

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE (19)
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication : **MA 27882 A1** (51) Cl. internationale : **A23L 2/08**

(43) Date de publication :
02.05.2006

(21) N° Dépôt :
28659

(22) Date de Dépôt :
13.12.2005

(30) Données de Priorité :
13.06.2003 NL 1023665

(86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT :
PCT/NL2004/000414 11.06.2004

(71) Demandeur(s) :
FRIESLAND BRANDS B.V., Blankenstein 142 NL-7943 PE Meppel (NL)

(72) Inventeur(s) :
WESTHOFF, Gerrit Marten ; JONGSMA, Tjeerd ; HAASEN, Piet ; MARTENS, Mathijs, Hendrikus, Johannes

(74) Mandataire :
ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY (TMP AGENTS)

(54) Titre : **PROCEDE DE CONCENTRATION DE JUS DE FRUITS OU DE LEGUMES ET CONCENTRES OBTENUS PAR CE PROCEDE**

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de concentration de jus de légumes ou de fruits, selon lequel un flux de perméat et un flux de retentat sont formés par l'intermédiaire d'une étape consistant à soumettre le jus à une opération d'ultrafiltration et à soumettre le flux de perméat à une opération de concentration par évaporation. L'invention concerne en outre l'utilisation du jus concentré pouvant être obtenu par ce procédé pour préparer un jus de légumes ou de fruits par dilution de ce concentré avec de l'eau.

WO 2004/110177

PCT/NL2004/000414

ABREGE

L'invention concerne un procédé de concentration de jus de légumes ou de fruits, selon lequel un flux de perméat et un flux de retentat sont formés par l'intermédiaire d'une étape consistant à soumettre le jus à une opération d'ultrafiltration et à soumettre le flux de perméat à une opération de concentration par évaporation. L'invention concerne en outre l'utilisation du jus concentré pouvant être obtenu par ce procédé pour préparer un jus de légumes ou de fruits par dilution de ce concentré avec de l'eau.

02 MAI 2006

N° 28659

du 13.12.2005

WO 2004/110177

PCT/NL2004/000414

Procédé de concentration de jus de fruits ou de légumes et concentrés obtenus par ce procédé.

L'invention concerne le procédé pour la concentration des jus de fruits et des jus de légumes, dont les jus sont dénotés ci-dessous par le terme « jus » comme aux concentrés ainsi obtenus. Dans les modes de réalisation préférés, l'invention concerne la concentration des agrumes, par exemple, et de préférence donc, à la concentration du jus d'orange.

On comprend que le terme « jus » signifie en général la solution aqueuse (soluté) dérivée des fruits, des légumes et de n'importe quel autre récolte.

Le fruit frais et les légumes frais sont généralement disponibles uniquement pendant des saisons spécifiques, et ne permettent pas le stockage prolongé sans perte de la qualité, alors qu'ils occupent ensuite beaucoup d'espace. C'est pour ces raisons, en partie, que les produits végétaux prévus pour la production de jus, pour le but de la préparation de balance industrielle sont soumis à la pression peu de temps après la moisson, après quoi le jus produit est mis de côté pour traitement ultérieure.

Il est alors évidemment désirable que les jus conservent les propriétés du jus frais autant que possible, dans la saveur, dans l'arôme et dans l'aspect, comme dans l'effet dans la bouche.

Cependant pour le stockage, le volume minimal et le degré de maintenance minimal de volume sont visés. Par conséquent ; typiquement, l'étape de concentration est effectuée et les mesures pour limiter l'influence des micro-organismes et/ou d'enzymes dégradantes ont été prises.

La méthode de concentration industriellement appliquée à grande échelle comporte les étapes suivantes : le jus est extrait à partir de la matière végétale, après quoi il est soumis à l'étape de filtration (brute), optionnellement, l'étape de centrifugation est effectuée pour enlever les particules de pulpe ; le produit de jus est pasteurisé afin d'inactiver les enzymes et tuer les micro-organismes ; le jus est, par la suite, évaporé, par convention en un certain nombre d'étapes d'évaporation, après quoi le concentré qui est refroidi au-dessous de 25°C et de préférence au-dessous de 10° C reste.

L'étape de pasteurisation prend typiquement la durée de 4 à 30 secondes à une température variant entre 77 et 121°C. Dans les vaporisateurs, le jus dispose d'une période de séjour d'environ 6-8 minutes. Particulièrement dans ces deux étapes,

l'arôme et les composants de saveur réagissent aux mauvais goûts. De plus, l'arôme et les composants de saveur sont décomposés et/ou volatilisés et/ou déchargés avec l'eau à enlever.

Dans un certain nombre de cas, l'arôme et les saveurs déchargés avec de l'eau d'évaporation peuvent être récupérés à partir de la première étape du procédé d'évaporation et plus tard être ajoutés au concentré.

De plus, il a été proposé d'effectuer la concentration sans soumettre le jus à l'étape de chauffage. La concentration par lyophilisation, la concentration de sublimation et les combinaisons de l'ultrafiltration et de l'osmose d'inversion sont spécifiquement précisées.

Dans la concentration par lyophilisation, l'eau présente dans le jus extrait est lentement et congelée d'une manière contrôlable en des cristaux de glace, dont les cristaux de glace sont enlevés par la suite. Optionnellement, le jus supplémentaire peut être centrifugé par lequel le jet de sérum et le jet de pulpe sont produits. Le jet de sérum est par la suite soumis à la concentration par lyophilisation et le concentré obtenu peut alors être combiné encore avec la pulpe.

Le procédé de concentration de sublimation utilise également le dédoublement du jet de jus dans le jet de sérum et le jet de pulpe, après quoi le sérum est soumis à la lyophilisation.

Dans le mémoire descriptif de brevet Américain 4,643,902, la méthode dans laquelle le jus est soumis à l'étape de l'ultrafiltration (UF), dans laquelle la saveur ou les composantes d'arôme passent la membrane d'ultrafiltration UF et l'imprégnation est soumise par la suite à l'osmose d'inversion. Les membranes utilisées de préférence ont une coupure de poids moléculaire au moins de 50kDa, parce que les microorganismes et les pectinésérases sont maintenus ensuite dans le retentât est soumis à un traitement afin d'inactiver ces micro-organismes et enzymes, typiquement par le chauffage. En conclusion, les jets à retentât d'imprégnation traités sont encore combinés.

Aussi en Génie Chimique 96(8) (1989) p. 17, on le décrit que FreshNote, un système de concentration à base de jus combinant l'ultrafiltration et l'osmose d'inversion », à partir du SeparaSystems LP, après l'ultrafiltration donne une imprégnation qui contient approximativement tous les composants d'arôme et de saveur. Le retentât est pasteurisé.

C'est l'objet de l'invention en question afin de fournir le procédé permettant la concentration en jus dans laquelle un peu de saveur et des composants d'arômes semi-volatiles en tant que possible sont perdus et dans laquelle aucune réaction produisant considérablement le mauvais goût telle que la réaction de Maillard se produit lors de la concentration évaporative.

Cet objet est atteint en fournissant un procédé pour la concentration du jus de légumes ou du jus de fruits dans lequel le jet d'imprégnation et le jet de retentât sont constitués par la soumission du jus à l'étape d'ultrafiltration à travers la membrane hydrophile ayant un poids moléculaire de 80 kDa au maximum à un facteur de concentration d'au moins 5, après quoi le jet perméable est soumis à la concentration évaporative.

Le procédé selon l'invention à la différence du brevet Américain no 4,643 902 – l'usage est fait à partir des membranes hydrophiles d'ultrafiltration. Bien qu'il y ait une grande préférence pour les membranes polysulfoniques et/ou polyéthériques, d'autres membranes hydrophiles convenables sont des membranes basées sur les esters de cellulose, le polyimide et l'imide polyéthérique, les polyamides (aliphatiques), et la cétone étherique polyéthérique.

Par ailleurs, Johnson et al au J. Food Sc. 61(3) (1996), 540 décrivent le procédé d'amélioration du rétablissement des composantes aromatiques hydrosolubles pendant l'évaporation. Ceci comporte l'usage de la membrane polysulfonique de 500 kDa dans l'étape d'ultrafiltration afin de réduire la viscosité du jus par l'enlèvement de pulpe et de pectine. A partir de la phase claire d'eau, l'imprégnation, les composantes aromatiques sont récupérés après évaporation de cette eau. En plus, les protéines et les enzymes finissent par l'imprégnation, qui mène au brunissement et aux mauvais goûts.

La comparaison entre les résultats lors de l'usage de la membrane hydrophile polysulfonique selon l'invention et lors de l'usage de la membrane hydrophobe de fluorure de polyvinylidène montre que la partie considérable des composantes aromatiques pénètre la membrane hydrophobe.

Bien qu'il y ait un certain nombre de paramètres qui sont d'influence sur la puissance de séparation de la membrane UF, telle que la forme et la flexibilité des macromolécules dans la solution, leur interaction avec la membrane et la présence d'autres particules dans la solution, il s'avère que la puissance de séparation des membranes UF qui sont utilisées selon l'invention peut être bien expliquée avec le

MWCO (la limite du poids moléculaire). Sur cet aspect, la référence est faite à Marcel Mulder, Basic Principle of membrane technology, 2^{ème} Edition 1996) Kluwer Academic Publishers.

Dans le procédé selon l'invention, le MWCO de 80 KDa au maximum, de préférence de 60 KDa au maximum, mieux de 50 KDa au maximum et le plus mieux 30 KDa au maximum, est préféré bien qu'un certain effet se produise déjà au MWCO de 100 KDa. La limite inférieure n'est pas critique et elle est en effet déterminée par la vitesse de l'étape d'ultrafiltration. Pour l'obtention du procédé profitable, la membrane convenable aura un MWCO de 5 kDa, et de préférence 10 kDa.

Dans le mode de réalisation pratique, le jus qui est concentré selon l'invention sera extrait à partir de la matière végétale de départ, typiquement par la pression. Le jus ainsi obtenu est d'ailleurs soumis à l'étape de finition, dans laquelle les pépins et les semblables sont enlevés. En plus, l'étape centrifuge peut optionnellement être de préférence effectuée afin d'enlever une partie de la pulpe.

De préférence, sauf indication contraire, toutes les étapes de traitement vers l'obtention du jus concentré sont effectuées à des températures au-dessous de la température ambiante, et de préférence refroidis au maximum de 15°C.

Le jus est par la suite soumis à l'étape de pasteurisation, dans laquelle l'activité enzymatique est inactivée et les micro-organismes sont tués. Cette étape de pasteurisation, comme les personnes qualifiées savent, dépend du jus : typiquement, elle comprend le maintien du jus de 77 à 121°C pendant une période de 30 secondes. La pasteurisation préférée du jus d'agrumes et du jus d'orange est spécifiquement faite à 95°C pendant 4 secondes. Cette étape de pasteurisation peut être effectuée avant ou après l'étape facultative de centrifugation.

Ensuite, le jus ainsi obtenu est ultrafiltré ; par lequel le retentât (ou le concentré) soit concentré au moins au un facteur de 5, mais de préférence au facteur de 7 au moins.

Le retentât de l'étape d'ultrafiltration contient l'arôme et les substances de parfums (typiquement les substances semivolatiles) ; le pinène- α et le limonène peuvent être essentiellement mentionnés, les protéines et d'autres macromolécules actuelles. Sans souhaiter être lié à n'importe quelle théorie, il est supposé que ces substances ont été incluses dans une phase d'huile, dans lequel la phase d'huile est probablement associée aux macromolécules dans le retentât. L'autre mode de

réalisation préféré comprend une concentration gelée de 40 °C Brix, ce concentré est stocké e refroidi à -18° C.

L'imprégnation (approximativement 100 Brix) comprend des acides aminés, des sucres et une variété des composants hydrosolubles. Après son obtention, elle est soumise à l'étape d'évaporation (concentration évaporative), à une concentration au moins de 400 Brix, de préférence au moins de 500 Brix et mieux au-dessus de 60° Brix, par exemple de 70° Brix. L'imprégnation s'avère pour subir peu à aucune des réactions qui mènent aux mauvais goûts, par exemple les réactions Maillard. L'imprégnation UF est soumise à la concentration évaporative dans un vaporisateur à effets multiples ou un vaporisateur à vide à plusieurs étapes. L'imprégnation de jus est alors présente dans le vaporisateur. Après évaporation, ce concentré perméable est d'abord ajusté sur une certaine température de 25 °C par le refroidissement instantané, et ensuite stocké jusqu'à l'usage, de préférence en condition gelée, par exemple à 8°C, mais de préférence à -18°C.

En conclusion, l'invention concerne l'usage du concentré d'imprégnation et du retentât procurable selon l'invention pour la préparation du jus de légume ou de fruit en ajoutant une quantité convenable d'eau aux concentrés. Optionnellement, dans ce cas, les additifs aromatiques additionnels et/ou les aides de traitement conventionnelles pour ce type de produit peuvent être ajoutés.

Dans l'organigramme 1, le procédé selon l'invention représenté schématiquement. Selon ce diagramme, la matière végétale contenant le jus, par exemple les oranges, est soumise à l'étape de pression et à l'étape de finition. Ceci donne le jet de jus fini 2. Ce jet de jus est pasteurisé et par la suite soumis à la centrifugation. Par la même occasion, ces deux dernières étapes peuvent être effectuées dans l'ordre inverse, mais on le préfère pasteuriser d'abord, dans l'étape de pasteurisation, les enzymes sont inactivés et les micro-organismes tués.

Le jet 5/6 est fourni à l'unité d'ultrafiltration. Ceci rapporte le jet de retentât 7 et le jet d'imprégnation 10. Le retentât peut, optionnellement, être soumis à une concentration par lyophilisation, pour le jus d'orange par exemple à 300 Brix.

Le jet 10 est soumis à la concentration évaporative, avec le dépouillage optionnel de la phase d'eau évaporée de l'arôme entraîné ou les substances des parfums. Pour des oranges, la concentration évaporative rapporte, par exemple, le concentré de quelques 66 Brix.

Actuellement, l'invention sera encore élaborée dans et par les exemples non-limités suivants. Là où des pourcentages sont mentionnés dans les exemples et dans la description, ce sont toujours des pourcentages en poids basé sur tout le liquide, sauf indication contraire.

Exemple 1 : l'ultrafiltration de balance au banc

Le jus d'orange fraîchement pressé, préfiltré (taille de pore de : filtre ; 360 * 360 µm) a été soumis à une ultrafiltration sur une unité d'ultrafiltration de balance de banc. Cette unité d'ultrafiltration de PVC comprend une membrane de polysulfone de 20 kDalton (4 tubes, 11 mm de diamètre de tube ; type de membrane : BerghofP4C 07 3320).

L'ultrafiltrat était pour ce qui est charge concentré au facteur de concentration 7 à une température de transformation de 7°C.

Pendant le procédé, des échantillons ont été tirés à partir de l'imprégnation en UF et les concentrations en pinène- α et en limonène analysées, qui sont des composantes aromatiques semivolatiles importantes, avec la CHROMATOGRAPHIE GAZEUSE (CG), par exemple avec la méthode décrite par Johnson et al dans l'article discuté ci-dessus au J. Food Sc.(1996). La Figure 1 montre les concentrations en pinène et en limonène en concentré UF comme fonction du facteur de concentration ; la Figure 2 montre ces concentrations dans l'imprégnation d'ultrafiltration UF.

Il découle à partir de la Figure 1 que les deux composants restent derrière dans le concentré UF, sont au moins concentré ; la Figure 2 montre qu'après le facteur de concentration 2, la concentration de deux composants reste essentiellement constante dans l'imprégnation.

Exemple 2 : l'ultrafiltration du jus d'orange sur l'échelle d'installation pilote

Fraîchement pressé (rapport 10,6 ; Brix 10,2° C); préfiltré (taille de pore de filtre 360* 360 µm) le jus d'orange a été pasteurisé (4 secondes à 95° C). Le contenu de pulpe était de 7,3% après l'étape de filtrage. Ce jus était stocké frais à 4°C.

La cuve à double paroi d'acier inoxydable de 500 litres a été remplie de jus d'orange pasteurisé. Le jus a été distribué avec une pompe centrifuge. La seconde

pompe centrifuge a fait circuler le jus au-dessus des membranes (les membranes de polysulfone de 20kDa ; le pH de l'ordre de 2-12 ; pression maximale de 8 bar) ; les pressions d'admission et de sortie étaient respectivement de 5,3 bar et de 4 bar , la moyenne de la pression transmembranaire était de 4,7 bar, la vitesse d'écoulement transversale était de 4 m/s, la température de fonctionnement était approximativement de 10°C. L'imprégnation était rassemblée dans des cuves inoxydables de fuel. La cuve de 50 litre était remplie jusqu'à ce que le volume désiré de jus ait été concentré.

Avant et pendant l'ultrafiltration UF, les échantillons étaient tirés et les concentrations en pinène- α et en limonène ont été déterminées. Le tableau 1 énumère les concentrations pour les matériaux de départ. Les Figures 3 et 4 montrent les concentrations en pinène et en limonène dans le concentré UF et l'imprégnation UF, respectivement, mesurée en temps. A partir de la Figure 3, il découle que les concentrations en pinène- α et en limonène ont restées assez constantes pendant 8 heures. Après ces 8 heures, aucun nouveau jus d'orange n'a été désormais fourni, après quoi les concentrations en pinène- α et en limonène ont augmenté. La Figure 4 montre que la concentration en pinène se stabilise à une valeur de 1,2 ppb ; la concentration en limonène vient à 400 ppb environ.

Tableau 1

Concentrations en pinène et en limonène en limonène de limonène de pinène de pinène de jus d'orange de jus d'orange

Jus d'orange (rapport : 10,6-11) Brix : 10,2)	Pinène [ppb]	Pinène (en double) [ppb]	Limonène [ppb]	Limonène (en double) [ppb]
Jus fraîchement pressé	1100		120688	
Jus filtré	1191	1268	125887	132466
Jus pasteurisé	1004	989		107837

Exemple 3: L'effet de la température de fonctionnement sur les concentrations en pinène- α et en limonène dans l'imprégnation UF

Dans l'arrangement d'installation pilote décrit dans l'exemple 2, l'orange fraîchement pressé, pasteurisé a été concentré à une température de fonctionnement de 7°C à un facteur de concentration de 8. Après ceci, la température de fonctionnement a été augmentée à 15°C et à 27°C.

Les concentrations en pinène- α et en limonène dans l'imprégnation UF sont représentées dans la Figure 5 en fonction de la température. À une température relativement élevée de 27°C, les concentrations en pinène- α et en limonène s'avèrent ne pas augmenter dans une large mesure; dans l'ordre de 7-27°C, donc, la température de fonctionnement, n'a au moins aucune influence essentielle sur la sélectivité de la membrane.

Exemple 4 : Développement des mauvais goûts du limonène

Le jus d'orange a été concentré sur un soi-disant vaporisateur de citron **GOUT** à 7 étapes et 4 effets conformément à la méthode décrite par Nagy et al, in « Fruit Juice Processing Technology, AG Science, Inc., Auburndale, Florida 1993 (préchauffage 7-76,7°C en 80 secondes ; l'effet 1, le préchauffage de 10 secondes à partir de 67,7- 96,1°C ; l'effet 2, 2ème étape, 96,1-81,1°C ; l'effet 3, 3^{ème} étape, 81,1-70, 6°C ; l'effet 3, 4^{ème} étape, 70,6-53,9°C ; l'effet 4, 5^{ème} étape 53,9-41,1°C ; 6^{ème} étape, 45-39,4°C ; l'effet 4, 7^{ème} étape, 45-39,4°C). Le composé terpinéol- α constitué du limonène, un mauvais goût fort, était déterminé pour le jus d'orange fraîchement pressé et pour l'imprégnation du jus d'orange fraîchement pressé soumis à l'ultrafiltration en utilisant l'unité de balance au banc de l'exemple 2. Pour le jus d'orange frais, la concentration du terpinéol- α a été trouvée de 0,012 mg/litre ; pour l'imprégnation selon l'invention, Une concentration de 0,0012 mg/litre a été trouvée. Le facteur 10 du terpinéol- α est constitué quand l'étape de l'ultrafiltration est effectuée.

REVENDICATIONS

1. Le procédé pour la concentration du jus de légumes et du jus de fruits, dans lequel le jet perméable et le jet de retentât sont constitués en soumettant le jus à l'étape d'ultrafiltration à travers la membrane hydrophile ayant la limite du poids moléculaire de 80 kDa au maximum 80 à un facteur de concentration au moins de 5, après lequel le jet d'imprégnation est soumis à la concentration évaporative.

2. Le procédé selon la revendication 1, dans laquelle la membrane hydrophile a une membrane ayant la limite du poids moléculaire de 60 KDa au maximum, et de préférence 50 KDa au maximum, est utilisé.

3. Le procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la membrane du polysulfone et/ou la membrane de sulfone polyétherique sont utilisées comme membrane hydrophile.

4. Le procédé selon n'importe des revendications précédentes, dans lequel le jus d'agrumes et de préférence le jus d'orange sont concentrés.

5. le procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le jet de retentât et le jet d'imprégnation obtenus selon les revendications précédentes sont combinés.

6. Le procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le jus est soumis à l'étape de pasteurisation avant l'exécution de l'étape de l'ultrafiltration.

7. Le procédé selon une des revendications précédentes, dans lequel le jet d'imprégnation est soumis à la concentration évaporative à une concentration de 40° Brix, de préférence de 50 ° Brix.

8. l'usage du produit procurable selon le procédé selon l'une des revendications pour la préparation du jus de légumes ou du jus de fruit par l'addition de la quantité convenable d'eau.

WO 2004/110177

PCT/NL2004/000414

1/4

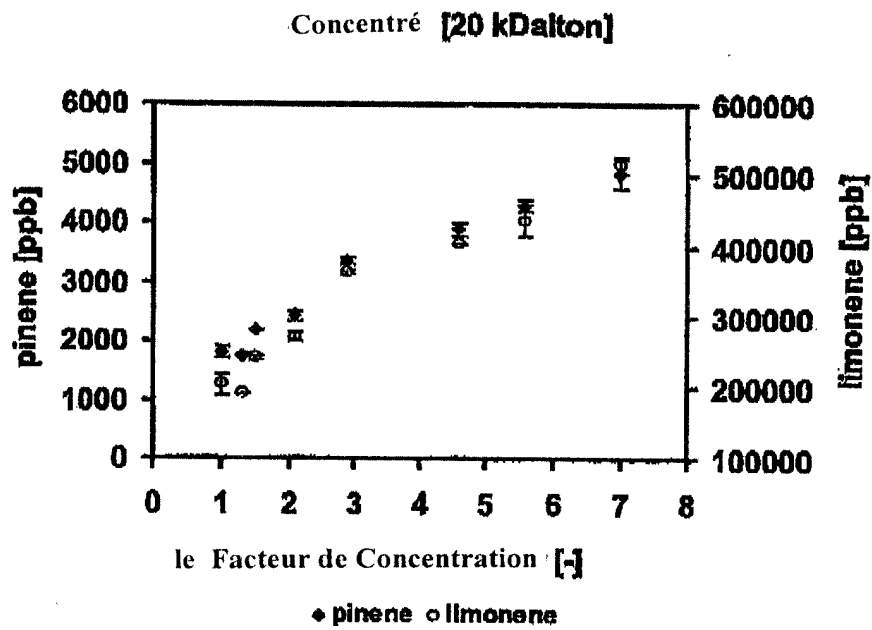


Fig. 1

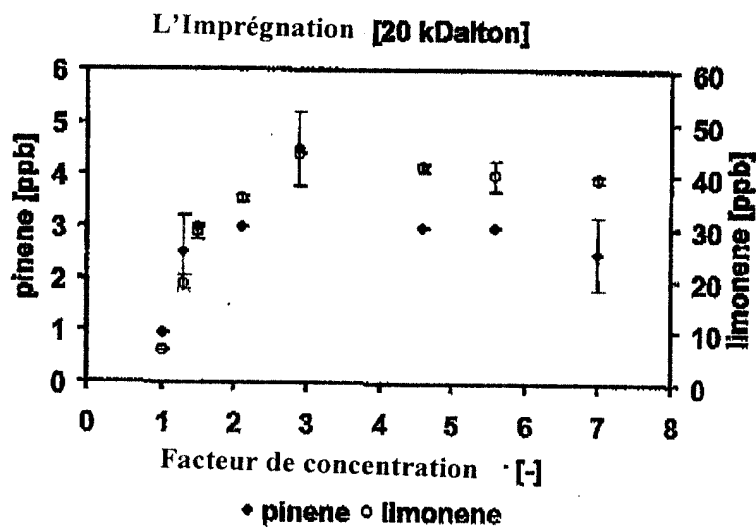


Fig. 2

WO 2004/110177

PCT/NL2004/000414

2/4

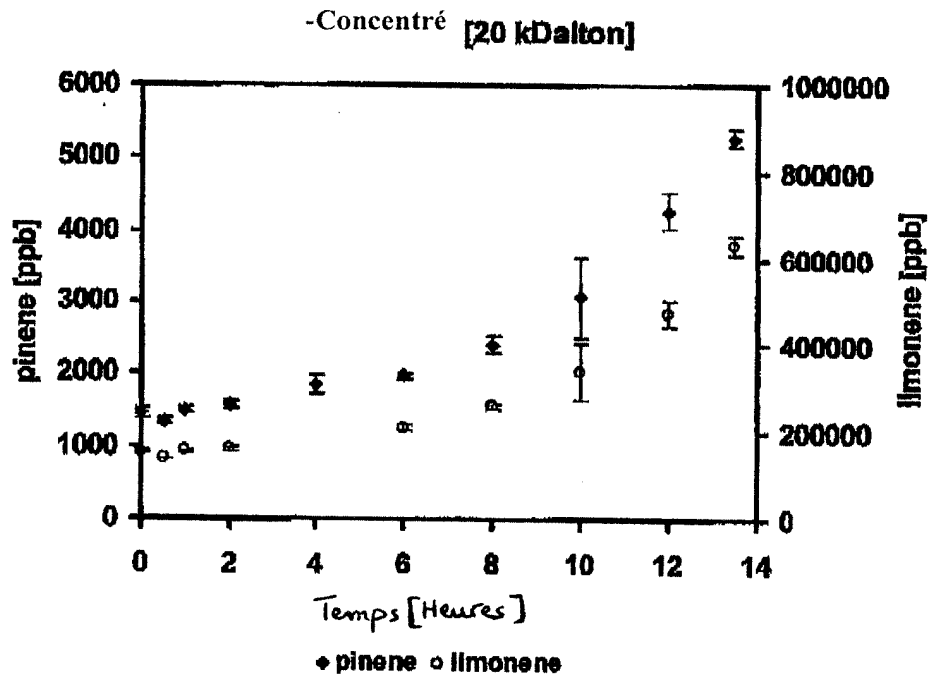


Fig. 3

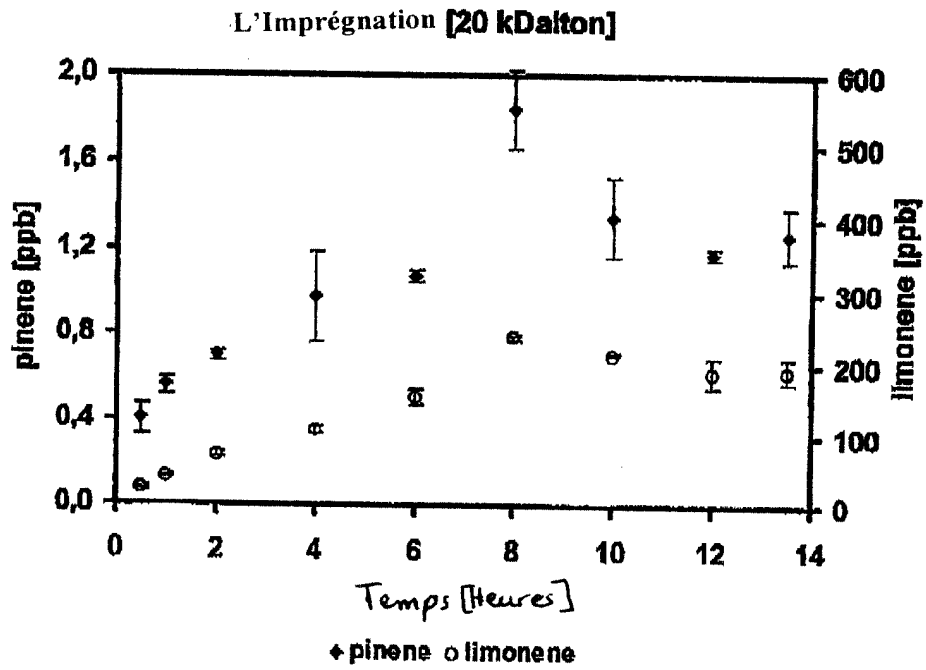


Fig. 4

WO 2004/110177

PCT/NL2004/000414

3/4

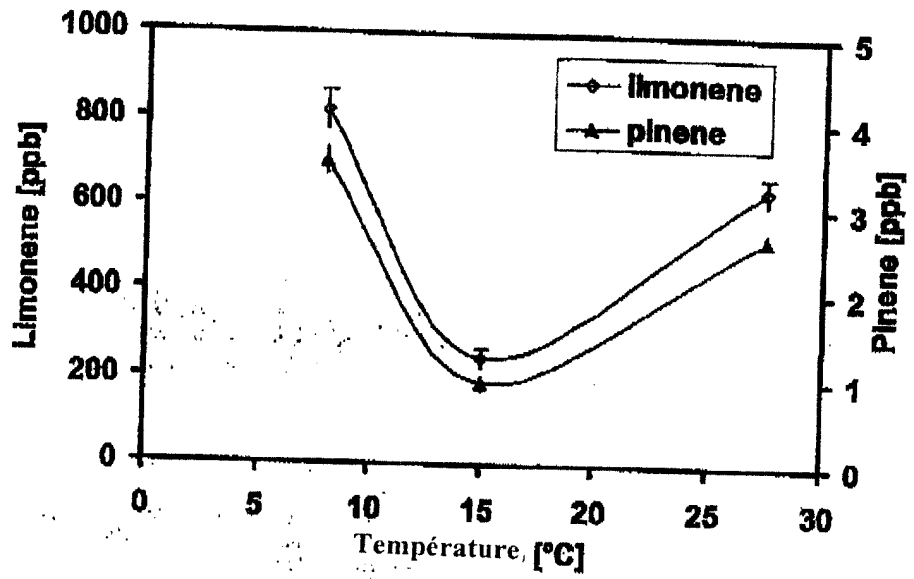


Fig. 5

Organigramme 1

