



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL



Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

## CARTA PATENTE N.º PI 0411283-0

*Patente de Invenção*

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0411283-0

(22) Data do Depósito : 11/06/2004

(43) Data da Publicação do Pedido : 23/12/2004

(51) Classificação Internacional : A23L 2/08

(30) Prioridade Unionista : 13/06/2003 NL 1023665

(54) Título : Processo para concentrar suco de legume ou suco de fruta, e, uso do concentrado obtido de acordo com o referido processo

(73) Titular : Friesland Brands B.V., Companhia Holandesa. Endereço: Blankenstein 142, 7943 PE Meppel, Holanda (NL).

(72) Inventor : Gerrit Marten Westhoff, Engenheiro(a). Endereço: Trombonestraat 56, 3822 CH Amersfoort, Holanda. Cidadania: Holandesa.; Tjeerd Jongsma, Engenheiro(a). Endereço: Nassaulaan 24, 6721 DZ Bennekom, Holanda. Cidadania: Holandesa.; Piet Haasen, Engenheiro(a). Endereço: Goorseweg 22, 6595 AM Ottersum, Holanda. Cidadania: Holandesa.; Mathijs Hendrikus Johannes Martens, Engenheiro(a). Endereço: Vierkenschof 4, 6916 MA Tolkamer, Holanda. Cidadania: Holandesa.

Prazo de Validade : 10 (dez) anos contados a partir de 26/08/2014, observadas as condições legais.

Expedida em : 26 de Agosto de 2014.

Assinado digitalmente por  
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira  
Diretor de Patentes

75 de Novembro  
REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL  
de 1889

“PROCESSO PARA CONCENTRAR SUCO DE LEGUME OU SUCO DE FRUTA, E, USO DO CONCENTRADO OBTIDO DE ACORDO COM O REFERIDO PROCESSO”

5 A invenção diz respeito a um processo para concentrar sucos de frutas e sucos de legumes, os quais serão daqui em diante denotados pelo termo “suco”, bem como aos concentrados assim obtidos. Em uma forma de realização preferida, a invenção diz respeito à concentração de frutas cítricas, por exemplo, e preferivelmente também, à concentração de suco de laranja.

10 O termo “suco” é entendido como significando em geral uma solução aquosa derivada da fruta, de legumes e de qualquer outra planta de sementeira.

A fruta fresca e os vegetais frescos acham-se em geral disponíveis apenas durante as estações específicas, e não permitem armazenagem prolongada sem perda da qualidade, ao mesmo tempo em que, além disso, ocupam muito espaço então. É em parte por estas razões que os produtos vegetais destinados à produção de sucos, com a finalidade de processamento em escala industrial, são submetidos a prensagem imediatamente após a colheita, depois do que o suco produzido é armazenado para processamento mais tarde.

20 É, então, obviamente desejável que os sucos preservem as propriedades do suco fresco, tanto quanto possível, no gosto, no aroma e na aparência, assim como na sensibilidade ao paladar.

25 Quanto à armazenagem, no entanto, o volume mínimo e a capacidade de armazenagem máxima são pretendidos. Portanto, tipicamente, uma etapa de concentração é realizada e as medidas são tomadas para limitar a influência de microorganismos e/ou de enzimas degradantes.

Um método de concentração industrialmente aplicado em larga escala compreende as seguintes etapas: o suco é extraído do material vegetal, após o que ele é submetido a uma etapa de filtração (bruta); opcionalmente, uma etapa de centrifugação é realizada para remover partículas da polpa; o

produto do suco é pasteurizado para inativar as enzimas e para eliminar microorganismos; o suco é subseqüentemente evaporado, convencionalmente em várias etapas de evaporação, após o que o concentrado permanece e é esfriado abaixo de 25°C e, preferivelmente, abaixo de 10°C.

5 A etapa de pasteurização tipicamente leva um tempo de 4 a 30 segundos, em uma temperatura na faixa 77 a 121°C. Nos evaporadores, o suco tem um tempo de permanência de alguns 6 a 8 minutos. Especialmente nestas duas etapas, os componentes aroma e sabor reagem até desaparecerem. Iguamente, os componentes de aroma e sabor são decompostos e/ou  
10 volatilizados e/ou descarregados juntamente com a água a ser removida.

Em vários casos, o aroma e os sabores descarregados com a água de evaporação podem ser recuperados da primeira etapa do processo de evaporação e, mais tarde, podem ser adicionados ao concentrado.

15 Além disso, foi proposto efetuar a concentração sem submeter o suco a uma etapa de aquecimento. A serem especificamente indicados aqui são a concentração por congelamento, a concentração por sublimação e as combinações da ultra-filtração com a osmose reversa.

Na concentração por congelamento, a água presente no suco extraído é lentamente e de modo controlado congelada até a formação de  
20 cristais de gelo, sendo que os cristais de gelo são subseqüentemente removidos. Opcionalmente, o suco extraído pode ser centrifugado, por meio do que a corrente de soro e a corrente de polpa são geradas. A corrente de soro é subseqüentemente submetida à concentração por congelamento e o concentrado obtido pode então ser combinado com a polpa novamente.

25 Um processo de concentração por sublimação também utiliza a separação da corrente de suco em uma corrente de soro e uma corrente de polpa, após o que o soro é submetido a secagem por congelamento.

No Relatório Descritivo da Patente dos Estados Unidos 4.643.902, é descrito um método em que o suco é submetido a uma etapa de

ultra-filtração (UF), em que os componentes sabor e aroma passam pela membrana de UF e o permeado é subsequentemente submetido a uma osmose reversa. As membranas usadas preferivelmente têm um corte de peso molecular de pelo menos 50 kDa, porque então os microorganismos e as pectinesterases ficam retidas no retido. O retido é submetido a um tratamento para inativar estes microorganismos e enzimas, tipicamente por aquecimento. Finalmente, as correntes tratadas de retido-permeado são combinadas novamente.

Igualmente em *Chemical Engineering* 96(8) (1989) p. 17, é descrito que o FreshNote, “um sistema de concentração de sucos combinando ultra-filtração com a osmose inversa”, da SeparaSystems LP, após a ultra-filtração, dá um permeado que contém aproximadamente todos os componentes de aroma e sabor. O retido é pasteurizado.

É um objeto da presente invenção prover um processo que permite que uma concentração de suco, em que tão poucos componentes semi-voláteis de sabor e aroma quanto possível são perdidos, e em que substancialmente nenhuma reação produtora de perda de sabor, tal como as reações de Maillard, ocorre durante a concentração evaporativa.

Este objeto é obtido fornecendo-se um processo para concentrar sucos de legumes ou de frutas, em que uma corrente de permeado e uma corrente de retido são formadas submetendo-se o suco a uma etapa de ultra-filtração através de uma membrana hidrofílica tendo um corte de peso molecular de no máximo 80 kDa até um fator de concentração de pelo menos 5, após o que a corrente de permeado é submetida à concentração evaporativa.

No processo de acordo com a invenção – ao contrário da patente dos Estados Unidos nº 4.643.902 – é feito o uso de membranas de ultra-filtração hidrofílicas. Embora exista uma grande preferência quanto às membranas de polissulfona e/ou de poliéter sulfona, outras membranas hidrofílicas adequadas são as membranas com base nos ésteres celulósicos,

poli-carbonato, poli-imida e poli-éter imida, poli-amidas (alifáticas), e cetona de éter poli-éter.

Incidentalmente, Johnson *et al.* em *J. Food Sc.* 61(3) (1996), 540, descrevem um processo para melhorar a recuperação dos componentes de aroma solúveis em água durante a evaporação. Isto envolve o uso de uma membrana de polissulfona de 500 kDa em uma etapa de ultra-filtração para reduzir a viscosidade do suco através da polpa e remoção da pectina. Os componentes de aroma da fase de água clara, o permeado, são recuperados após a evaporação daquela água. Igualmente, o extermínio das proteínas e das enzimas no permeado, que levam à criação da cor marrom e à eliminação dos sabores.

Uma comparação entre os resultados após o uso de uma membrana de polissulfona hidrofílica de acordo com a invenção, e após o uso de uma membrana hidrofóbica de fluoreto de polivinilideno, mostra que uma parte considerável dos componentes de aroma passa pela membrana hidrofóbica.

Não obstante existam vários parâmetros que são de influência sobre a força de separação de uma membrana de UF, tal como a conformação e a flexibilidade das macromoléculas na solução, sua interação com a membrana e a presença de outras partículas na solução, parece que a força de separação das membranas de UF que são usadas de acordo com a invenção, podem ser bem consideradas com o MWCO (corte de peso molecular). Neste aspecto, referência é feita a Marcel Mulder, *Basic Principle of Membrane Technology*, 2<sup>a</sup> edição (1996) Kluwer Academic Publishers.

No processo de acordo com a invenção, um MWCO de no máximo 80 kDa, preferivelmente no máximo 60 kDa, mais preferível no máximo 50 kDa, e o mais preferível no máximo 30 kDa, é preferível, não obstante algum efeito ocorra já em um MWCO de 100 kDa. O limite inferior não é crítico, e é de fato determinado pela velocidade da etapa de ultra-

filtração. A fim de se obter um processo vantajoso, uma membrana adequada terá um MWCO de 5 kDa e, preferivelmente, de 10 kDa.

Em uma forma de realização prática, o suco que é concentrado de acordo com a invenção será extraído do material de partida vegetal, tipicamente por pressão. O suco assim obtido é além disso tipicamente submetido a uma etapa de acabamento, em que sementes etc. são removidas. Além disso, opcionalmente uma etapa de centrifugação pode ser realizada de modo a remover uma parte da polpa.

Preferivelmente, a menos que de outra forma indicado, todas as etapas de tratamento visando obter o suco concentrado, são realizadas em temperaturas abaixo da temperatura ambiente, e preferivelmente esfriadas a no máximo 15°C.

O suco é subseqüentemente submetido a uma etapa de pasteurização, em que a atividade enzimática é inativada e os microorganismos são eliminados. Esta etapa de pasteurização, como a pessoa habilitada sabe, depende do suco: tipicamente, ela compreende manter o suco em 77 a 121°C, por um período de 4 a 30 segundos. A pasteurização preferida do suco de fruta cítrica e, especialmente, do suco de laranja, é feita a 95°C por 4 segundos. Esta etapa de pasteurização pode ser realizada antes ou após a etapa opcional de centrifugação.

A seguir, o suco assim obtido é ultra-filtrado, por meio do que o retido (ou concentrado) é concentrado a pelo menos um fator de 5, mas preferivelmente a pelo menos um fator de 7.

O retido da etapa de ultra-filtração contém as substâncias do aroma e do sabor (substâncias tipicamente semi-voláteis;  $\alpha$ -pineno e limoneno podem aqui ser mencionados como exemplos importantes), pelo menos substancialmente, as proteínas e outras macromoléculas presentes. Sem que se deseja ficar ligados a qualquer teoria, supõe-se que estas substâncias tenham sido incluídas em ou sobre uma fase oleosa, fase esta que

possivelmente se acha associada com macromoléculas no retido. Em uma forma de realização preferida, o retido é congelado até o uso e armazenado nesta condição, por exemplo a -8 ou -18°C. Outra forma de realização preferida compreende uma concentração congelada a, por exemplo, 40° Brix; este concentrado é armazenado frio a alguns -18°C.

O permeado (aproximadamente 10° Brix) compreende aminoácidos, açúcares e uma variedade de componentes solúveis em água. Após ter sido obtido, é submetido a uma etapa de evaporação (concentração evaporativa) até uma concentração de pelo menos 40° Brix, preferivelmente de pelo menos 50° Brix, e o mais preferível acima de 60° Brix, por exemplo 70° Brix. O permeado é observado experimentar pouca a nenhuma reação que leve à eliminação dos sabores, por exemplo as reações de Maillard. O permeado da UF é adequadamente submetido a concentração evaporativa em um evaporador a vácuo de múltiplos efeitos ou múltiplos estágios. O permeado do suco está então presente no evaporador tipicamente por 6 a 8 minutos. Após a evaporação, este concentrado de permeado é primeiramente ajustado a uma temperatura de alguns 25°C mediante resfriamento relâmpago, e depois armazenado até o uso, preferivelmente na condição congelada, por exemplo a -8°C, mas de preferência a -18°C.

Finalmente, a invenção diz respeito ao uso do concentrado de permeado e do retido obtíveis do processo de acordo com a invenção para preparar suco de legumes ou de frutas pela adição de uma quantidade adequada de água ao concentrado. Opcionalmente, nesse caso, os aditivos de aroma adicional e/ou os auxiliares de processamento convencionais para este tipo de produto, podem ser adicionados.

No fluxograma 1, o processo em conformidade com a invenção é representado esquematicamente. Em conformidade com este fluxograma, o material vegetal contendo o suco, por exemplo laranjas, é submetido a uma etapa de prensagem e etapa de acabamento. Isto produz uma

corrente 2 de suco acabado. Esta corrente de suco é pasteurizada e subseqüentemente submetida a centrifugação. Incidentalmente, estas últimas duas etapas podem ser realizadas na ordem inversa, mas é preferível pasteurizar primeiro. Na etapa de pasteurização, as enzimas são inativadas e os microorganismos são exterminados.

A corrente 5/6 é fornecida a uma unidade de ultra-filtração. Isto produz uma corrente 7 de retido e uma corrente 10 de permeado. O retido pode opcionalmente ser submetido a uma concentração por congelamento, quanto ao suco de laranja, por exemplo, a 30° Brix.

A corrente 10 é submetida à concentração evaporativa, com extração da fase de água evaporada de substâncias de aroma ou sabor arrastadas. Quanto às laranjas, a concentração evaporativa produz, por exemplo, um concentrado de alguns 66° Brix.

Presentemente, a invenção será ainda elaborada nos e pelos seguintes exemplos não limitativos. Onde os percentuais são mencionados nos Exemplos e no relatório descritivo, estes são sempre percentuais em peso com base no líquido total, a menos que seja de outra forma especificado.

#### EXEMPLO 1: ULTRA-FILTRAÇÃO EM ESCALA DE BANCADA

Suco de laranja recém-prensado, pré-filtrado (tamanho do poro do filtro: 360 \* 360 µm) foi submetido a uma ultra-filtração em uma unidade de ultra-filtração de escala de bancada. Esta unidade de UF de PVC compreendia uma membrana de polissulfona de 20 kDalton (4 tubos, diâmetro dos tubos de 11 mm; tipo de membrana: Berghof P4C 07 AD 3320).

O ultra-filtrado foi concentrado à guisa de carga até um fator de concentração 7 em uma temperatura do processo de 7°C.

Durante o processo, amostras foram retiradas do permeado e concentrado da UF e analisadas quanto a  $\alpha$ -pineno e a limoneno, os quais são importantes componentes de aroma semi-volátil, com GC, por exemplo com o método descrito por Johnson *et al.* no artigo examinado acima em J. Food Sc.

(1996). A Figura 1 mostra as concentrações de pineno e de limoneno no concentrado de UF como uma função do fator de concentração; A Figura 2 mostra estas concentrações no permeado de UF.

Segue-se da Figura 1 que ambos os componentes permanecem na retaguarda no concentrado de UF, pelo menos são concentrados. A Figura 2 mostra que, após um fator de concentração 2, a concentração dos dois componentes no permeado permanece substancialmente constante.

#### EXEMPLO 2: ULTRA-FILTRAÇÃO DO SUCO DE LARANJA EM ESCALA DE FABRICA PILOTO

O suco de laranja recém-prensado (relação de doce/ácido de 10,6:11; Brix 10,2°), pré-filtrado (tamanho dos poros do filtro: 360 \* 360 µm), foi pasteurizado (4 segundos, a 95 °C). O conteúdo de polpa foi de 7,3 % após a etapa de filtração. Este suco foi armazenado frio a 4 °C.

Um tonel de 500 litros de aço inoxidável, de paredes duplas, foi enchido com suco de laranja pasteurizado. O suco foi circulado com uma bomba centrífuga. Uma segunda bomba centrífuga circulou o suco através das membranas (membranas de polissulfona de 20 kDa; faixa de pH de 2 a 12; pressão máxima de 8 bar); as pressões de entrada e de saída foram de 5,3 e 4,0 bar, respectivamente, a pressão média da transmembrana foi de 4,7 bar, a velocidade do fluxo cruzado foi de 4 m/s, a temperatura de operação foi de aproximadamente 10°C. O permeado foi coletado em tonéis de aço inoxidável. O tonel de 500 litros foi enchido até que o volume desejado de suco tivesse sido concentrado.

Antes e durante a UF, amostras foram colhidas e as concentrações de  $\alpha$ -pineno e de limoneno foram determinadas. A Tabela 1 relaciona as concentrações quanto aos materiais de partida. As Figuras 3 e 4 apresentam as concentrações de pineno e de limoneno no concentrado UF e no permeado UF, respectivamente, medidas no tempo. Da Figura 3, segue-se que as concentrações de  $\alpha$ -pineno e o limoneno permaneceram regularmente

constantemente por 8 horas. Após essas 8 horas, nenhum novo suco de laranja foi mais suprido, após o que as concentrações de pineno e de limoneno aumentaram. A Figura 4 mostra que a concentração de pineno se estabiliza em um valor de 1,2 ppb; a concentração de limoneno chega a cerca de 400 ppb.

**TABELA 1**

CONCENTRAÇÕES DE PINENO E DE LIMONENO NO SUCO DE LARANJA

Suco de Laranja (relação: 10,6-11 Brix: 10,2)	Pineno [ppb]	Pineno (duplicata) [ppb]	Limoneno [ppb]	Limoneno (duplicata) [ppb]
Suco recém-prensado	1100	-	120688	-
Suco filtrado	1191	1268	125387	132466
Suco pasteurizado	1004	989	105820	107837

EXEMPLO 3: EFEITO DA TEMPERATURA DE OPERAÇÃO SOBRE AS CONCENTRAÇÕES DE  $\alpha$ -PINENO E DE LIMONENO NO PERMEADO DA UF

No planejamento da fábrica piloto descrito no Exemplo 2, o suco de laranja pasteurizado, recém-prensado foi concentrado em uma temperatura de operação de 7°C a um fator de concentração de 8. Depois disto, a temperatura de operação foi elevada a 15°C e 27°C.

As concentrações de  $\alpha$ -pineno e de limoneno no permeado de UF são representadas na Figura 5, como uma função da temperatura. Na temperatura relativamente elevada de 27°C, as concentrações de limoneno e de pineno comprovam não aumentarem em grande escala; na faixa de 7 a 27°C, portanto, a temperatura de operação não tem nenhuma, pelo menos não substancial, influência sobre a seletividade da membrana.

EXEMPLO 4: DESENVOLVIMENTO DA REMOÇÃO DE SABORES DO LIMONENO

O suco de laranja foi concentrado em um assim chamado evaporador de cítricos TASTE de 7 estágios e 4 efeitos, em conformidade com o método descrito por Nagy *et al.* em: *Fruit Juice Processing*

*Technology*, AGScience, Inc., Auburndale, Florida 1993 (pré-aquecendo-se de 7 a 76,7°C em 80 segundos; efeito 1, pré-aquecimento em 10 segundos de 76,7 a 96,1°C; efeito 2, 2º estágio, 96,1 a 81,1°C; efeito 3, 3º estágio, de 81,1 a 70,6°C; efeito 3, 4º estágio, 70,6 a 53,9°C; efeito 4, 5º estágio, 53,9 a 41,1°C; efeito 4, 6º estágio, 45,0 a 39,4°C; efeito 4, 7º estágio, 45,0 a 39,4°C).

O composto  $\alpha$ -terpineol formado de limoneno, um forte “eliminador do sabor”, foi determinado para o suco de laranja recém-prensado, e para o permeado do suco de laranja recém-prensado submetido a ultra-filtração, usando-se uma unidade de escala de bancada do Exemplo 2. Para o suco de laranja fresco, foi observada uma concentração de  $\alpha$ -terpineol de 0,012 mg/litro; para o permeado de acordo com a invenção, uma concentração de 0,0012 mg/litro foi observada. Um fator 10 de  $\alpha$ -terpineol é formado quando a etapa de ultra-filtração é realizada.

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para concentrar suco de fruta ou de legumes, caracterizado por compreender as etapas: i) pasteurizar o suco; ii) submeter o suco pasteurizado a ultrafiltração em membrana hidrofílica com valor de corte de peso molecular de, no máximo, 60 kDa, até um fator de concentração de pelo menos 5, para obter uma corrente de permeado e uma corrente de retido contendo os componentes de sabor e aromas; iii) submeter a corrente de permeado a concentração evaporativa; e iv) recombinar as correntes de permeado e de retido.
2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que, como membrana hidrofílica, uma membrana possuindo um corte de peso molecular de no máximo 50 kDa é usada.
3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que, como membrana hidrofílica, uma membrana de polissulfona e/ou poliéter sulfona é usada.
4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que um suco de fruta cítrica e preferivelmente um suco de laranja é concentrado.
5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que a corrente de permeado é sujeitada à concentração evaporativa até uma concentração de pelo menos 40° Brix, preferivelmente pelo menos 50° Brix.
6. Uso do concentrado obtido de acordo com o processo como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de ser para preparar um suco de legume ou de fruta adicionando-se uma quantidade adequada de água.

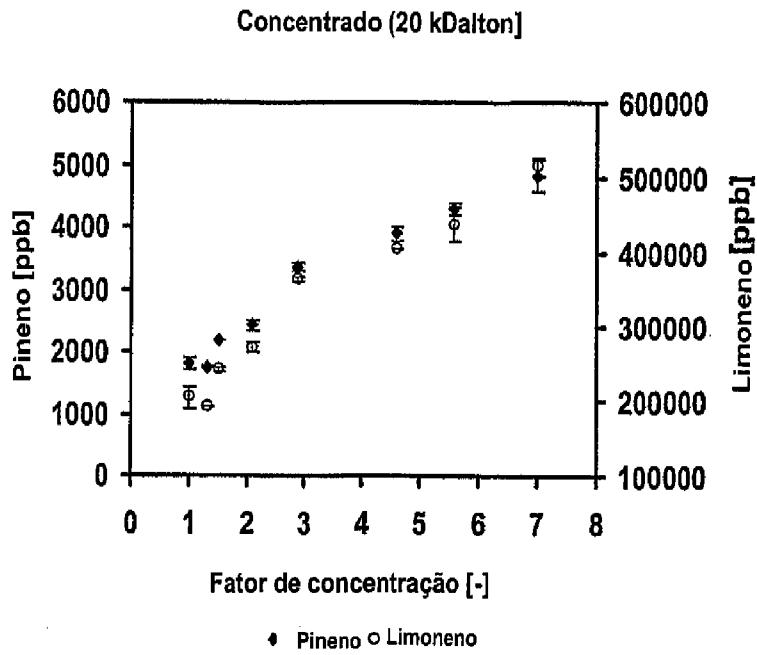


Fig. 1

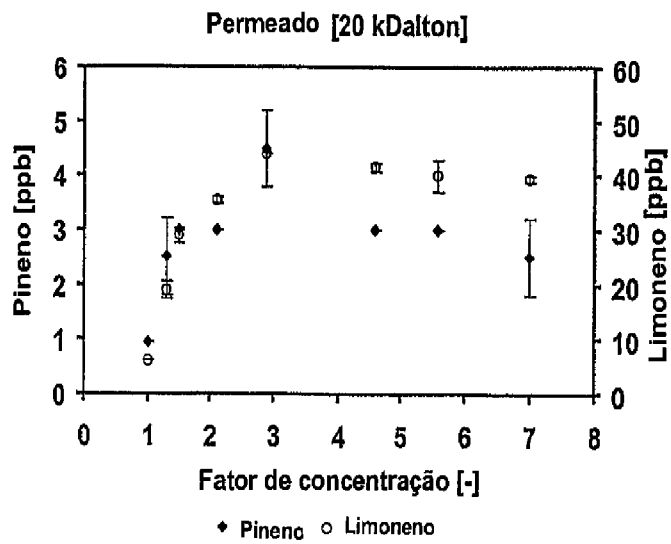


Fig. 2

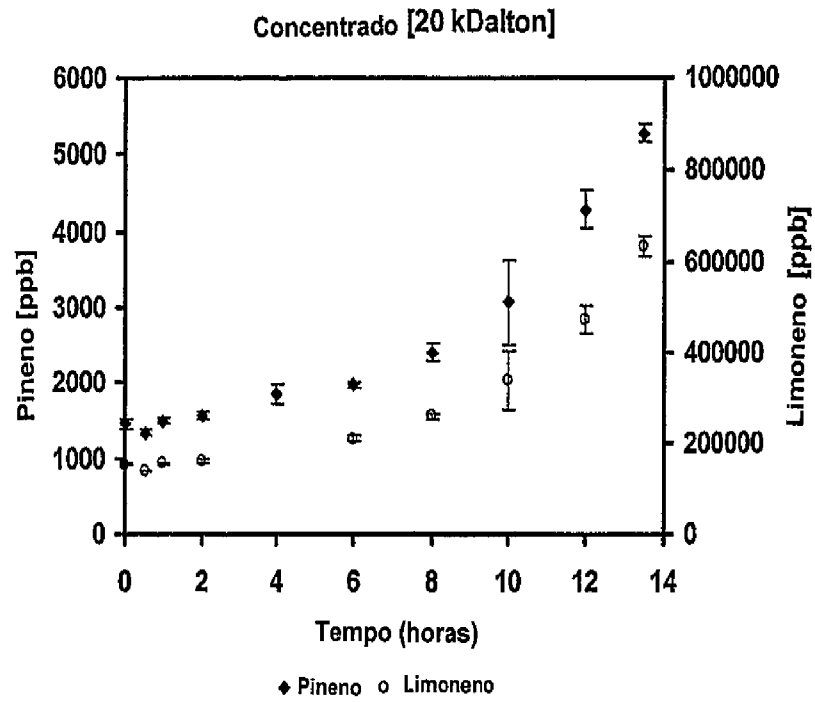


Fig. 3

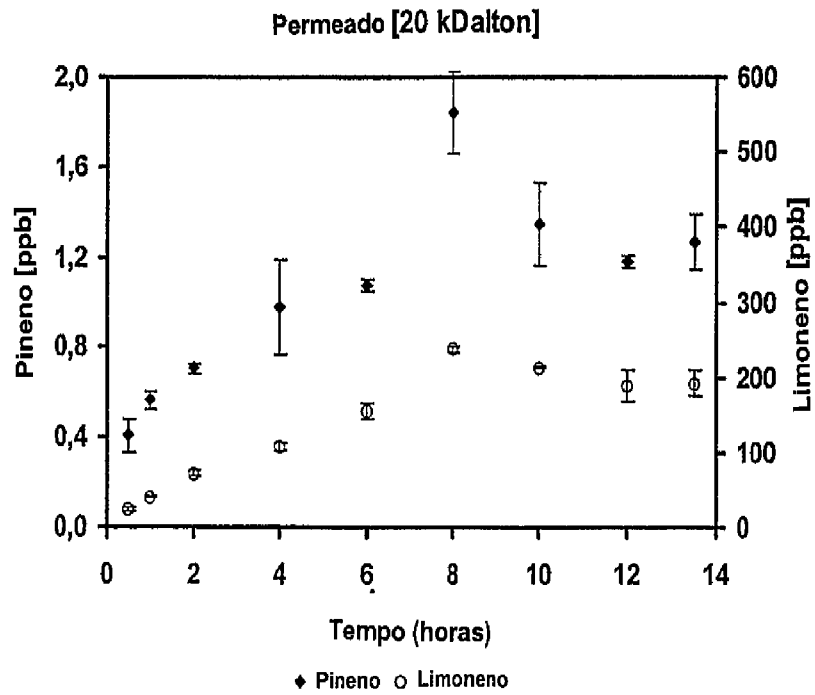


Fig. 4

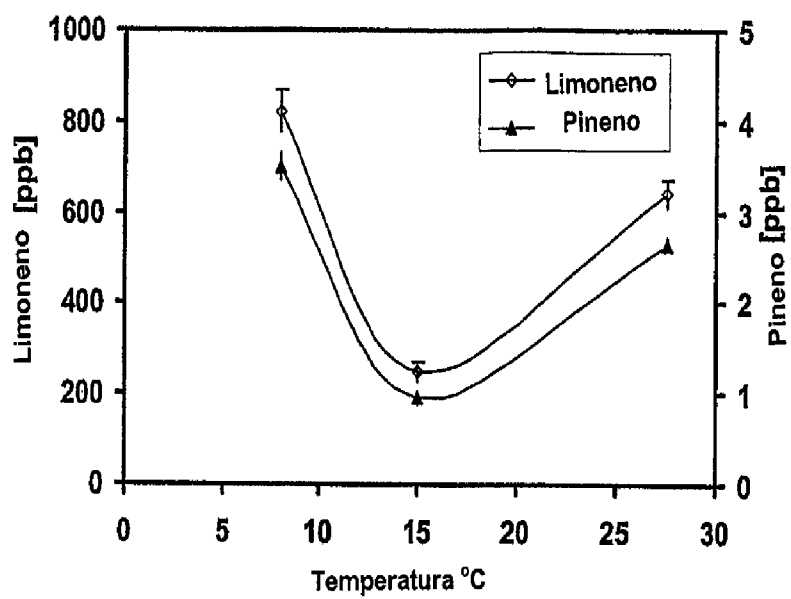
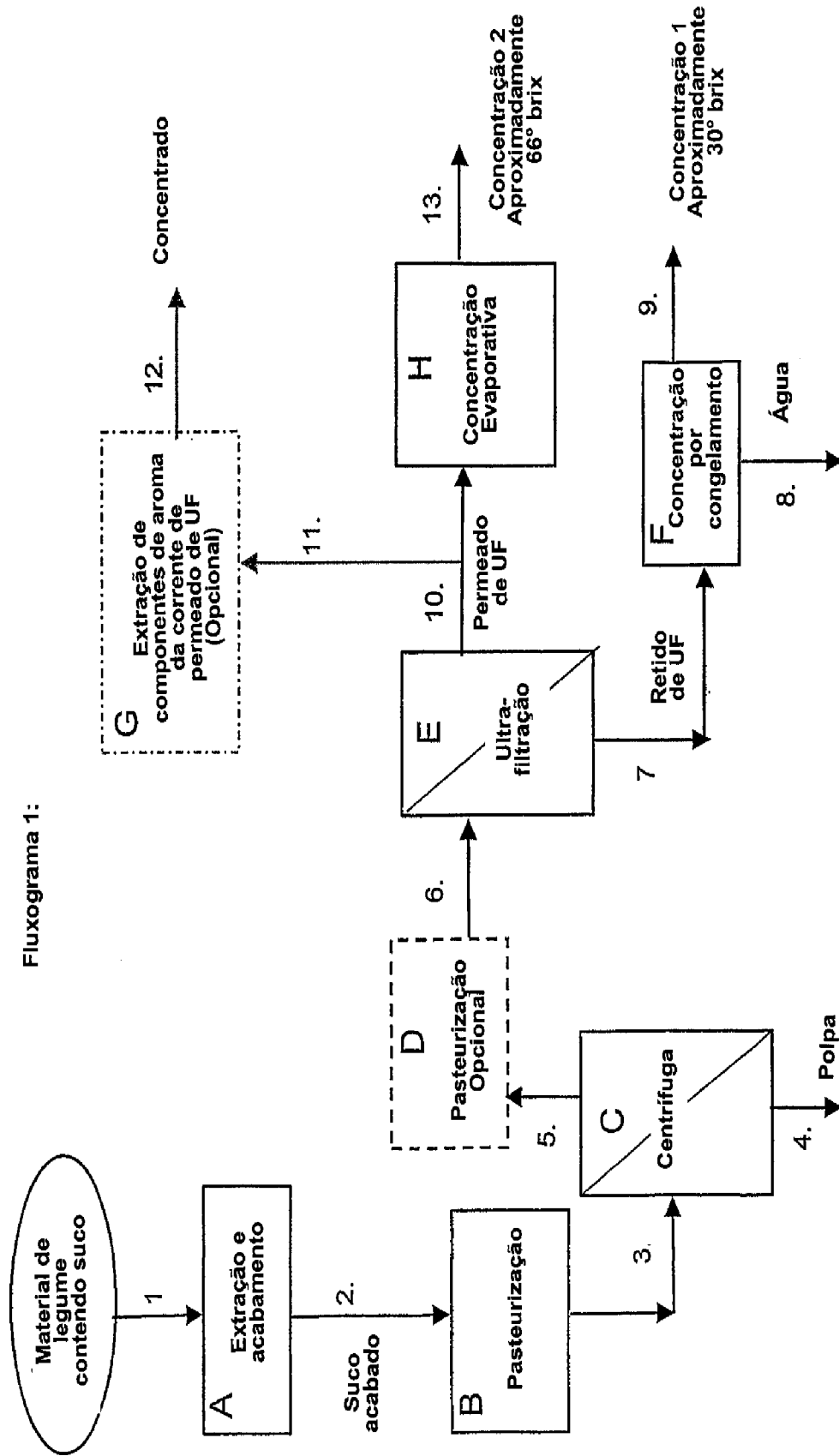


Fig. 5

Fluxograma 1:



RESUMO

“PROCESSO PARA CONCENTRAR SUCO DE LEGUME OU SUCO DE FRUTA, E, USO DO CONCENTRADO OBTIDO DE ACORDO COM O REFERIDO PROCESSO”

5                   A invenção refere-se a um processo para concentrar suco de legume ou suco de fruta, em que uma corrente de permeado e uma corrente de retido são formadas submetendo-se o suco a uma etapa de ultra-filtração e submetendo-se a corrente de permeado à concentração evaporativa. Adicionalmente, a invenção refere-se ao uso do dito suco concentrado

10                   obtenível para preparar um suco de fruta ou de legume diluindo-se o concentrado com água.