une dispersion concentrée du catalyseur dont on ajoute ensuite la quantité nécessaire à l'huile à hydrogéner. Le réacteur est un cylindre à fonds bombés, dans lequel le rapport hauteur d'huile liquide/diamètre peut varier de 1 à 1,5 et de préférence de 1,0 à 1,2, équipé d'un agitateur muni de pales sur toute la hauteur, la pale supérieure étant située très légèrement en-dessous de la surface de l'huile chauffée de manière à disperser efficacement le gaz de l'espace de tête dans le liquide. Les pales situées en-dessous de celle-ci servent à maintenir une dispersion homogène des bulles d'hydrogène dans l'huile. La pale inférieure qui est un racleur, empêche la décantation du catalyseur durant la filtration finale.

La réaction se déroule principalement à la surface. La vitesse d'hydrogénation, à cet interface à la pression normale de travail (4 bars), est faible. Elle dépend surtout de l'efficacité de l'agitation. Dans l'espace de tête, égal à 30 à 40 % du volume de l'huile chaude, la vapeur d'eau et les gaz inertes qui n'ont pas réagi se rassemblent conduisant à une
5 augmentation de la pression ; il est nécessaire d'éliminer ces gaz par une purge à l'atmosphère. Ceci peut être évité en utilisant d'une part de l'hydrogène très pur et d'autre part une huile convenablement déshydratée. Le séchage doit avoir lieu de préférence en dehors du réacteur soit dans un réacteur séparé, soit dans un sécheur sous vide en continu qui sèche l'huile au fur et à mesure de son transfert dans le réacteur d'hydrogénation.

10 La modification de l'huile peut encore être réalisée dans un réacteur à recirculation d'hydrogène. Dans tous les cas il est important d'éliminer toute trace d'eau dans l'huile car elle interfère avec la réaction d'hydrogénation. A température élevée (160-180°C), cette humidité est susceptible d'hydrolyser les triglycérides en libérant des acides gras. Dans le cas d'une recirculation avec des gaz secs, on peut éliminer ces traces d'humidité avant apparition
15 d'une hydrolyse appréciable et contrairement au procédé "Dead End", il n'est pas utile d'avoir un sécheur sous vide en continu de l'huile. Par contre, le gaz entraînant cette humidité et les impuretés doit être séché et purifié par élimination des vésicules de graisse entraînées et des impuretés. Ce gaz est ensuite recyclé, mais le volume recirculé doit être faible par rapport à celui du gaz pur entrant.

20 On peut aussi opérer l'hydrogénation de l'huile dans des appareils à circulation d'huile dans lesquels elle ruisselle à travers l'atmosphère d'hydrogène. Dans ce type d'installation, le catalyseur peut être soit mélangé à l'huile soit disposé dans des paniers.

Il existe enfin des procédés continus dont l'avantage le plus substantiel réside dans le fait que l'on peut alimenter l'installation avec une matière première relativement constante (mélange
25 rationnel de différents lots d'huiles brutes notamment). Le produit fini présente alors des quantités et caractéristiques plus constantes que dans le cas des procédés discontinus tels que décrits précédemment et où l'on enregistre assez souvent, pour un même lot d'huile, des variations importantes des caractéristiques du produit hydrogéné pour les différentes charges d'hydrogénation correspondant au lot considéré. On distingue deux types principaux
30 d'appareils fonctionnant en continu. Le premier groupe est formé des appareils à catalyseur fixe tel le très ancien système de Bulton et Luch qui est une suite de réacteurs contenant des cages fixes remplies de catalyseur sous forme de tournure de cuivre. L'huile circule dans ces réacteurs placés en série où elle rencontre le catalyseur ainsi que l'hydrogène gazeux introduit à la base de chaque appareil. C'est un système délicat à contrôler. En second lieu on
35 trouve les appareils à catalyseur en suspension constitués d'une colonne verticale équipée d'un rotor. Le rotor et l'intérieur de la colonne sont équipés de lames provoquant une agitation intense. Le mélange huile/catalyseur d'une part et l'hydrogène d'autre part sont introduits par le bas de la colonne. L'huile hydrogénée sort en continu de l'appareil. Le catalyseur, très actif, peut être un composé de Nickel et de Zirconium, ce qui permet une hydrogénation à plus
40 basse température. Comme appareillages de ce type on peut citer l'hydrogénateur de Procter and Gamble, celui de Buss, composé d'une série de réacteurs à circulation en boucle, et celui de Lurgi.

En dernier lieu, notons que les récents progrès accomplis dans la maîtrise des réactions chimiques en milieu supercritique permettent d'envisager favorablement la réalisation à
45 grande échelle de l'hydrogénation des huiles insaturées de diverses origines et notamment l'hydrogénation de l'huile de café dans de telles conditions.

La seconde phase de production des microcapsules consiste à préparer une huile de café hydrogénée en fusion et aromatisée par l'une quelconque des méthodes décrites
50 précédemment pour la préparation des huiles de café aromatisées. Cette huile de café hydrogénée en fusion et aromatisée est alors formée en capsules par l'une quelconque des

techniques de pulvérisation suivantes : atomisation ou nébulisation dans une atmosphère à température contrôlée ou non ; perlage, assisté ou non par des vibrations, pulvérisation ou extrusion dans une atmosphère à température contrôlée ou non ou un bain liquide à température contrôlée ou non. On peut ainsi obtenir des microcapsules dont la taille varie d'environ un micron jusqu'à plusieurs millimètres.

La quantité de telles capsules, ajoutées à une poudre de café soluble ou pulvérisées directement sur le café, peut varier dans de grandes proportions mais elle reste généralement comprise entre 0,1 et 10%. Une poudre de café soluble contenant des capsules selon l'invention est d'une qualité supérieure au café soluble qui n'en contient pas. L'ajout d'eau chaude provoque le dégagement d'une forte odeur caractéristique de café fraîchement moulu et torréfié. De plus, l'ouverture répétée du récipient contenant une telle poudre n'altère ni la force ni la qualité de l'arôme.

Une variante avantageuse du procédé de production consiste à pulvériser l'huile de café hydrogénée contenant l'arôme de café et maintenue en fusion sur la poudre de café soluble, de telle manière que l'huile en fusion riche en arôme vienne se coller et solidifier à la surface des grains de café soluble.

Les exemples suivants permettent de comprendre le mode de mise en oeuvre de l'invention sans la limiter pour autant ; les proportions et pourcentages indiqués sont exprimés en poids.

EXEMPLE 1

Dans un réacteur thermostaté on place un mélange formé de 90% d'huile de café hydrogénée et de 10% d'arôme de café. Le mélange est maintenu sous agitation constante à une température légèrement supérieure à la température de fusion du mélange. A l'aide d'une pompe ou de tout autre dispositif permettant de le déplacer, ce mélange est acheminé vers un dispositif de pulvérisation formé par exemple d'une buse à air, d'une buse vibrée ou de tout autre appareillage permettant de diviser le mélange fondu en fines gouttelettes. Durant leur trajet dans l'air environnant, éventuellement refroidi artificiellement, les gouttelettes se solidifient et l'arôme se retrouve ainsi emprisonné dans une matrice d'huile de café hydrogénée solide. Une variante avantageuse de ce procédé peut résulter de la solidification des gouttelettes de mélange fondu dans un liquide, artificiellement refroidi ou non.

Selon les paramètres de refroidissement retenus il peut se révéler nécessaire de laisser reposer les capsules ainsi obtenues à une température et durant un temps déterminés de façon à obtenir une poudre de qualité constante dans le temps. En effet, le phénomène, bien connu des hommes de l'art, de polymorphisme des corps gras fait que ceux-ci n'atteignent pas toujours d'emblée le bon état cristallin et que dans certains cas une étape de maturation ultérieure des produits obtenus est nécessaire à l'obtention de qualités optimales.

EXEMPLE 2

Les microcapsules sont préparées comme décrit dans l'exemple 1 mais on a incorporé en plus des fibres végétales obtenues à partir de diverses plantes ou légumineuses connues pour être parfaitement comestibles et commercialisées comme telles. Sans limiter l'invention à ces seuls exemples on peut citer les fibres de blé, de maïs, de pois et de lentilles comme convenables pour cette utilisation.

EXEMPLE 3

Les microcapsules sont préparées comme décrit dans l'exemple 1 mais l'huile de café hydrogénée a été remplacée par une autre huile végétale hydrogénée. Sans limiter l'invention à ces seuls exemples on peut citer les huiles végétales hydrogénées de palme, de maïs, de tournesol ou de coton comme convenables pour cette utilisation.

EXEMPLE 4

Les microcapsules sont préparées comme décrit dans l'exemple 1 mais on a incorporé en plus des fibres végétales obtenues à partir des grains de café.

EXEMPLE 5

Les microcapsules sont préparées comme décrit dans l'exemple 3 mais on a incorporé en plus des fibres végétales obtenues à partir de diverses plantes ou légumineuses connues pour être parfaitement comestibles et commercialisées comme telles. Sans limiter l'invention à ces seuls exemples on peut citer les fibres de blé, d'orge, de maïs, de pois, de carotte, de tomate, de lentille et de cacao comme convenables pour cette utilisation.

Le tableau ci-dessous indique les pertes d'arôme mesurées avec les différents types de microcapsules obtenues selon les méthodes décrites dans les exemples précédents.

TABLEAU 1

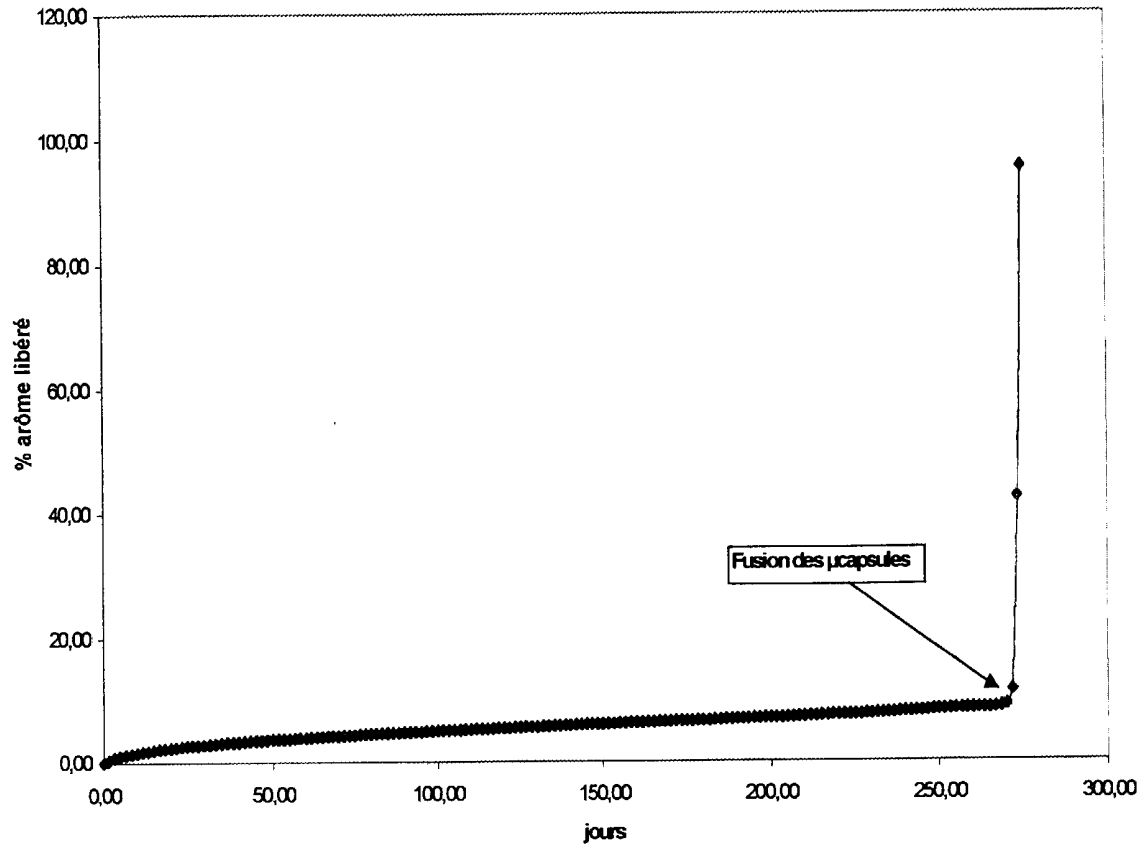
Type de microcapsules (composition de la microcapsule)	Diamètre des microcapsules en μ	Contenu aromatique %	Perte d'arôme après 250 jours à 25°C exprimée en %
Huile de café hydrogénée	350-500	10	16,76
Huile de café hydrogénée + fibres de café	350-500	10	19,30
Huile de café hydrogénée + fibres végétales	350-500	10	22,15
Huile de palme hydrogénée	350-500	10	12,04
Huile de palme hydrogénée + fibres végétales	350-500	10	21,89

10 La figure annexée, qui est un graphique de libération de l'arôme de café encapsulé par le procédé décrit précédemment, illustre bien les propriétés de l'invention puisqu'on voit que les pertes d'arôme par les microcapsules intègres sont faibles mais que lorsqu'on les fait fondre avec de l'eau chaude elles libèrent instantanément tout leur contenu aromatique.

REVENDEICATIONS

1. Microcapsules de café, caractérisées en ce qu'elles consistent en une matrice durcie d'huile de café hydrogénée dans laquelle on a préalablement dissout ou dispersé un arôme naturel ou artificiel de café.
- 5 2. Microcapsules de café selon la revendication 1 dans lesquelles l'arôme est formé d'huile de café contenant un arôme naturel de café.
3. Microcapsules de café selon la revendication 1, caractérisées en ce que leurs dimensions sont comprises entre 10 microns et 3 millimètres.
- 10 4. Procédé de production de microcapsules d'arôme de café caractérisé en ce qu'il consiste essentiellement à mettre en contact l'arôme de café avec de l'huile de café préalablement hydrogénée afin de modifier son point de fusion.
5. Procédé selon les revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il consiste à remplacer l'huile de café hydrogénée par toute autre huile végétale hydrogénée.
- 15 6. Procédé selon les revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il consiste à rajouter dans l'huile de café hydrogénée ou dans l'huile végétale hydrogénée des fibres de grain de café.
7. Procédé selon les revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il consiste à rajouter dans l'huile de café hydrogénée ou dans l'huile végétale hydrogénée des fibres végétales.
8. Procédé d'aromatisation caractérisé en ce qu'il consiste à mélanger les microcapsules selon les revendications 1 à 7 avec les particules d'une poudre de café soluble et/ou de succédané de café.
- 20 9. Procédé d'aromatisation caractérisé en ce qu'il consiste à pulvériser le mélange d'arôme de café et d'huile hydrogénée selon les revendications 1 à 7 sur les particules d'une poudre de café soluble et/ou de succédané de café et à enduire les particules de la poudre.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications, caractérisé en ce que l'huile hydrogénée qui forme les microcapsules contient de 1 à 80% en poids d'arôme de café.
- 25 11. Procédé d'aromatisation caractérisé en ce qu'il consiste à mélanger les microcapsules selon les revendications 1 à 7 avec les ingrédients constitutifs des aliments suivants : glaces, confiseries, biscuits, préparations instantanées, pâtisseries, succédanés de café afin d'en renforcer le goût et l'odeur caractéristique du café.
- 30 12. Microcapsules de café selon la revendication 1, caractérisées en ce que l'extraction de l'arôme et de l'huile de café, l'hydrogénation de ladite huile et la recombinaison de l'huile hydrogénée avec l'arôme sont réalisées dans des conditions dites supercritiques.

Figure 1 : perte d'arôme café encapsulé en fonction du temps



DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	GB 907 571 A (GENERAL FOODS) * page 3, ligne 93 - page 4, ligne 42; revendications 1-5 * * page 4, ligne 96 - ligne 103 * ---	1,2,4,5, 8-10	A23F5/46
A	FR 1 485 493 A (K. LÖBLICH) 27 septembre 1967 (1967-09-27) * revendication 1 * ---	5,9	
A	GB 744 757 A (NIRO ATOMIZER) * page 1, ligne 85 - page 2, ligne 3; exemple * ---	5,10	
A	EP 0 008 015 A (NESTLE SA) 20 février 1980 (1980-02-20) * revendication 1 * ---	1	
A	US 4 820 543 A (OSAWA HIDE) 11 avril 1989 (1989-04-11) * le document en entier * ---	5	
A	CH 430 407 A (MEYER FROEHLICH HANS DR) 15 février 1967 (1967-02-15) * exemple 1 * ---		A23F A23L
A	GB 1 056 259 A (J. LYONS) ---		
A	WO 96 23418 A (NESTLE SA) 8 août 1996 (1996-08-08) ---		
A	US 5 580 593 A (LIU RICHARD T ET AL) 3 décembre 1996 (1996-12-03) -----		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
9 mars 2001		Desmedt, G	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
X : particulièrement pertinent à lui seul		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

1