

Intérêt des techniques à membrane dans la production de jus de fruits tropicaux (cas des jus clarifiés d'ananas):

A: Evolution des flux de filtration au cours du procédé.

S. ITOUA GASSAYE, A. DAVIN, Martine MIETTON PEUCHOT et R. BEN AIM*

THE ADVANTAGES OF MEMBRANE TECHNIQUES IN THE PRODUCTION OF TROPICAL FRUIT JUICES (THE CASE OF CLARIFIED PINEAPPLE JUICE).

A - The evolution of filtration fluxes during the process.

S. ITOUA GASSAYE, A. DAVIN, Martine MIETTON-PEUCHOT and R. BEN AIM.

Fruits, May-Jun. 1991, vol. 46, n° 3, p. 251-258.

ABSTRACT - The possibility of producing clear pineapple juice using cross-filtration (membrane process) with industrially acceptable fluxes was examined. Study of the various operating parameters (shear at the membrane, enzymes, periodic counter-current defouling) showed that the limitation of the filtrate flux, caused to a great extent by the retention of pectic matter on the membrane, could be improved in comparison with conventional filtration. Membrane techniques, simplifying the production diagram, considerably reduce the total duration of treatment. However, enzymatic treatment, which enhances the splitting of macromolecules (pectic chains), releases much smaller molecules and under these conditions increases internal fouling, making counter-current defouling somewhat ineffective.

INTERET DES TECHNIQUES A MEMBRANE DANS LA PRODUCTION DE JUS DE FRUITS TROPICAUX (cas des jus clarifiés d'ananas) :

A - EVOLUTION DES FLUX DE FILTRATION AU COURS DU PROCÉDE.

S. ITOUA GASSAYE, A. DAVIN, Martine MIETTON-PEUCHOT et R. BEN AIM.

Fruits, May-Jun. 1991, vol. 46, n° 3, p. 251-258.

RESUME - Les possibilités de production, par microfiltration tangentielle (procédé à membrane), de jus d'ananas clairs, avec des flux acceptables sur le plan industriel ont été examinées. L'étude des différents paramètres opératoires (cisaillement à la membrane, enzymage, décolmatage périodique à contre-courant) a montré que la limitation de flux de filtrat, due en grande partie à la rétention des matières pectiques au niveau de la membrane pouvait être améliorée par rapport à la filtration conventionnelle. Les techniques à membrane, simplifiant le diagramme de production, réduisent d'une façon non négligeable la durée totale de traitement. Toutefois, le traitement enzymatique, par son effet favorable sur le fractionnement des macromolécules (chaînes pectiques) libère des molécules beaucoup plus petites, et, est, dans ces conditions, un des facteurs favorables au colmatage interne des membranes rendant ainsi le décolmatage à contre-courant peu efficace.

* - ITOUA GASSAYE, DAVIN et MIETTON PEUCHOT - Laboratoire de Génie Chimique - Chemin de la Loge - TOULOUSE (France).
BEN AIM - Département de Génie Chimique - UTC COMPIEGNE (France).

INTRODUCTION

Les premières boissons à l'ananas sont apparues dans les années 1900 avec la commercialisation par les sociétés hawaïennes des jus de râpage d'ananas en boîte. La perte de saveur originale était importante. Néanmoins la production fut développée en 1909 époque à laquelle furent introduits sur le marché les premiers jus d'ananas filtrés et commercialisés sous le nom de «Dore's Pure Hawaiian Pineapple Juice». Un an plus tard le produit fut retiré du marché en raison de la faible demande.

Depuis, les technologies ont évolué et les consommateurs européens ont vu apparaître sur le marché les fruits et jus de fruits exotiques avec leur saveur et arôme caractéristiques. Ces jus, souvent produits très loin des zones de grande consommation, posent beaucoup de problèmes du point de vue de leur transport et de leur stabilité. Ils sont généralement transportés sous forme de purs jus ou sous forme de concentrés.

L'altération physicochimique du jus au cours du stockage (brunissement enzymatique ou non, couleur terne, perte de l'arôme du fruit ou apparition de l'arôme secondaire ...) est attribuable aux technologies conventionnelles qui ont servi à leur production. Pour y remédier, certains

pays producteurs ont pensé à la production de jus clair, stérile et stable (MOSSO, 1988). Cependant, pour atteindre la clarté souhaitée, des techniques lourdes et onéreuses sont nécessaires avec plusieurs opérations successives (centrifugation, collage à la bentonite, décantation, filtrations ...), ce qui de surcroît nécessite un temps de traitement long et favorable à l'altération du jus.

C'est pourquoi, compte tenu du développement actuel des techniques à membrane dans les industries agroalimentaires et eu égard à la composition chimique de l'ananas (parfum essentiellement constitué de composés oxygénés, faible teneur en matières pectiques dont le rôle limitant a fait l'objet de plusieurs travaux (HADJ-SAID *et al.*, 1989 ; WUCHERERPFENNIG *et al.*, 1990), il est possible d'envisager l'utilisation de ces nouvelles techniques sachant que les premiers pilotes existent déjà et ont été couronnés de plus ou moins de succès à l'échelle industrielle (cas du jus de pomme). En effet, ces techniques présentent un intérêt non négligeable de réduction de temps de production et offrent une grande simplification du diagramme de production (figure 1). Mais elles sont, dans un domaine aussi complexe que celui des jus de fruits, confrontées aux problèmes de colmatage et donc à une limitation de flux de filtrat.

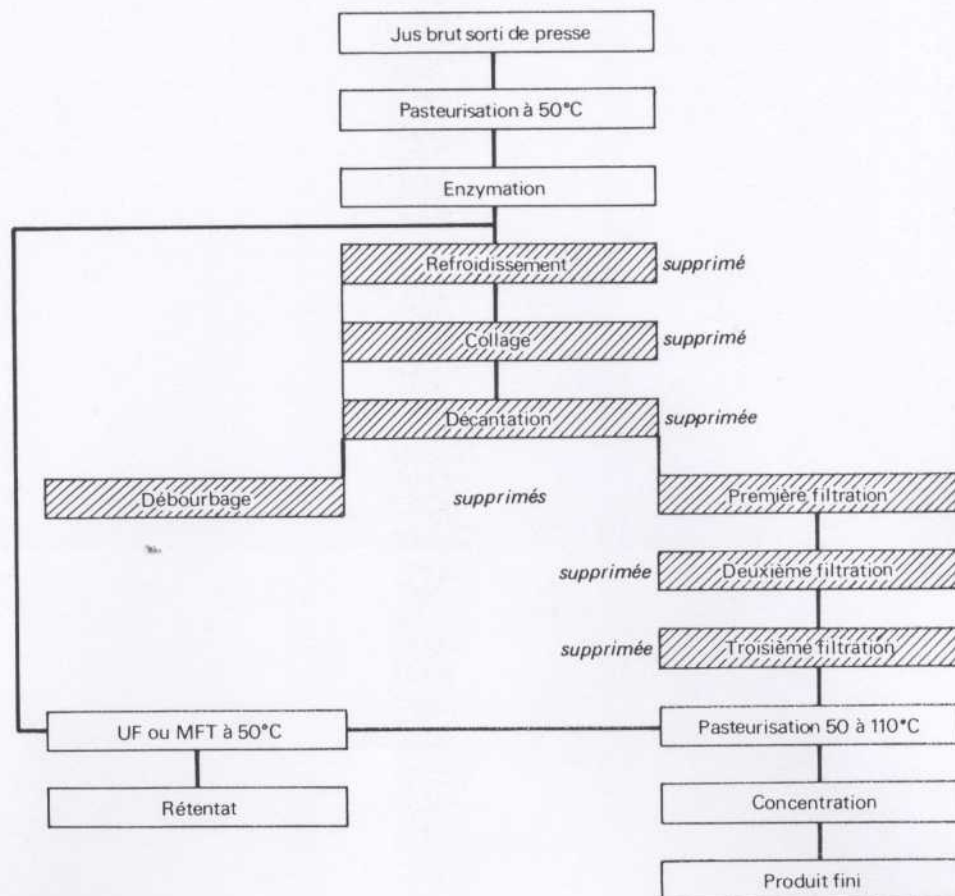


Fig. 1 • Comparaison des deux procédés de clarification : procédé à membrane et procédé traditionnel.

L'objectif de ce travail est d'examiner les possibilités de production, par microfiltration tangentielle, de jus d'ananas limpides avec des flux acceptables sur le plan technico-économique.

MATERIELS ET METHODES

Membranes et dispositif de microfiltration tangentielle.

Nous avons utilisé les membranes commerciales dont les caractéristiques sont données dans le tableau 1. Les membranes minérales ont été montées dans un module tubulaire T1-70-250 de la Société des Céramiques Techniques (SCT), les membranes organiques elles, ont été montées dans un module plan qui, comme le module tubulaire, a été disposé sur une boucle classique de filtration tangentielle (figure 2).

Matériel végétal.

Le matériel végétal, pur jus d'ananas, a été fourni par la société Pampryl. Ce jus, en provenance de Côte d'Ivoire, Martinique ou Kenya est un jus généralement pasteurisé. Il a été utilisé tel quel ou enzymé.

Conditions opératoires.

Les essais de filtration ont été effectués à 30°C pour des contraintes de cisaillement à la membrane, τ_p de 130, 275 et 250 Pascal respectivement pour les membranes SCT ou NGK, TECHSEP et GELMAN (VERSAPOR). Ces contraintes de cisaillement ont été calculées à partir des mesures de perte de charge dans le module suivant la formule :

$$\tau_p = \frac{D_H \Delta P}{4 L}$$

où ΔP est la perte de charge dans le module de diamètre hydraulique D_H et de longueur L .

INFLUENCE DU TRAITEMENT ENZYMATIQUE

Le traitement enzymatique a pour but de modifier le taux de macromolécules constituées généralement de pectines. L'hémicellulase a été la préparation enzymatique la mieux adaptée à la dépectinisation du jus d'ananas vraisemblablement par son action pectinolytique et cellulolytique. Dans les conditions de traitement enzymatique optimales (dose, durée et température fixées), les courbes représentatives de l'évolution des flux au cours du temps montrent que :

- quelle que soit la membrane (figure 3), la microfiltration du jus d'ananas se traduit par une période initiale de décroissance rapide de flux de filtrat suivie d'une période de faible décroissance ou de quasi-stabilisation ;

- le traitement enzymatique améliore sensiblement les flux de filtrat (figure 4).

Ces différents essais, faits sur des lots de jus très hétérogènes ne peuvent pas être comparés rigoureusement. La réactivité de l'enzyme pouvant être différente selon les lots (teneur en matières pectiques à dégrader variable selon les lots et fonction de la période de récolte du fruit), ces résultats ne peuvent que donner une tendance générale de la variation des flux.

Dans le tableau 2 sont représentés les flux (en l/h.m²) des différentes membranes au début et après une heure de fonctionnement. Ces flux ont permis d'évaluer les pertes de perméabilité des différentes membranes utilisées.

Ce tableau montre que le traitement enzymatique qui se traduit par une augmentation des flux, peut être à l'origine d'une perte de perméabilité $J(t)/J(o)$ non négligeable des membranes de microfiltration. Ces résultats sont en bon accord avec ceux récemment obtenus sur le jus d'ananas traité par l'hémicellulase (DOKO, 1990) dans lesquels le traitement enzymatique initial du jus réduisait les flux limites de filtration qui, toutefois, pouvaient être maintenus à un niveau acceptable grâce à l'addition d'antimoussant. La perte de perméabilité observée est beaucoup plus importante sur membrane organique (50 p. 100 pour la membrane organique VERSAPOR contre 84-90 p. 100 pour les membranes minérales SCT ou NGK, de même diamètre nominal de pore) malgré le cisaillement légèrement supérieur (250 Pa pour la membrane VERSAPOR contre 130 Pa pour les membranes minérales SCT ou NGK).

La différence de flux relativement faible entre le jus enzymé et non enzymé peut s'expliquer par l'effet favorable d'une vitesse tangentielle assez élevée, mais également par le fait que le jus que nous supposons brut ne l'est sans doute pas tout à fait. C'est un jus partiellement enzymé lors du pressurage et compte tenu de la faible teneur en matières pectiques de l'ananas, l'enzymage que nous faisons n'améliore plus d'une façon appréciable les flux. Sur un des lots, nous avons trouvé par dosage chimique (dosage colorimétrique), une teneur en pectine de 0,26 g/l ; cependant, un dosage effectué dans un laboratoire spécialisé a donné une teneur de l'ordre de 0,2 g/l exprimé en pectate de calcium. Ces valeurs obtenues sont relativement faibles par rapport à la teneur en pectine estimée à 0,1 p. 100 soit 1 g/l dans l'ananas.

TABLEAU 1 - Caractéristiques des membranes commerciales utilisées.

Fabricant	Matériau	Configuration	Seuil de coupures (données fabricant)
SCT	alumine	tubulaire	0,2 μ m
NGK	alumine	tubulaire	0,2 μ m
TECHSEP	oxyde de zirconium sur support carbone	tubulaire	0,08 μ m
GELMAN	copolymère acrylique sur support nylon	plane	0,2 μ m

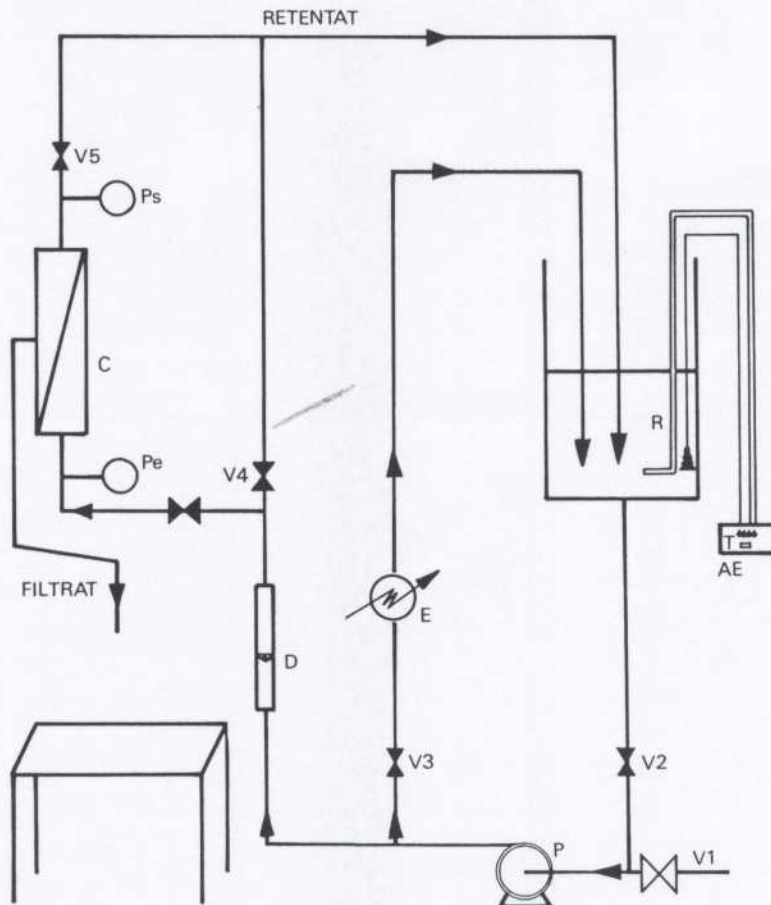


Fig. 2 • Dispositif de microfiltration filtration tangentielle. Schéma de principe.

AE : armoire électrique R : réservoir d'alimentation C : cellule de filtration
 P : pompe d'alimentation D : débitmètre E : échangeur de chaleur
 T : température contrôlée Pe : pression entrée V1 à V5 : vannes
 Ps : pression sortie

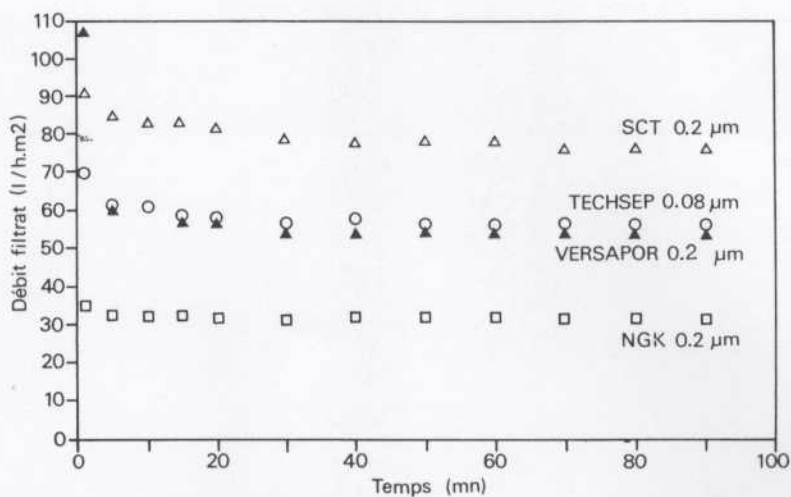


Fig. 3 • Jus d'ananas. Variation de flux au cours du temps 30°C 1 bar. Influence de la membrane, enzyme hemicellulase 2 g/hl, 30 mn, 30°C.

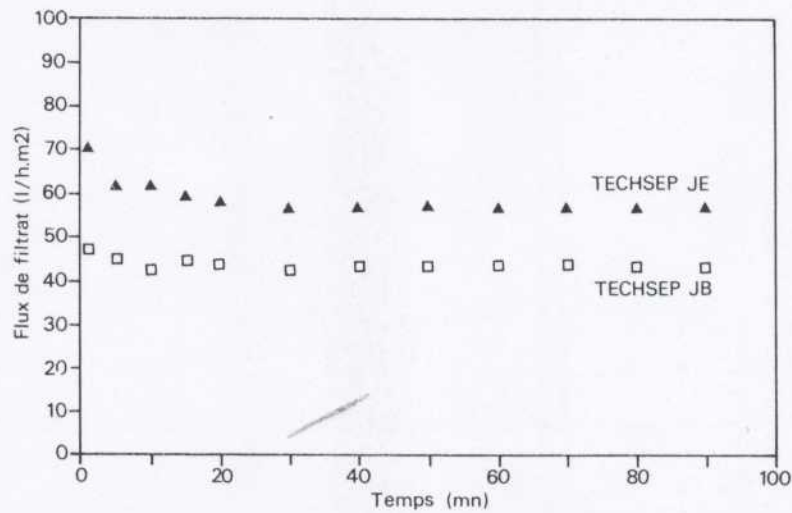


Fig. 4 • Jus d'ananas. Variation de flux de filtrat au cours du temps. Influence du traitement enzymatique, enzyme hemicellulase 2g/hl, 30mn, 30°C, (membrane TECHSEP 0,08µm, 4 m/s, 30°C).

TABLEAU 2 - Clarification du jus d'ananas par MFT : perte de perméabilité. Influence de la membrane.
* - même lot.

	τ_p (Pa)	J60	J0	J60/J0 p. 100
TECH SEP (jus enzymé) *	275	56,5	70,8	80
TECH SEP (jus non enzymé)*	275	43,5	47,8	92
SCT (jus enzymé)	130	77	91	84
VERSAPOR (jus enzymé)*	250	53,6	107	50
NGK (jus enzymé)	230	31,63	35	90

Dans les conditions des essais où la température est assez basse (30°C environ), la microfiltration tangentielle appliquée à la clarification du jus d'ananas donne des débits relativement faibles de 50 à 70 l/h. m² suivant les membranes (organique ou minérale). Cette température de travail de 30°C, choisie dans l'optique de garder tout l'arôme du jus, est, compte tenu de la teneur en matière sèche relativement élevée du jus d'ananas, responsable des faibles valeurs de flux de filtrat observées.

Les membranes minérales, dans tous les cas, se sont avérées les plus efficaces (flux de filtrat élevés, peu de perte de perméabilité). La différence de flux entre les membranes minérales SCT et NGK de diamètre nominal de pores équivalent (0,2 µm) est attribuable à la différence de perméabilité entre ces deux membranes.

INFLUENCE DE LA CONTRAINTE TANGENTIELLE

L'influence de la vitesse d'écoulement et donc de la contrainte tangentielle sur les flux de filtrat est représentée sur la figure 5. Les essais faits sur le même lot de jus d'ananas se sont déroulés de la manière suivante :

- filtration de jus à vitesse tangentielle maximale (4,3 m/s)

pendant 30 mn (durée approximative d'établissement de régime stationnaire) ;

- variation de la vitesse dans le sens des valeurs décroissantes à intervalle de temps régulier (toutes les 30 mn) ;

- à la fin de cette exploration de la gamme de vitesses, la vitesse est portée une dernière fois à la valeur initiale ;

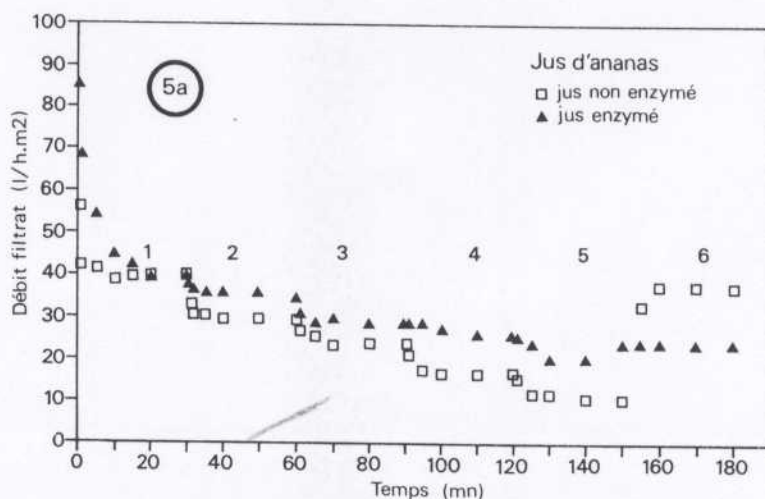
- la pression transmembranaire reste constante et est fixée à 1 bar, de même pour la température qui est fixée à 30°C. La durée du traitement enzymatique est de 30 mn à 30°C et celle d'une manipulation est de 2 h 30 mn (180 mn).

On observe :

- une très faible différence de flux entre le jus enzymé et le jus non enzymé pour les vitesses très élevées (figures 5 a et 5 b) ;

- une diminution très rapide de flux de filtrat pendant les premières minutes de la filtration. Cette diminution est d'autant plus importante que le jus a subi un traitement enzymatique (portion de courbe n°1, figure 5 a) ;

- toute diminution de la contrainte tangentielle est suivie



5a : portion de courbe (1 à 6); vitesse 4,3-3,5-2,5 - 1,7- 0,7 et 4,3 m/s respectivement.

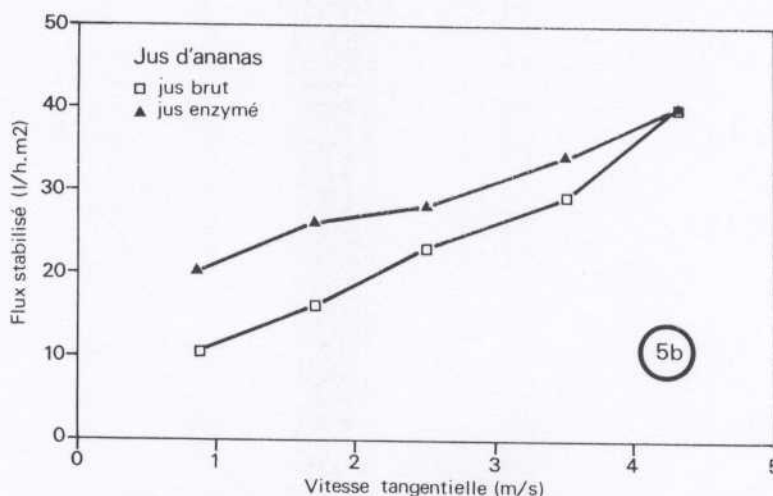


Fig. 5 • Influence de la contrainte tangentielle, membrane SCT 0.2 μ m, 30°C
1 bar, enzyme hémicellulase 2g/hl, 30mn, 30°C.

d'une diminution de flux (portion de courbe n° 2 à 5, figure 5 a). Ce phénomène s'observe très clairement avec le jus « non enzymé » ;

- lorsqu'on augmente la vitesse jusqu'à la valeur initiale, on ne retrouve le flux de filtrat « stabilisé » qu'avec le jus non enzymé (portion de courbe n° 6).

Ces observations traduisent vraisemblablement l'importance de la nature physicochimique des produits colmatants sur la résistance à l'écoulement et l'influence de la vitesse tangentielle.

- Lorsque les matières pectiques (cas présent) ne sont pas dégradées (ou le sont partiellement) par les enzymes, la résistance à l'écoulement en régime stationnaire serait essentiellement due à la formation de dépôt dont les constituants sont facilement réentraînés. la portion de courbe n° 6 correspond dans ce cas au réentraînement du gâteau.

- Par contre, la dégradation des matières pectiques, en libérant des molécules beaucoup plus petites semble être

favorable à un colmatage interne de la membrane de micro-filtration. Ceci explique une moindre sensibilité à la variation de la contrainte tangentielle (figure 5 b).

INFLUENCE DU CONTRE-LAVAGE A CONTRE-COURANT

Le lavage à contre-courant est l'une des techniques de décolmatage utilisée dans les procédés à membrane ; son efficacité dépend du type de colmatage (GALAJ *et al.*, 1984 ; BOURDEN, 1990).

Il consiste à appliquer périodiquement, du côté filtrat, une pression supérieure à la pression transmembranaire. Cette contre-pression refoule dans le circuit principal un volume de liquide (filtrat) qui dépend de la durée pendant laquelle s'applique le contre-lavage.

Les paramètres les plus importants pris en compte lors d'un contre-lavage sont :

- le temps de filtration t_f ou temps de «colmatage»
- la pression transmembranaire ΔP
- la pression de contre-lavage ΔP_c
- la durée de contre-lavage t_c ou durée de décolmatage.

Dans cette étude, ces paramètres n'ont pas été optimisés. Sur du jus enzymé par l'hémicellulase à 2 g/l pendant 30 mn à 30°C, nous avons procédé à un contre-lavage à 2 bars toutes les 2 minutes pour une pression transmembranaire de 1 bar, de la façon suivante :

- filtration du jus avec une membrane de même diamètre de pore jusqu'à l'obtention d'un volume de 500 ml de filtrat dans la cuve de contre-pression ;
- mise en place d'une membrane propre et filtration pendant 1 mn environ (temps nécessaire de remplissage du volume mort) ;
- mesure du débit de référence puis début du contre-lavage toutes les 2 mn ;
- toutes les heures, les flux de filtrat sont relevés ;
- après 5 heures de filtration, le contre-lavage est arrêté et le flux de filtrat est continuellement mesuré.

La variation du flux de filtrat pendant et après le contre-lavage représentée sur la figure 6 fait apparaître que :

- les premiers contre-lavages sont suivis d'une chute brutale du débit ;
- les flux moyens mesurés toutes les heures continuent de décroître pendant les 4 premières heures puis se stabilisent ;
- lorsque l'on arrête le contre-lavage (T = 5 h), on observe

une nouvelle chute de flux qui se stabilise à 14 l/h.m² alors que pendant le cycle de contre-lavage le flux se stabilisait à 21 l/h.m² environ.

On peut estimer, dans ces conditions d'essais, que le contre-lavage apporte un gain de flux de 50 p. 100, valeur qui pourrait être améliorée si les paramètres opératoires étaient réellement optimisés.

La chute de flux durant le cycle de contre-lavage peut être attribuée à un colmatage interne de la membrane par adsorption. GALAJ *et al.* (1984), travaillant sur du vin en fin de fermentation avaient signalé déjà cette décroissance de flux de filtrat malgré le décolmatage. Selon ces auteurs, la décroissance serait due au dégazage du gaz carbonique qui, s'il se produit dans les pores, conduit d'une part à leur obstruction et d'autre part rend inefficace l'action de décolmatage par effet d'amortissement.

CONCLUSION

La clarification du jus d'ananas par microfiltration tangentielle fait apparaître que :

les flux de filtrat peuvent être améliorés grâce à un traitement enzymatique approprié du jus ou à un contre-lavage périodique.

Une augmentation de la contrainte de cisaillement à la membrane par son influence sur la couche de polarisation permet d'accroître les flux de filtrat.

Toutefois, nos résultats font apparaître que la «sensibilité» des phénomènes responsables de la chute de flux de filtrat serait plus grande dans le cas d'un jus non enzymé : l'enzymation n'a donc pas que des effets bénéfiques et

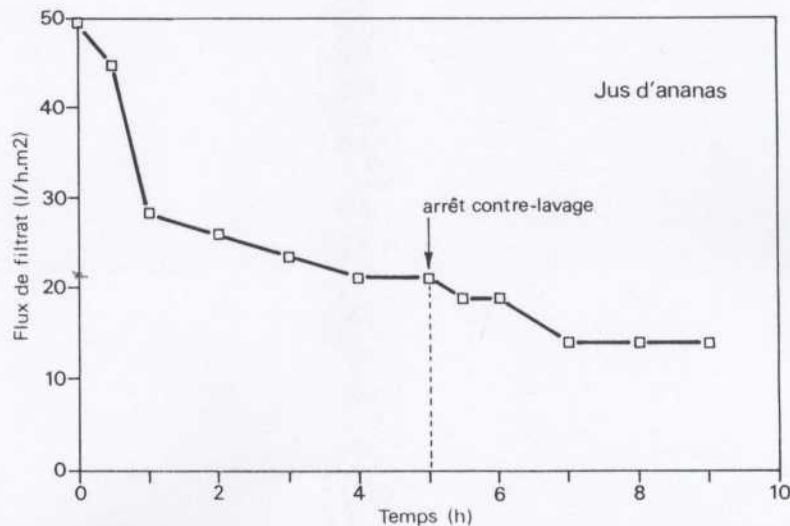


Fig. 6 • Variation du flux pendant (jusqu'à T = 5h) et après le contre-lavage (de 5h à 9h). Membrane SCT 0,2µm, $\Delta P = 1$ bar, $\Delta P_c = 2$ bar, $t_f = 15$ s.

l'optimum entre :

- traitement enzymatique,
- contrainte tangentielle,
- choix de la membrane

devrait permettre de réduire le colmatage interne des membranes de microfiltration et donc d'éviter les chutes observées au cours du procédé. Ainsi pourrions-nous envisager d'améliorer les flux de filtration pour atteindre des valeurs acceptables d'un point de vue technico-économique.

REFERENCES

- BOURDEN (S.). 1990.**
Caractérisation par capteur optique de l'évolution spacio temporelle du dépôt formé lors de la filtration sur fibre creuse.
Thèse Doctorat INP Toulouse (France).
- DOKO (M.B.). 1990.**
Place de la microfiltration tangentielle dans les techniques séparatives pour l'optimisation de la production de l'enzyme protéolytique d'*Ananas comosus* L., Merr.
Thèse doctorat Université Montpellier (France).
- HADJ-SAID (A.) et BEN AIM (R.). 1989.**
Microfiltration tangentielle de solution de pectine.
Bios, 20 (8-9), 51-53.
- GALAJ (S.), WICKER (A.), DUMAS (J.P.), GILLOT (J.) et GARCERA (D.). 1984.**
Microfiltration tangentielle avec décolmatage sur membranes céramiques.
Le lait, 64, 129-140.
- MOSSO (K.). 1988.**
Utilisation du fruit entier pour la fabrication du jus pétillant d'ananas.
IAA, 1 (2), 35-37.
- WUCHERERPFENNIG (K.) and DIETRICH (H.). 1990.**
The influence of the colloid structure on the flux rate in Depth and crossflow membrane filtration.
in the 5th World Filtration Congress, 1, 79-83 Nice (France)

REMERCIEMENTS

S. ITOUA GASSAYE tient à remercier le Laboratoire de Biochimie Technologie des Fruits Tropicaux de l'IRFA (à Montfavet) qui l'a recueilli pour un stage de deux mois et où il a pu bénéficier de l'expérience acquise sur l'analyse des constituants des jus de fruits tropicaux, notamment par chromatographie par chromatographie en espace de tête.

IMPORTANCIA DE LAS TECNICAS DE MEMBRANA EN LA PRODUCCION DE JUGOS DE FRUTAS TROPICALES. (CASO DEL JUGO CLARIFICADO DE PINA) :

A - Evolución del flujo de filtración durante el proceso.

S. ITOUA GASSAYE, A. DAVIN, Martine MIETTON-PEUCHOT y R. BEN AIM.

Fruits, May-Jun. 1991, vol. 46, n° 3, p. 251-258.

RESUMEN - Las posibilidades de producción, por microfiltración tangencial (procedimiento de membrana), del jugo de piña clara, con flujos aceptables sobre el plano de inducción, fueron examinados. El estudio de los diferentes parámetros operatorios (cizalladura en la membrana, digestión enzimática, destaponamiento periódico por contra corriente) mostró que la limitación del flujo de filtrado, que es debida en gran parte a la retención de las materias pécticas al nivel de la membrana, se puede mejorar con respecto a la filtración convencional. Las técnicas de membrana, que simplifican el diagrama de producción, reducen de una manera no despreciable la duración total del tratamiento. Sin embargo, el tratamiento enzimático, que tiene un efecto favorable sobre el fraccionamiento de las macromoléculas (cadenas pécticas), pero que al liberar moléculas mucho más pequeñas se convierte, en estas condiciones, en uno de los factores favorables para la obstrucción interna de las membranas, volviendo así al destaponamiento por contra corriente poco eficaz.

