

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①1 N° de publication : **3 089 392**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **18 72475**

⑤1 Int Cl⁸ : **A 23 L 29/206** (2019.01), A 23 L 29/231, 29/25, 29/
256

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑫② Date de dépôt : 07.12.18.

⑫③ Priorité :

⑫④ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 12.06.20 Bulletin 20/24.

⑫⑤ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑫⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

Demande(s) d'extension : Polynésie-Fr

⑦① Demandeur(s) : *OENOTROPIC INNOVATION Société
à responsabilité limitée* — FR.

⑦② Inventeur(s) : BREYSSE Amélie et BAUDOIN
SACHA.

⑦③ Titulaire(s) : *OENOTROPIC INNOVATION Société à
responsabilité limitée.*

⑦④ Mandataire(s) : IP TRUST.

⑤④ **UTILISATION D'UN POLYSACCHARIDE ET D'UN COMPOSE SOUFRE POUR LA MISE EN SUSPENSION DE
PARTICULES DANS UNE COMPOSITION LIQUIDE.**

⑤⑦ La présente invention a trait aux compositions conte-
nant des particules en suspension. Plus particulièrement, la
présente invention repose sur l'utilisation d'un polysaccha-
ride et d'un composé soufré tel que le glutathion ou la cys-
téine pour la mise en suspension de particules dans une
composition liquide. Dans un mode de réalisation préféré, la
composition contient de l'alcool telle une boisson alcoolisée
ou un parfum.

FR 3 089 392 - A1



Description

Titre de l'invention : UTILISATION D'UN POLYSACCHARIDE ET D'UN COMPOSE SOUFRE POUR LA MISE EN SUSPENSION DE PARTICULES DANS UNE COMPOSITION LIQUIDE

[0001] La présente invention a trait aux compositions contenant des particules en suspension. Plus particulièrement, la présente invention repose sur l'utilisation d'un polysaccharide et d'un composé soufré tel que le glutathion ou la cystéine pour la mise en suspension de particules dans une composition liquide. Dans un mode de réalisation préféré, la composition contient de l'alcool telle une boisson alcoolisée ou un parfum.

Etat de la technique

[0002] Les gels fluides sont particulièrement utiles pour suspendre des matériaux dispersés, par exemple des herbes et des épices dans des vinaigrettes versables. Contrairement aux autres agents gélifiants, la gomme gellane est fonctionnelle à des niveaux d'utilisation très faibles et est capable de former des gels avec tous les ions qui lui sont présentés. Pour les aliments, les ions sodium, calcium et hydrogène sont fréquemment utilisés, la texture, le point de fixation et le point de fusion étant dépendants des types d'ions présents et de leurs concentrations. En raison de sa polyvalence et de son efficacité, la gomme gellane est un agent gélifiant extrêmement intéressant à étudier dans le contexte des gels fluides (Sworn et al, 1995).

[0003] L'utilisation de gomme gellane pour permettre la mise en suspension de particules dans une boisson est également connue depuis longtemps. Le brevet US 5,597,604 décrit une boisson comprenant de la gomme gellane faiblement acylée pour augmenter la viscosité dynamique de la boisson tout en évitant une gélification de ladite boisson.

[0004] La mise en suspension de particules dans une boisson alcoolisée est plus complexe du fait que le temps de suspension doit être suffisamment long, sans que la viscosité ne soit augmentée. De plus, la boisson doit généralement rester limpide. Le brevet EP 2448429 B1 propose une solution à ce problème par l'utilisation d'une association d'une gomme gellane, de citrate de sodium (séquestrant) et de lactate de calcium (gélifiant) pour suspendre des particules dans des boissons dont la teneur en alcool est comprise entre 30% et 50%. Toutefois, la quantité des ions calciques doit être maîtrisée pour éviter des conséquences néfastes. Le citrate de sodium est alors utilisé pour réduire l'impact du calcium libre dans les solutions et mieux dissoudre les ingrédients sensibles au calcium comme l'alginate ou la gomme gellane.

[0005] En effet, en présence de gomme gellane, s'il est établi que les ions calciques sont plus à mêmes de favoriser la gélification que les ions monovalents tels que le sodium,

il a également été montré qu'un excès d'ions provoquait une diminution de la force du gel, voire sa destruction par précipitation. Par exemple, un excès d'ion calcium résulte en la formation d'agrégats visible à l'œil nu à l'intérieur du gel de gellane (Sworn et al, 1995).

[0006] Lors des procédés de gélification en présence de gomme gellane ou bien d'alginate, le citrate de sodium est utilisé à hauteur de 0.5 à 2g / litre pour contrecarrer la présence d'ions calcium en excès dans la solution. Son rôle de séquestrant lui permet alors de réduire l'impact du calcium libre dans les solutions en le piégeant. Le citrate de sodium permet également de mieux dissoudre les ingrédients sensibles au calcium comme l'alginate ou la gomme gellane. Toutefois, une solution gélifiée d'alginate dans laquelle on a préalablement dissout du citrate de sodium sera moins homogène et rejettera plus d'eau qu'un gel formé sans l'emploi de citrate de sodium. Enfin, un excès de citrate de sodium altère le goût de la préparation.

[0007] D'autre part, il a été décrit que la gélification de la gomme gellane peut être obtenue par déacétylation à l'aide de groupement thiols immobilisés, par exemple de la cystéine (Krauland A. *et al*, 2003, *Journal of Pharmaceutical Sciences*). Ce type de gel est approprié pour l'administration de médicaments. Cette étude montre également qu'en présence de cations, l'ajout de cystéine permet l'obtention de gel de gomme gellane plus ferme.

Résumé de l'invention

[0008] De manière inattendue, les inventeurs ont montré que les ions calciques peuvent avantageusement être remplacés par un composé soufré pour la mise en suspension de particules dans une composition, notamment une composition contenant de l'alcool comme une boisson alcoolisée.

[0009] La présente invention propose donc l'utilisation d'un nouvel additif de mise en suspension de particules dans une boisson, cet additif comprenant un polysaccharide tel que de la gomme gellane et un composé soufré tel que le glutathion ou la cystéine. L'utilisation de cet additif permet en particulier la mise en suspension de particules dans une composition, en particulier dans une boisson alcoolisée.

Avantages de l'invention

[0010] L'utilisation d'un additif selon l'invention est une alternative aux méthodes utilisées jusqu'à présent et s'en différencie par le fait que l'effet de mise en suspension est obtenu sans ajouter d'ions calcium et/ou de citrate de sodium. De plus, l'ajout d'un composé soufré tel que le glutathion et la cystéine présente plusieurs avantages. En effet, la cystéine présente un pKa plus faible que celui de l'acide citrique, acide couramment utilisé dans la formulation des boissons en vue d'acidifier le milieu pour permettre la formation des gels et fluides. L'emploi de cystéine permet ainsi de réduire

la quantité d'acide citrique, susceptible d'altérer la flaveur des boissons à fortes doses.

[0011] Enfin, le glutathion et la cystéine sont des antioxydants puissants qui pourraient permettre de préserver les arômes et autres constituant des boissons, en particulier des boissons alcooliques. Le glutathion est un additif naturel autorisé dans les boissons, notamment dans le vin pour lequel la réglementation est stricte. De manière intéressante, à quantité égale par rapport à la cystéine, le glutathion permet l'obtention d'une solution moins visqueuse, transparente et qui permet avantageusement la mise en suspension de particule dans une boisson alcoolisée.

Description des modes de réalisation

[0012] Un premier objet de l'invention concerne l'utilisation (i) d'un polysaccharide choisi parmi la gomme gellane, la gomme arabique, la pectine et l'alginate, et (ii) d'un composé soufré choisi parmi le glutathion et la cystéine, pour la mise en suspension de particules dans une composition liquide.

[0013] De manière générale, le polysaccharide est un polysaccharide nécessitant la présence du calcium pour polymériser. Dans un mode de réalisation préféré, ce polysaccharide est choisi parmi les polysaccharides tels que la gomme gellane, la gomme arabique, la pectine, l'alginate.... De préférence, le polysaccharide est la gomme gellane.

[0014] Dans un autre mode de réalisation préféré, le composé soufré est le glutathion.

[0015] Dans un mode de réalisation tout à fait préféré, l'additif comprend de la gomme gellane et du glutathion.

[0016] La quantité de gomme gellane est généralement inférieure à 0,5 g/L, la quantité de glutathion est inférieure à 3,5 g/L et la quantité de cystéine est inférieure à 2g/L.

[0017] Dans un mode de réalisation particulier, l'additif comprend du citrate de sodium, en plus du polysaccharide et du composé soufré.

[0018] Dans un autre mode de réalisation particulier, l'additif comprend du lactate de calcium, en plus du polysaccharide et du composé soufré.

[0019] Dans encore un mode de réalisation particulier, l'additif comprend du citrate de sodium et du lactate de calcium, en plus du polysaccharide et du composé soufré.

[0020] Il est entendu que l'additif comprend au moins un polysaccharide et au moins un composé soufré et qu'il peut donc comprendre un mélange de différents polysaccharides et/ou de différents composés soufrés.

[0021] Les particules mises en suspension peuvent être de toute nature et de toute forme, comme être sous forme de poudre, pulpe ou morceaux de fruits.

[0022] Ainsi, les particules peuvent conférer un aspect visuel intéressant à une boisson, par exemple un effet scintillant ou irisé dans le cas de paillettes dorées, mais aussi un effet colorant.

[0023] Ainsi, l'additif selon l'invention peut être utilisé dans de nombreuses applications

pour apporter un effet visuel ou gustatif original à une boisson ou tout autre type de composition.

- [0024] La composition est liquide. Au sens de l'invention, une composition comprenant un agent de mise en suspension de particule comme de la gomme gellane est liquide si elle présente la viscosité d'une solution liquide tout en présentant des propriétés rhéologiques d'un gel lorsque l'on mesure sa viscoélasticité dynamique.
- [0025] la boisson est une boisson alcoolisée. Le taux d'alcool peut être supérieur à 20%, voire supérieur à 30%, 40% ou même 50%, voire 60% ou 70%.
- [0026] La composition peut également être une composition contenant de l'alcool tel un parfum.
- [0027] Un deuxième objet de l'invention concerne une composition contenant des particules en suspension caractérisée en ce qu'elle comprend un polysaccharide choisi parmi la gomme gellane, la gomme arabique, la pectine et l'alginate et un composé soufré choisi parmi le glutathion ou la cystéine.
- [0028] Plus généralement, le polysaccharide est un polysaccharide nécessitant la présence du calcium pour polymériser tel que décrit précédemment.
- [0029] La composition peut être une composition contenant de l'alcool. Dans un mode de réalisation préféré, la composition est une boisson, en particulier une boisson alcoolisée tel que décrite précédemment.
- [0030] Dans un mode de réalisation particulier, le polysaccharide est de la gomme gellane et le composé soufré est de la cystéine ou du glutathion. De manière préférée, le composé soufré est du glutathion.
- [0031] Dans un mode de réalisation particulier, la composition comprend en outre du citrate de sodium et/ ou du lactate de calcium.
- [0032] Un troisième objet concerne un procédé de préparation d'une composition contenant des particules en suspension telle que définie précédemment et comprenant les étapes de :
- préparer une solution comprenant du sucre et un polysaccharide tel que la gomme gellane, la gomme arabique, la pectine ou l'alginate, et optionnellement du citrate de sodium,
 - ajouter une solution d'acide citrique et mélanger ;
 - ajouter une solution de glutathion ou de cystéine et mélanger ;
 - ajouter les particules à mettre en suspension et mélanger.
- [0033] Dans un mode de réalisation préféré, la solution contenant le sucre et le polysaccharide est chauffée entre 70°C et 95°C, par exemple à 85°C avant d'être mélangée aux autres solutions. La solution est refroidie à température ambiante (entre 15°C et 25°C) avant d'ajouter les particules.
- [0034] L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples qui suivent, qui ne sont

présentés qu'à titre d'illustration et qui ne doivent pas être compris comme limitant la portée de l'invention.

PARTIE EXPERIMENTALE

[0035] EXEMPLE 1 : Préparation d'une boisson alcoolisée contenant des particules en suspension - Protocole général

[0036] Préparation du sirop : pour un volume de 450 ml, chauffer un mélange constitué de 0,25 g de gomme gellane et de 0,5 g de citrate de sodium à 85°C pendant 5 min.

[0037] Préparation de la solution d'acide citrique : dissoudre 3,2 g d'acide citrique dans 200 ml d'alcool à 70°.

[0038] Préparation de la solution de cystéine : dissoudre 0,16 g de cystéine dans 100 ml d'alcool à 70°.

[0039] Préparation de la solution de glutathion : dissoudre 0,28 g de cystéine dans 100 ml d'alcool à 70°.

[0040] Préparation de la boisson alcoolisée (pour 100 ml) :

- Mettre 10g de sucre dans un bécher
- Ajouter 45 ml de sirop à 85° puis mélanger ;
- Ajouter 18,75 ml de solution d'acide citrique puis mélanger ;
- Ajouter 6,25 ml de solution de cystéine ou de glutathion puis mélanger ;
- Ajouter 30 ml de solution d'alcool à 70° puis mélanger.

[0041] Le mélange est placé à 4°C en contrôlant la baisse de la température jusqu'à atteindre 20°C, puis la matière à mettre en suspension est ajoutée au mélange.

[0042] EXEMPLE 2 : Mise en suspension de paillettes dans un alcool à 38.5 degrés en présence de glutathion

[0043] Un essai a été réalisé avec mise en suspension de paillettes dorées dans un alcool à 38.5 degrés, tel que décrit ci-après :

[0044] Pour un volume final de 600 ml :

- Mettre 60 g de sucre dans un bécher
- Ajouter 270 ml de sirop à 85° puis mélanger ;
- Ajouter 112,5 ml de solution d'acide citrique puis mélanger ;
- Ajouter 37,5 ml de solution de glutathion puis mélanger ;
- Ajouter 180 ml de solution d'alcool à 70° puis mélanger.

[0045] Le mélange a été placé à 4°C en contrôlant la baisse de la température jusqu'à atteindre 20°C, puis 60 mg de paillettes ont été ajoutés au mélange.

[0046] Résultats : Les paillettes sont bien en suspension. Cet effet de suspension se maintient pendant au moins 2 mois dans un alcool à 38.5 degrés tel qu'une boisson spiritueuse.

[0047] EXEMPLE 3 : Mise en suspension de particules de vanille dans un alcool à 38.5 degrés en présence de glutathion

- [0048] Un essai a été réalisé avec mise en suspension de particules de vanille dans un alcool à 38.5 degrés.
- [0049] Pour un volume final de 700 ml :
- Mettre 70 g de sucre dans un bécher
 - Ajouter 315 ml de sirop à 85° puis mélanger ;
 - Ajouter 131 ml de solution d'acide citrique puis mélanger ;
 - Ajouter 43,7 ml de solution de glutathion puis mélanger ;
 - Ajouter 210 ml de solution d'alcool à 70° puis mélanger.
- [0050] Le mélange a été placé à 4°C en contrôlant la baisse de la température jusqu'à atteindre 20°C, puis 120 mg de poudre de vanille ont été ajoutés au mélange.
- [0051] Résultats : La vanille est bien en suspension. Cet effet de suspension se maintient pendant au moins 2 mois dans un alcool à 38.5 degrés tel qu'une boisson spiritueuse
- [0052] **EXEMPLE 4 : Mise en suspension de paillette dans une boisson alcoolisée à 38.5 degrés contenant de la cystéine**
- [0053] Pour un volume final de 100 ml :
- Mettre 10 g de sucre dans un bécher
 - Ajouter 45 ml de sirop à 85° puis mélanger ;
 - Ajouter 18,75 ml de solution d'acide citrique puis mélanger ;
 - Ajouter 6,25 ml de solution de cystéine puis mélanger ;
 - Ajouter 30 ml de solution d'alcool à 70° puis mélanger.
- [0054] Le mélange est placé à 4°C en contrôlant la baisse de la température jusqu'à atteindre 20°C, puis 5 mg de paillette ont été ajoutées au mélange.
- [0055] Résultat : Les paillettes sont bien en suspension. Cet effet de suspension se maintient pendant au moins 2 mois dans un alcool à 38.5 degrés tel qu'une boisson spiritueuse.

Revendications

- [Revendication 1] Utilisation d'un polysaccharide choisi parmi la gomme gellane, gomme arabique, pectine, l'alginate et d'un composé soufré choisi parmi le glutathion ou la cystéine, pour la mise en suspension de particules dans une composition liquide.
- [Revendication 2] Utilisation selon la revendication 1 dans laquelle ledit composé soufré est le glutathion.
- [Revendication 3] Utilisation selon l'une des revendications précédentes comprenant en outre du citrate de sodium et/ou du lactate de calcium.
- [Revendication 4] Composition contenant des particules en suspension caractérisée en ce qu'elle comprend un polysaccharide nécessitant la présence du calcium pour polymériser et un composé soufré choisi parmi le glutathion ou la cystéine.
- [Revendication 5] Composition selon la revendication 5 caractérisée en que ladite composition est une composition contenant de l'alcool telle une boisson alcoolisée ou un parfum.
- [Revendication 6] Composition selon l'une des revendications 5 ou 6 dans laquelle ledit polysaccharide est choisi parmi la gomme gellane, gomme arabique, pectine et l'alginate.
- [Revendication 7] Composition selon l'une des revendications précédentes dans laquelle ledit composé soufré est le glutathion.
- [Revendication 8] Composition selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce qu'elle comprend en outre du citrate de sodium.
- [Revendication 9] Composition selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce qu'elle comprend en outre du lactate de calcium.
- [Revendication 10] Procédé de préparation d'une composition liquide contenant des particules en suspension telle que définie à l'une des revendications 4 à 9 comprenant les étapes de :
- préparer une solution comprenant du sucre et un polysaccharide tel que la gomme gellane, la gomme arabique, la pectine ou l'alginate, et optionnellement du citrate de sodium et la chauffer ,
 - ajouter une solution d'acide citrique et mélanger ;
 - ajouter une solution de glutathion ou de cystéine et mélanger ;
 - ajouter les particules à mettre en suspension et mélanger.

**RAPPORT DE RECHERCHE
 PRÉLIMINAIRE**

 établi sur la base des dernières revendications
 déposées avant le commencement de la recherche

 N° d'enregistrement
 national

 FA 861239
 FR 1872475

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	CN 108 587 955 A (LU XINJUN) 28 septembre 2018 (2018-09-28)	4-9	A23L29/206 A23L29/231 A23L29/25 A23L29/256
A	* revendications 1, 2 *	1-3,10	
A	WO 2015/062518 A1 (DSM IP ASSETS BV [NL]) 7 mai 2015 (2015-05-07) * le document en entier *	1-10	
A	US 2005/266138 A1 (YUAN C R [US] ET AL) 1 décembre 2005 (2005-12-01) * le document en entier *	1-10	
A	CN 108 522 920 A (UNIV JILIN) 14 septembre 2018 (2018-09-14) * le document en entier *	1-10	
A	US 2015/306061 A1 (GILBERT STEVEN RAY [US] ET AL) 29 octobre 2015 (2015-10-29) * le document en entier *	1-10	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			A23L C12G
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
17 juillet 2019		Picout, David	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		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	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1872475 FA 861239**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **17-07-2019**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
CN 108587955	A	28-09-2018	AUCUN	

WO 2015062518	A1	07-05-2015	CN 104585835 A	06-05-2015
			WO 2015062518 A1	07-05-2015

US 2005266138	A1	01-12-2005	AR 049120 A1	28-06-2006
			AR 087531 A2	03-04-2014
			BR PI0511559 A	02-01-2008
			CA 2568204 A1	15-12-2005
			CN 101001538 A	18-07-2007
			DK 1771086 T3	02-07-2018
			EP 1771086 A2	11-04-2007
			EP 3330381 A1	06-06-2018
			ES 2675225 T3	09-07-2018
			ES 2676569 T1	23-07-2018
			JP 5419349 B2	19-02-2014
			JP 2008500048 A	10-01-2008
			PE 00732006 A1	27-02-2006
			PL 1771086 T3	31-10-2018
			RU 2377870 C2	10-01-2010
			TW 1376205 B	11-11-2012
			US 2005266138 A1	01-12-2005
			US 2013302502 A1	14-11-2013
			US 2015044353 A1	12-02-2015
			WO 2005117607 A2	15-12-2005

CN 108522920	A	14-09-2018	AUCUN	

US 2015306061	A1	29-10-2015	AU 2015253187 A1	13-10-2016
			BR 112016025072 A2	15-08-2017
			CA 2943420 A1	05-11-2015
			CA 3041501 A1	05-11-2015
			CN 106255495 A	21-12-2016
			EP 3137059 A1	08-03-2017
			ES 2682210 T3	19-09-2018
			PL 3137059 T3	31-10-2018
			US 2015306061 A1	29-10-2015
			US 2017027964 A1	02-02-2017
			US 2018303852 A1	25-10-2018
			WO 2015168241 A1	05-11-2015
