PVM

ROYAUME DE BELGIQUE

MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

BREVET D'INVENTION

N° 900.029

Classif. Internat.: C12P/A23L/C07C

Mis en lecture le: 15 -10- 1984

LE Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention

Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle

Vu le procès-verbal dressé le 28 juin *19* 84 *à* 14 *h* 35

au Service de la Propriété industrielle

ARRÊTE :

Article 1. - *Il est délivré* à aux Stés dites : ZENTRALES WARENKONTOR OBST, GEMUSE UND SPEISEKARTOFFELN et LIKO GENERALNE RIADITELSTVO TRUSTE
resp. : Schwedter Strasse 37/40, 1058 Berlin (Allemagne) (R.D.A.)
et : Miletičova ul. 23, Bratislava -CS (Tchécoslovaquie)

repr. par Bugnion S.A. à Bruxelles

un brevet d'invention pour Procédé de préparation microbienne d'un concentrat d'acides alimentaires
(Inv. : H.J. Radcke, Dr. H. Heinz, Dr. W. Ebert, Dr. J/ Forsthoffer, Dr. S. Kromar et Dr. S. Balint)

qu'elles déclarent avoir fait l'objet de demandes de brevet déposées en Allemagne (République Démocratique) le 30 juin 1983, n° WP C 12 P/252 540/6 et le 24 février 1984, n° WP C 12 P/260 427/8

T.40-D

Article 2. - *Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.*

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'interessé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 13 juillet *19* 84

PAR DELEGATION SPECIALE

le Directeur

L. WUYTS

Mémoire descriptif déposé à l'appui de la demande de brevet d'invention pour :

"PROCEDE DE PREPARATION MICROBIENNE D'UN CONCENTRAT D'ACIDES ALIMENTAIRES"

formé par :

les sociétés dites :

-Zentrales Warenkontor Obst Gemüse und Speisekartoffeln	à	Schwedter Strasse 37/40 DDR - 1058 Berlin / R.D.A.
-LIKO generálne riaditelstvo trustu		CS-Bratislave,Miletiĉova ul. 23 Tchécoslovaquie

Priorités : DDR-WP C 12 P/252 540/6 du 30/06/1983
DDR-WP C 12 P/260 427/8 du 24/02/1984

Inventeurs : -Hans J. RADCKE, Westerlandstrasse 15, 1100 Berlin, R.D.A.
-Dr. Harry HEINZ, Bersarinstrasse 97, 1034 Berlin, R.D.A.
-Dr. Werner EBERT, Leipziger Strasse 5, 1020 Berlin, R.D.A.
-Dr. Julius FORSTHOFFER, Chutkorej 45, 84102 Bratislava, Tchécoslov.
-Dr. Stanislav KRÔMAR, Sekulska 5, 84104 Bratislava, Tchécoslovaquie
-Dr. Stefan BALINT, Havelkova 8, 84103 Bratislava, Tchécoslovaquie

==========

81012.12BE.8

Procédé de préparation microbienne d'un concentrat d'acides alimentaires

La présente invention concerne un procédé de préparation d'un concentrat d'acides alimentaires par synthèse microbienne et traitement de compression thermique de solutions d'acides. Le procédé se rapporte à la transformation aérobie en acides alimentaires des composés carbonés contenus dans des jus de fruits et dans des jus de légumes, ainsi que dans des matières premières et des produits secondaires de fruits et de légumes liquéfiés par des procédés mécaniques et/ou thermiques et/ou enzymatiques, cette transformation étant produite à l'aide de micro-organismes convenables, tels que des moisissures ou des levures, dans des conditions d'émersion et de submersion.

A l'heure actuelle, il est principalement répondu à la nécessité, constamment croissante, de disposer d'acides alimentaires, en ordre principal d'acide citrique, dans l'industrie des produits alimentaires, mais également dans d'autres branches de l'industrie, par l'emploi de procédés de production microbiens. De plus, des sources de carbone végétales, telles que le glucose, la saccharose et la mélasse, sont transformées en acide citrique à l'aide de micro-organismes du genre Aspergillus niger par des procédés de traitement en surface ou en submersion (Müller. G. "Mikrobiologie pflanzlicher Erzeugnisse", Fachbuchverlag Leipzig 1974, AT 345 225, AT 296 194).

D'autres procédés de production d'acide citrique sont basés sur l'emploi de composés hydrocarburés pétrochimiques, tels que la paraffine, avec utilisation de levures telles que la Candida aerob, la C. lipolytica (CH 513237, DD 130046), ou avec utilisation de bactéries telles que l'Arthrobacter parafinens (CH 496806).

D'autres procédés qui ont antérieurement été mis au point se rapportent à la préparation microbienne d'acides organiques tels que l'acide malique (DE 2363285), l'acide lactique (DE 1947038), l'acide tartrique (DE 2600589), et d'acides organiques en général (CH 541621).

Les procédés actuellement connus qui sont destinés à l'extraction microbienne d'acides alimentaires, en ordre principal d'acide citrique, comportent un isolement, un lavage et une cristallisation de l'acide, la séparation étant alors effectuée à l'aide de carbonate de plomb basique (DE 1642719), à l'aide de sels alcalins (AT 320567), de même que par ultra-filtration (DE 2450670), (AT 345761), ou encore à l'aide d'agents d'extraction organiques insolubles dans l'eau (AT 337130).

En ce qui concerne les procédés décrits, il s'agit en ordre principal de substrats nutritifs qui, pour des raisons de physiologie alimentaire et d'hygiène ou au point de vue sensoriel, ne peuvent pas être utilisés directement en tant que solution d'acides dans des produits alimentaires, de telle sorte qu'il est nécessaire d'avoir recours à des traitements compliqués au point de vue technique et onéreux pour la séparation, le lavage et la cristallisation des acides, afin qu'il puisse être obtenu des acides alimentaires se prêtant à répondre aux fins d'obtention de produits alimentaires.

D'autre part, les procédés en question se caractérisent en ce qu'il ne peut être obtenu que des concentrations en acides allant jusqu'à 100 g/l., ce qui signifie que le rapport entre la dépense et l'utilité est défavorable.

Le but de la présente invention est de procurer un procédé de préparation d'un concentrat d'acides alimentaires qui se prête à être utilisé directement dans des produits alimentaires et dans d'autres produits, sans qu'il soit nécessaire d'avoir recours au traitement compliqué et onéreux de séparation, de lavage et de cristallisation. De plus, il sera utilisé des matières premières inimaginablement convenables au point de vue de la physiologie alimentaire et des micro-organismes convenables dont l'emploi garantira une production élevée d'acides alimentaires de bonne qualité au point de vue sensoriel, et il sera en même temps prévu des phases de procédé complémentaires pour la séparation de matières et l'utilisation des produits secondaires.

Le but qui vient d'être énoncé est atteint selon la présente invention, par l'utilisation de jus de fruits et de jus de légumes obtenus par pressage ou par extraction aqueuse, et de concentrats de jus de fruits et de jus de légumes redilués, en tant que substrats nutritifs. Ces substrats nutritifs se caractérisent par une teneur élevée en composés carbonés naturels transformables. Une désaromatisation est recommandable, mais elle ne constitue cependant pas une condition indispensable. Le substrat nutritif est additionné de matières d'addition destinées à favoriser la formation d'acides alimentaires, telles que, par exemple, des sels nutritifs, des agents régulateurs de la teneur en éléments traces et des inhibiteurs d'enzymes, le tout est mélangé et il est réglé à une valeur de pH optimum comprise entre 3 et 4,5. Le substrat nutritif ainsi préparé est soumis à la stérilisation , de préférence par chauffage à température élevée de courte durée, et il est placé dans des conditions de stérilité dans les récipients de fermentation. Comme micro-organismes appropriés au but poursuivi, il est au préalable cultivé des germes d'Aspergillus niger ou des levures du genre Candida, qui sont ajoutés au substrat nutritif dans le récipient de fermentation. La fermentation se déroule dans des conditions aérobies, facultativement par émersion ou par submersion, un régime de température et d'aération optimum pour la synthèse des acides étant observé. L'apport d'air à lieu par un filtre d'air stérile et il est réglé en fonction du besoin d'air au cours du déroulement de la fermentation. La fermentation est achevée après un laps de temps de 5 à 12 jours.

Environ 50 % à 90 % des composés carbonés transformables sont transformés en acides alimentaires.

Les matières contenues non transformées se présentent sous la forme d'acides de fruits, de monosaccharides et de disaccharides propres aux fruits, ainsi que de constituants de pectine, qui peuvent être utilisés. La solution d'acides obtenue de cette manière est retirée des récipients de fermentation et est débarrassée par un procédé de séparation mécanique du résidu de mycélium et de la masse de levures.

La solution d'acides préparée de cette manière est concentrée par un procédé thermique à une teneur en substances sèches et 70 % à 90 % et elle est déposée dans des récipients d'emmagasinage et de transport convenables.

Dans le cas d'une autre forme d'application du procédé qui fait l'objet de la présente invention, le but que l'on se propose d'atteindre est réalisé par l'utilisation de matières premières et de produits secondaires de fruits et de légumes qui sont liquéfiés par des procédés mécaniques et/ou thermiques et/ou enzymatiques et qui, après avoir été traités de façon convenable, sont utilisés comme substrats nutritifs. Pour la synthèse microbienne des acides, il est également utilisé des moisissures ou des levures.

Selon cette forme de réalisation, le but poursuivi est encore atteint suivant la présente invention par le fait qu'après la séparation mécanique de la biomasse de la solution d'acides, il est procédé par une ultra-filtration à la séparation des matières de haut poids moléculaire qui sont gênantes au point de vue sensoriel, en ordre principal des composés d'albumine. Sont en outre séparés en ordre principal les complexes d'enzymes pectinolytiques et amylolytiques produits au cours de la fermentation par les micro-organismes. Ces préparations d'enzymes extraites en tant que produits secondaires sont ensuite traitées et elles peuvent trouver leur emploi dans l'industrie de traitement des fruits et des légumes, par exemple, dans le cas de la clarification des jus de fruits.

On donnera ci-après une plus ample explication du procédé qui fait l'objet de la présente invention en en décrivant un exemple d'application.

100 t. de jus de pomme, extrait par le procédé à la presse, avec une proportion de 12,0 % en volume de sucre sous forme de saccharose, de fructose et de glucose, 0,9 % en volume d'acide, ainsi que de la pectine, et une valeur de pH de 3,5 ont été additionnés

de sels nutritifs et ont été soumis à la stérilisation dans un transmetteur de chaleur à plaques. Le passage par le transmetteur de chaleur à plaques a assuré un bon mélange. On a fait passer le substrat nutritif stérile dans un appareil de fermentation dans des conditions de stérilité. Une culture de germination de la moisissure Aspergillus niger a été ajoutée au substrat nutritif et y a été uniformément et régulièrement répartie par mise en circulation. Le régime de température variable au cours de la marche de la fermentation (chauffage du substrat nutritif dans la phase de germination, refroidissement dans la phase de fermentation) a été obtenu par mise en circulation par un échangeur de chaleur. De plus, de l'air stérile en une quantité de 20 - 200 m^3/h a été introduit dans l'appareil de fermentation par un système de tubes. La transformation des composants carbonés du jus de pomme en acides alimentaires a été terminée après un laps de temps d'environ 8 jours. Il a été obtenu une solution d'acides de la composition qui est indiquée ci-après :

8,4 % en volume d'acide citrique,

0,9 % en volume d'acide malique et d'acide tartrique,

2,0 % en volume de saccharose, de fructose, de pectine à courte chaîne et d'acide galacturonique,

ainsi que de faibles quantités d'autres substances contenues dans le jus de pomme. La solution d'acides a été séparée à l'aide d'un filtre à vide tournant du mycélium, lequel trouve son emploi comme produit d'addition à des substances alimentaires.

Le produit de la filtration a alors été concentré à une teneur en substance sèche de 80 % à l'aide d'un appareil d'évaporation sous vide à plusieurs étages. Le produit, concentrat d'acides alimentaires ainsi obtenu en une quantité de 14,8 t contenait 66 % d'acides alimentaires.

Revendications.

1. Procédé de préparation microbienne d'un concentrat d'acides alimentaires par fermentation aérobie dans des conditions d'émersion ou de submersion, caractérisé en ce qu'il consiste à utiliser comme substrat nutritif des jus de fruits et des jus de légumes obtenus par pressage ou par extraction et/ou à partir des produits de concentration redilués ayant de préférence une teneur en substance sèche de 10 à 20 %, ou des matières premières et des produits secondaires de fruits et de légumes, broyés ou liquéfiés par des procédés mécaniques et/ou thermiques et/ou enzymatiques, et à utiliser comme micro-organismes des moisissures, de préférence du genre Aspergillus niger, ou des levures, de préférence du genre Candida.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que le substrat nutritif est optimisé au moyen de sels nutritifs, d'agents régulateurs de la teneur en éléments traces et d'inhibiteurs d'enzymes, et est réglé à une valeur de pH de 3 à 4,5.

3. Procédé suivant les revendications 1 et 2, caractérisé en ce qu'après la fermentation, la biomasse est séparée de la solution d'acides alimentaires.

4. Procédé suivant les revendications 1 et 2, caractérisé en ce qu'au besoin, les matières de haut poids moléculaire, en ordre principal les composés d'albumine, sont séparés de la solution d'acides alimentaires par ultra-filtration.

5. Procédé suivant les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que les complexes d'enzymes pectinolytiques et amylolitiques sont séparés en tant que produits secondaires par ultra-filtration.

6. Procédé suivant les revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la solution d'acides alimentaires est concentrée, de préférence de 70 %

à 90 % de masse sèche.

7. Concentrat d'acides alimentaires caractérisé en ce qu'il est préparé par le procédé suivant les revendications 1 à 6.

Les sociétés dites :
Zentrales Warenkontor Obst
et
LIKO generalne riaditelstvo trustu

P.P. Bugnion S.A.
Bruxelles, le 28 juin 1984