

# Transformation et qualification des produits

## Applications des technologies membranaires aux traitements de jus de fruits brésiliens

Dominique Pallet<sup>1</sup>  
Lourdes Cabral<sup>2</sup>  
Virginia Matta<sup>2</sup>  
Horácio Pezoa<sup>3</sup>  
Hillary Menezes<sup>3</sup>  
Fernando Abreu<sup>4</sup>  
Manuel Dornier<sup>1</sup>  
Max Reynes<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Centre de coopération internationale  
en recherche agronomique  
pour le développement (Cirad),  
Département Productions fruitières et  
horticoles (FHLOR),  
BP 5085,  
34032 Montpellier cedex 1  
<pallet@cirad.fr>  
<dornier@cirad.fr>  
<max.reynes@cirad.fr>

<sup>2</sup> Embrapa agroindústria de alimentos,  
Av. das Américas, 29501  
Bairro Guaratiba,  
CEP 23020-470,  
Rio de Janeiro RJ  
Brésil  
<lcabral@ctaa.embrapa.br>  
<vmatta@ctaa.embrapa.br>

<sup>3</sup> Université de Campinas,  
Faculté de engenharia de alimentos,  
R. Monteiro Lobato, 80  
Cx. Postal 6121,  
CEP: 13083-862,  
Campinas SP  
Brésil  
<nelson@fea.unicamp.br>  
<hilary@fea.unicamp.br>

<sup>4</sup> Embrapa Agroindústria Tropical,  
Rua Dra Sara Mesquita, 2270,  
Planalto do Pici,  
Cx. Postal 376,  
CEP 60511-110,  
Fortaleza CE  
Brésil  
<abreu@cnpat.embrapa.br>

### Résumé

Le Brésil présente une biodiversité fruitière remarquable et est par ailleurs le premier exportateur mondial de jus de fruit. Mais la plupart des fruits tropicaux disponibles ne sont pas valorisés et c'est surtout le jus d'orange concentré qui fait l'objet d'une exploitation industrielle. Les potentialités fruitières de ce pays sont donc énormes. Dans le but de mieux valoriser ces fruits, l'Embrapa, l'Unicamp et le Cirad mènent au Brésil et en France des recherches en partenariat sur l'application des techniques membranaires aux procédés de filtration et/ou concentration des jus et pulpes. L'objectif est améliorer les qualités microbiologique, organoleptique et nutritionnelle de ces boissons. La clarification et la pasteurisation à froid sont deux des procédés étudiés. Ils permettent de préserver les composés thermosensibles d'intérêt nutritionnel et sensoriel que sont les micronutriments, les vitamines et les composés d'arômes. La filtration a également été utilisée pour concentrer des jus riches en molécules fonctionnelles comme les caroténoïdes. Enfin, le procédé d'évaporation osmotique a été couplé à la clarification pour obtenir une base riche en acide ascorbique.

**Mots clés :** transformation, commercialisation ; productions végétales.

### Abstract

#### Applications of membrane techniques to the processing of Brazilian fruit juice

Brazil offers a remarkable fruit biodiversity and is also the world's leading exporter of fruit juice. However, most of its tropical fruits are not widely commercialised and concentrated orange juice is the first of its exported production. The potential for exploiting the fruits of this country is therefore enormous. With the objective of better commercialising these fruits, Embrapa, Unicamp, and Cirad are conducting joint research programmes in Brazil and France on the application of membrane techniques to the microfiltration and concentration of fruit juices. The objective is to improve the microbiological, organoleptic and nutritional qualities of these drinks. Two of the processes studied are cold clarification and cold pasteurisation. They allow thermo-sensitive compounds of nutritional and sensory interest, such as micronutrients, vitamins, and aroma compounds to be preserved. Filtration has also been used to concentrate juices rich in functional molecules such as carotenoids. Finally, osmotic evaporation has been coupled to clarification to obtain a juice base rich in ascorbic acid.

**Key words:** transformation, commercialisation; vegetal productions.

Tirés à part : D. Pallet

Le Brésil est le premier pays producteur d'oranges avec 34 % de la production mondiale, la majeure partie de cette production étant transformée en jus d'orange concentré pour l'export. Cependant, la pasteurisation qui est le traitement thermique utilisé pour stabili-

ser les jus, dégrade les qualités nutritionnelles et sensorielles des jus de fruit. La mise en œuvre de procédés alternatifs représente donc un enjeu important.

Par ailleurs la consommation nationale de jus de fruits est en forte croissance au Brésil avec des diversités régionales for-

tes : plus de vingt pôles fruitiers du Nord équatorial au Sud tempéré en passant par le Nordeste semi-désertique. Nombre des fruits de ces régions présentent des compositions aromatiques et/ou nutritionnelles de grande valeur ; c'est le cas en particulier de fruits riches en antioxydants : caroténoïdes, polyphénols et acide ascorbique.

L'utilisation des techniques membranaires - clarification et pasteurisation à froid - permettrait de préserver les composés thermosensibles de ces fruits et de diversifier leurs débouchés.

Depuis 1998, l'Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa), l'université de Campinas (Unicamp) et le Centre de coopération internationale en recherche agronomique pour le développement (Cirad) mènent au Brésil et en France des recherches en partenariat pour valoriser ces fruits sous forme de jus et de concentré en utilisant divers procédés de filtration et/ou de concentration membranaires.

Plusieurs fruits ont été ainsi étudiés, avec en premier lieu, l'orange pour laquelle nous avons le plus de résultats. Mais d'autres fruits comme l'umbu, le cajou, le camu-camu, les goyave et pastèque ont également donné lieu à des travaux.

## Clarification et pasteurisation à froid du jus d'orange

Dans le cas de l'orange, nous avons traité le jus frais par enzymage et séparé par microfiltration le jus initial en un rétentat pulpeux et un perméat clarifié et stérile puisque la membrane a un diamètre de pore inférieur ou égal à  $0,2\ \mu\text{m}$ . Le schéma du procédé est représenté en *figure 1*. Ce perméat stérile, d'intérêt commercial, peut ensuite être concentré par des techniques non membranaires ou membranaires. Il peut également être mélangé avec le rétentat pulpeux pasteurisé pour reconstituer un jus ayant des propriétés sensorielles et nutritionnelles plus proches du jus initial.

### La microfiltration tangentielle

Deux pilotes de filtration ont été utilisés : – à l'Embrapa CTAA de Rio, un pilote équipé de quatre membranes organiques

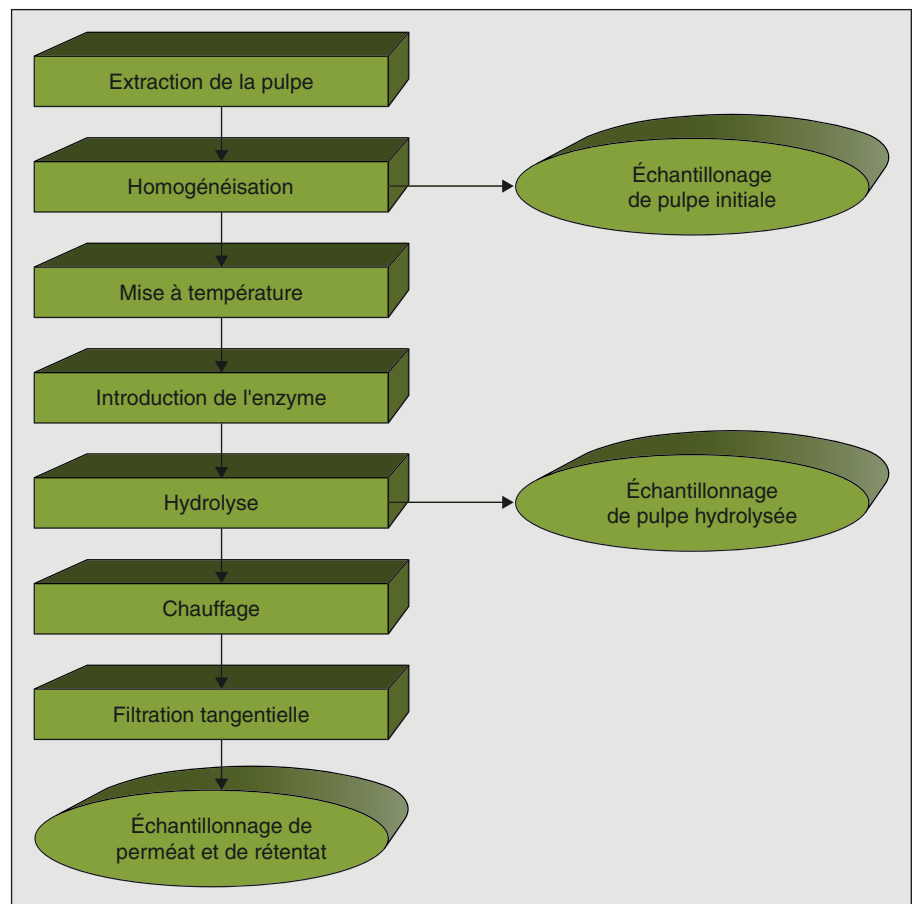


Figure 1. Schéma du procédé utilisé.

Figure 1. Diagram of process used.

tubulaires placées en parallèle, de diamètre de pores  $0,3\ \mu\text{m}$  et de surface filtrante totale  $0,05\ \text{m}^2$  ;

– au Cirad de Montpellier, un pilote équipé de quatre membranes minérales tubulaires, de diamètre de pores  $0,1\ \mu\text{m}$  et de surface unitaire  $0,005\ \text{m}^2$  (*figure 2*). Les différents paramètres du procédé - vitesse tangentielle, pression transmembranaire, durée de la filtration - ont été étudiés [2]. On obtient pour les différents jus (non hydrolysé, hydrolysé DSM et hydrolysé LYVEN), des flux toujours supérieurs à  $60\ \text{L/h.m}^2$ , valeur satisfaisante pour envisager une application industrielle.

L'étude de la microfiltration en mode sans concentration a permis de définir les paramètres utilisés à facteur de réduction volumique (FRV) croissant :

$P_{tm} = 2\ \text{bar}$ ,  $U = 3\ \text{m/s}$  et  $T = 30\ ^\circ\text{C}$  (*figure 3*).

Les densités de flux de perméat obtenues avec les membranes céramiques sont

supérieures à celles qui sont obtenues sur les membranes organiques. L'hydrolyse enzymatique a favorisé l'augmentation de la densité de flux de perméat de 30 % sur membranes organiques et de 50 % sur membranes minérales. En mode concentration (*figure 4*), un  $\text{FRV} = 3$  a été atteint et les densités de flux de perméat correspondantes sont de  $57\ \text{L/h.m}^2$  lorsque le prétraitement du jus se fait selon le traitement DSM et  $75\ \text{L/h.m}^2$  pour le jus prétraité avec le traitement LYVEN. Les perméats obtenus ont une très faible coloration, quel que soit le traitement enzymatique. Cependant, le perméat du jus hydrolysé LYVEN est plus coloré que celui du traitement DSM, et présente un arôme et un goût caractéristiques plus marqués, une acidité plus faible, et une teneur en vitamine C plus élevée. Le couplage de la microfiltration tangentielle au traitement LYVEN donne donc les meilleurs résultats en termes de densité de flux de perméat et de qualité du perméat.

## Caractérisation de la matière première

Le jus d'orange utilisé est un jus frais obtenu par pression d'oranges mûres de la variété « Pera », par le système FMC (du nom du fabricant de l'équipement). Une caractérisation du jus frais est effectuée avant chaque traitement enzymatique et essai de microfiltration. Ont ainsi été mesurés :

- l'extrait sec soluble ;
- l'acidité titrable ;
- le pH ;
- la viscosité apparente ;
- la turbidité ;
- la matière sèche totale ;
- l'extrait sec soluble ;
- l'acidité titrable ;
- le pH ;
- la viscosité apparente à 25 °C ;
- la teneur en vitamine C.

Des teneurs en caroténoïdes ont également été mesurées sur des échantillons. Les arômes présents dans les différents échantillons ont été analysés par chromatographie gazeuse. La qualité sensorielle des échantillons issus des microfiltrations a été évaluée par un jury constitué de 7 sujets entraînés.

## Les traitements enzymatiques

Différentes préparations enzymatiques de deux sociétés (DSM et LYVEN) ont été testées en fonction de la liquéfaction enzymatique des polysides pariétaux [1]. L'optimisation du traitement a été effectuée sur la base d'un plan factoriel. Les tests d'hydrolyse sont effectués sur 300 mL d'échantillons. L'hydrolyse est inactivée par un chauffage à 70 °C pendant 10 minutes. Le jus est ensuite refroidi rapidement avec de l'eau froide et les différents échantillons pour analyses sont prélevés. L'hydrolyse est évaluée par les réductions de teneur en pulpe, de viscosité, la perte en vitamine C. Les résultats permettent de sélectionner les traitements optimaux. Le traitement optimum DSM correspond à l'utilisation de 400 ppm de Clarex Citrus 8XL et 150 ppm de Rapidase TF à 45 °C pendant 15 minutes. Le traitement optimum LYVEN utilise 30 ppm de Pecllyve EP et 40 ppm de Pecllyve CP à 35 °C pendant 90 minutes et il a été noté un effet synergique dans l'association de Pecllyve EP et Pecllyve CP. Le traitement LYVEN donne de meilleurs résultats en matière de réduction de la viscosité et de la teneur en pulpe : 55 et

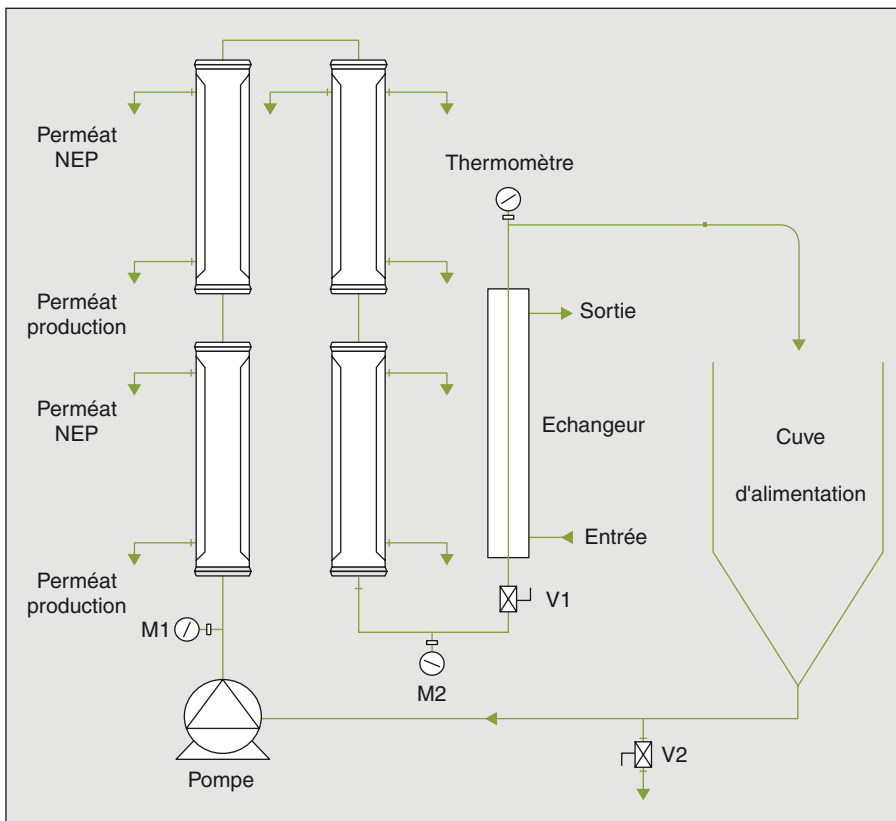


Figure 2. Schéma de l'installation de filtration.

Figure 2. Diagram of filtration system.

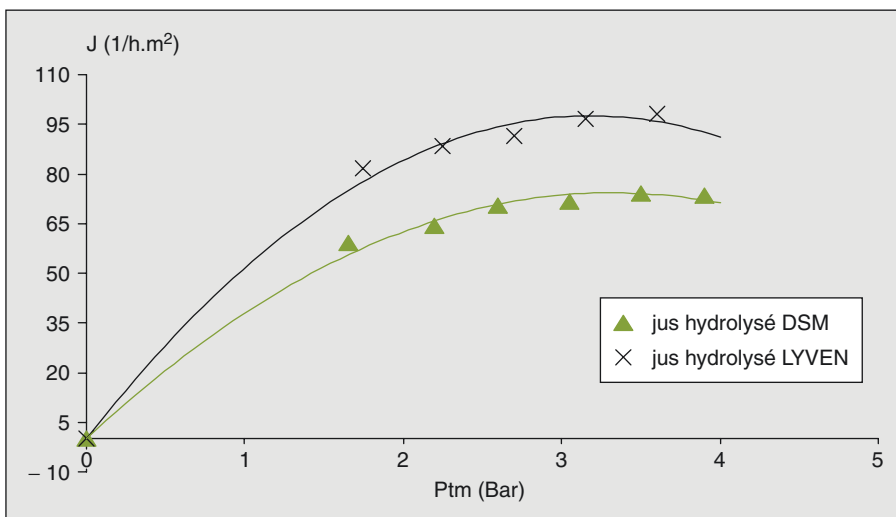
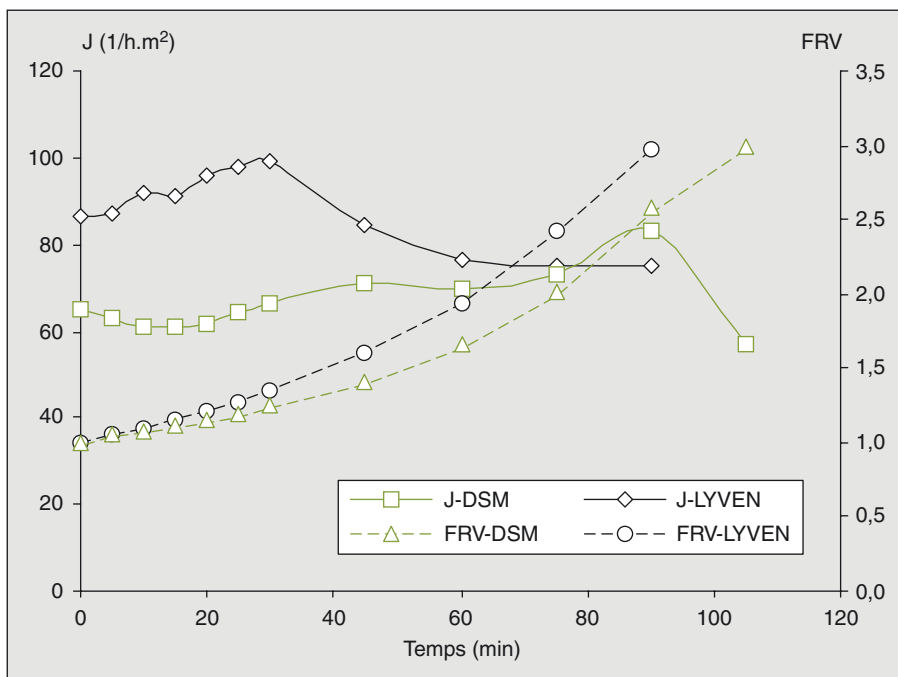


Figure 3. Densité de flux de perméat en fonction de la Ptm à FRV = 1, U = 3 m/s, membranes organiques.

Figure 3. Permeat flow density versus Ptm for FRV = 1, U = 3 m/s, organic membranes.

FRV : facteur de réduction volumique.

Hydrolyse DSM : 400 ppm Clarex + 150 ppm Rapidase - 45 °C - 15 min ; hydrolyse LYVEN : 30 ppm Pecllyve.



**Figure 4.** Évolution de la densité de flux de perméat et du FRV au cours de la microfiltration en mode concentration sur membranes organiques des jus hydrolysés DSM et LYVEN (P<sub>tm</sub> = 2 bar, U = 3 m/s et T = 30 °C).

**Figure 4.** Permeat flow density and FRV during microfiltration of hydrolysed juices with organic membranes DSM and LYVEN (P<sub>tm</sub> = 2 bar, U = 3 m/s, and T = 30 °C).

FRV : facteur de réduction volumique.

Hydrolyse DSM : 400 ppm Clarex + 150 ppm Rapidase - 45 °C - 15 min.

Hydrolyse LYVEN : 30 ppm Peclyve EP+ 40 ppm Peclyve CP - 35 °C - 90 min.

34 % dans le cas du traitement DSM et 62 et 70 % pour le traitement LYVEN, et aussi en termes d'augmentation de la couleur jaune caractéristique du jus d'orange après hydrolyse : 20 % après l'hydrolyse DSM et 36 % après l'hydrolyse LYVEN (ce qui correspond à une augmentation de la teneur en caroténoïdes totaux de 33 %).

### Pasteurisation du rétentat et reconstitution du jus

À l'Embrapa agroindústria de alimentos (CTAA), la pasteurisation a été effectuée dans un pasteurisateur à plaques, à 92 °C pendant 30 s. La montée en température et le refroidissement du jus ont été très rapides. Le mélange du rétentat pasteurisé et du perméat stérile s'est déroulé en conditions aseptiques, sous une hotte à flux laminaire.

### Caractérisation des produits obtenus

Une baisse de la teneur en acide ascorbique est observée dans les deux fractions de microfiltration. Les valeurs des paramètres de couleur indiquent que les com-

posés colorés sont fortement retenus par la membrane, même si l'hydrolyse diminue leur rétention. Cette observation est confirmée par les teneurs en caroténoïdes totaux qui sont nulles dans les perméats des jus non hydrolysés et hydrolysés DSM. Le jus hydrolysé LYVEN contient néanmoins une faible teneur en caroténoïdes totaux (4 % de la teneur du jus initial).

Après évaluation de la qualité des produits, il apparaît que le jus reconstitué présente des caractéristiques physico-chimiques proches de celles d'un jus d'orange frais, mais il est moins visqueux et perd 19 % de la vitamine C d'origine. Ce jus reconstitué enregistre globalement une perte d'arômes qui semble être liée à la dégradation de certains composés d'arômes lors de la pasteurisation du rétentat. L'analyse sensorielle montre que le jus reconstitué ne se différencie du jus frais que par le goût de cuit qui y est plus accentué. Cependant, il s'est révélé que ce goût de cuit est plus prononcé dans le jus reconstitué que dans le jus pasteurisé, ce qui est surprenant vu que le jus reconstitué ne contient qu'un tiers de rétentat pasteurisé. En revanche, le jus pasteurisé

présente un arôme de peau d'orange plus fort et est moins sucré que le jus reconstitué.

## Travaux sur les autres pulpes de fruits : umbu, cajou, goyave, pastèque, camu-camu

### Clarification de la pulpe d'umbu (*Spondias tuberosa*)

La pulpe d'Umbu (*Spondias tuberosa*) produite dans le Nordeste brésilien constitue déjà une source de revenu pour les populations et les petites agroindustries locales. C'est un fruit de grande importance sociale dans cette région du Brésil. Nous avons pu clarifier cette pulpe et obtenu un perméat de saveur agréable qui pourrait être utilisé comme jus ou comme base d'un nectar [3].

### Clarification de la pulpe de cajou (*Anacardium occidentale*)

Les travaux sur les jus riches en micronutriments et pigments ont porté sur la mise au point de techniques de clarification associant hydrolyse enzymatique et microfiltration pour éliminer la turbidité des jus de cajou (*Anacardium occidentale*). En effet, bien que largement consommé au Brésil, le jus de cajou est peu exporté. À peine 10 % des pommes de cajou sont utilisées et en général pour la fabrication de jus intégral. Les problèmes rencontrés sont l'astringence, la perte en vitamine C, le noircissement et le dépôt de la pulpe. Les recherches se sont d'abord orientées vers l'élimination, par microfiltration, de composants comme la pectine, les fragments cellulaires, les lipides et quelques phénols afin de les utiliser dans la production de produits plus élaborés (soda, cocktails...).

### Concentration du lycopène de la pulpe de goyave (*Psidium Guajava* L.) et de pastèque (*Citrullus vulgaris* L.)

Toujours dans le domaine de la concentration par filtration, des recherches com-

plémentaires sont en cours pour valoriser le lycopène issu des pulpes et du jus de la goyave (*Psidium Guajava* L.- Mirtaceae variété Paloma) et de la pastèque.

En effet bien que le lycopène soit d'une masse moléculaire faible, on observe que, étant donné ses affinités chimiques, il reste pratiquement entièrement dans le rétentat. Dans ces conditions, la microfiltration tangentielle joue le rôle d'un procédé de concentration du lycopène.

Le jus de pastèque présente une fluidité permettant de le traiter facilement et d'obtenir sur des membranes de 0,2 microns un rétentat de bonne concentration en lycopène. En revanche, la viscosité du jus de goyave impose un traitement enzymatique préalable.

### **Concentration du jus de camu-camu (*Myrciaria dubia* (H.B.K.)) par évaporation osmotique**

Une autre technique utilisée pour la concentration des jus de fruits est l'évaporation osmotique [4]. Le jus de camu-camu (*Myrciaria dubia* (H.B.K.) et *Myrciaria sp* – famille Myrtaceae), très riche en acide ascorbique au point même d'être difficilement consommable en l'état du fait de son acidité, a été traité par cette technique postérieurement à une clarification [5]. La concentration en deux étapes a été poussée à 64° Brix tout en limitant les pertes en acide ascorbique à moins de 10 %. La base obtenue a été utilisée dans une formulation de jus et de yaourt et les tests d'analyse sensorielle ont montré une bonne acceptabilité.

## **Conclusions et perspectives**

L'application des membranes au traitement des pulpes de fruits brésiliens ne peut pas s'orienter vers la simple obtention de jus clarifié car le marché national demande des jus pulpeux.

La reconstitution des jus par réincorporation du rétentat pasteurisé est possible comme nous l'avons montré sur le jus d'orange mais le « goût de cuit » du produit obtenu doit être éliminé.

La concentration de micronutriment par microfiltration est un procédé facilement mis en œuvre et qui donne des résultats intéressants dans le cas des caroténoïdes et en particulier du lycopène. Les rétentats riches en caroténoïdes peuvent trouver des applications industrielles.

Il existe cependant de nombreux fruits qui ne présentent pas de compositions nutritionnelles remarquables mais qui sont de grande importance sociale dans leurs régions de production. C'est le cas de l'umbu avec lequel nous avons obtenu un perméat de saveur très apprécié pouvant par exemple servir de base à un nectar.

Un programme de travail complémentaire doit être établi afin d'aborder la clarification et la pasteurisation à froid d'autres jus de fruits tropicaux originaires ou produits au Brésil, tels que l'açaí, le cupuaçu, le sapoti, la graviola, la pitanga, le cajá et le tamarin. ■

---

### **Remerciements**

Les auteurs tiennent à remercier les chercheurs et étudiants apportant leur contribution aux travaux et en particulier Roberta Rodriguez, Luiz Viotto, Waldemar Venturini, Olivier Bruyas, Marilidia Clotteau, Fatou Seck, Silvia Silveira Claretto, Kathleen Miranda.

---

### **Références**

1. Clotteau MS, Della Modesta RC, Gomes FS, et al. *Characterization of orange juice clarified by enzymatic treatment*. IV Simpósio Latino-Americano de Ciência de Alimentos (SLACA), Campinas (Brésil), 12-15 novembre 2001: 273-4.
2. Seck F. *Étude de la stabilisation du jus d'orange par microfiltration tangentielle couplée à un traitement enzymatique*. Thèse de master of science, Ensia Siarc, Montpellier, 2003, 95 p.
3. Bruyas O. *Étude de la clarification de pulpe d'umbu (Spondias tuberosa) par microfiltration tangentielle couplée à une hydrolyse enzymatique*. Thèse de master of science, Ensia Siarc, Montpellier, 2004, 22 p.
4. Vaillant F. *Clarification et concentration de jus de fruits tropicaux pulpeux associant traitements enzymatiques, microfiltration tangentielle et évaporation osmotique*. Thèse de doctorat Ensia Massy, France, 2000, 247 p.
5. Rodrigues RB. *Aplicação dos processos de separação por membranas para produção de suco clarificado e concentrado de camu-camu (Myrciaria dubia)*. Thèse de doctorat, université de Campinas, 2002, 146 p.