CH 660 691 A5

(19) CONFÉDÉRATION SUISSE
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

(11) CH 660 691 A5

(51) Int. Cl.[4]: B 01 D 13/00
C 12 G 3/10
// C 12 P 7/16, 7/28

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

(12) FASCICULE DU BREVET A5

(21) Numéro de la demande: 4980/84

(22) Date de dépôt: 17.10.1984

(30) Priorité(s): 17.10.1983 FR 83 16452

(24) Brevet délivré le: 15.06.1987

(45) Fascicule du brevet publié le: 15.06.1987

(73) Titulaire(s):
Institut National de Recherche Chimique Appliquée, Paris (FR)

(72) Inventeur(s):
Galzy, Pierre, Montpellier (FR)
Moulin, Guy, Saint-Gely-du-Fesc (FR)
Dick, Richard, Paris (FR)
Mavel, Gérard, Antony (FR)

(74) Mandataire:
Kirker & Cie SA, Genève

(54) Procédé de concentration des jus fermentés par osmose inverse.

(57) Le procédé consiste à faire passer le produit fermenté à traiter, sous une pression allant de 30 à 120 bars et sous une forte turbulence, au travers d'au moins une membrane semi-perméable présentant un taux de rétention élevé vis-à-vis des substances organiques de poids moléculaires inférieurs à 200. On effectue autant de passages nécessaires, dans les mêmes conditions, pour obtenir la concentration en substances organiques souhaitée.

REVENDICATIONS

1. Procédé de traitement par osmose inverse des jus fermentés en vue notamment d'augmenter leur concentration en substances organiques, procédé caractérisé par le fait qu'il consiste à faire passer le produit fermenté à traiter, sous une pression allant de 30 à 120 bar et sous une forte turbulence, au travers d'au moins une membrane semi-perméable présentant un taux de rétention élevé vis-à-vis des substances organiques de poids moléculaires inférieurs à 200 et à effectuer le nombre de passages nécessaires dans les mêmes conditions pour obtenir un rétentat présentant les caractéristiques analytiques et organoleptiques désirées et en particulier la concentration en substances organiques souhaitées.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que ladite membrane semi-perméable est choisie parmi celles présentant des taux de rejet d'éthanol supérieurs à 50% pour une solution aqueuse d'éthanol de 2 à 3%, sous une pression comprise entre 50 et 60 bar, ces taux de rejet étant eux-mêmes définis par la relation:

$$\frac{Co-C}{Co} \cdot 100,$$

où Co désigne la concentration en éthanol du rétentat et C la concentration en éthanol du perméat.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé par le fait que ladite membrane a un taux de rejet d'éthanol compris entre 80 et 99% dans les conditions de ladite revendication 2.

4. Application du procédé selon l'une des revendications 1 à 3 au traitement des jus de fermentation éthanolique.

5. Application du procédé selon la revendication 4, en vue d'augmenter la concentration en alcool d'un vin.

6. Application du procédé selon l'une des revendications 1 à 3 au traitement des jus fermentés pour l'obtention de solvants organiques.

7. Application du procédé selon la revendication 6 au traitement des jus de fermentation acétonobutanolique.

La présente invention concerne, de façon générale, un procédé de traitement par osmose inverse des jus fermentés en vue notamment d'augmenter leur concentration en substances organiques. Ces substances issues de la fermentation des sucres, qu'elle soit éthanolique, acétonobutylique ou autre, sont principalement des substances de bas poids moléculaires inférieurs à 200, par exemple l'éthanol dans le cas de la fermentation éthanolique à l'acétone et le butanol dans le cas de la fermentation acétonobutanolique.

L'intérêt de disposer d'un tel procédé réside dans le fait qu'il doit pouvoir s'appliquer aussi bien aux jus fermentés à usage alimentaire, en l'occurrence toutes les boissons fermentées telles que, par exemple, le vin et la bière, qu'aux jus fermentés à finalité énergétique comme ceux destinés à la production de carburants.

Dans le premier cas, il doit pouvoir augmenter le titre alcoométrique des boissons par élimination d'eau, tout en conservant les principaux éléments (arômes, colorant, etc.) contenus dans ces boissons ou mieux encore, tout en accroissant la teneur de ces éléments dans la mesure où leur solubilité dans le milieu le permet.

Dans le deuxième cas, il doit pouvoir préconcentrer des jus fermentés de faible teneur en substances énergétiques par élimination d'eau afin de rentabiliser les techniques qui permettent de recueillir ces substances à l'état pur comme la distillation ou l'extraction par solvant.

Ce procédé doit pouvoir également être mis en œuvre au moyen de tous types d'appareillage d'osmose inverse et éventuellement d'ultrafiltration.

Depuis peu, des membranes à activités plus spécifiques ont pu être obtenues. C'est ainsi que le titulaire a mis au point des membranes retenant, dans d'excellentes conditions, l'éthanol et les alcools en général (brevet français N° 2 286 850). De telles membranes permettent de concentrer des solutions alcooliques, sans toutefois retenir à chaque passage sur la membrane la totalité des alcools présents. Parmi les membranes de cette catégorie, on peut également citer les membranes «PEC 1000» commercialisées sous cette appellation par la Société TORAY.

L'objectif de la présente invention est d'utiliser de telles membranes en vue de concentrer des jus fermentés, y compris des boissons fermentées comme le vin et la bière.

Or, ces buts sont atteints grâce au procédé selon l'invention, caractérisé par le fait qu'il consiste à faire passer le produit fermenté à traiter sous une pression allant de 30 à 120 bar et sous une forte turbulence, au travers d'au moins une membrane semi-perméable présentant un taux de rétention élevé vis-à-vis des substances organiques de poids moléculaires inférieurs à 200, et à effectuer le nombre de passages nécessaires dans les mêmes conditions pour obtenir un rétentat présentant les caractéristiques analytiques et organoleptiques désirées et en particulier la concentration en substances organiques souhaitées.

Les membranes qui se sont avérées utiles dans le procédé selon l'invention sont celles présentant des taux de rejet d'éthanol supérieurs à 50% sous une pression allant de 50 à 60 bar pour une solution aqueuse d'éthanol de 2 à 3%. Il est cependant préférable que les taux de rejet d'éthanol dans les conditions définies ci-dessus soient compris entre 80 et 99%. Le taux de rejet d'éthanol sert ici de référence permettant de définir lesdites membranes. Ce taux de rejet est lui-même défini par la relation:

$$\frac{Co-C}{Co} \cdot 100$$

où Co désigne la concentration en éthanol du rétentat et C la concentration en éthanol du perméat.

Le titulaire a en effet constaté que les membranes d'osmose inverse classiques, telles que les membranes en acétate de cellulose, destinées essentiellement au dessalement et à la déminéralisation de l'eau, ne conviennent en général pas pour le traitement visé par l'invention: on assiste à une perte trop importante des substances organiques de bas poids moléculaires, consécutive à leur passage à travers la membrane en même temps que l'eau. Il a de plus constaté, et ce de façon surprenante, que sous les conditions opérationnelles en cause, des jus fermentés particulièrement fragiles comme le vin n'étaient pas dénaturés et que leurs principaux éléments tels que arômes, colorants, etc., étaient conservés, alors que l'on pourrait s'attendre à un certain degré de dénaturation en raison même de la fragilité de ces jus sous certaines conditions, notamment de pressions élevées.

Comme exemple de membranes applicables selon l'invention, on peut citer, entre autres, celles décrites dans le brevet français N° 2 286 850 qui sont à base d'un dérivé réticulé méthylolé d'un polymère acrylamide.

Pratiquement et pour une meilleure rentabilité, les membranes seront en outre choisies pour remplir les exigences technologiques habituellement rencontrées dans ce type de procédé: haute résistance à la compaction, vitesse de filtration la plus élevée possible et constante, durée de vie aussi longue que possible, facilité de nettoyage, résistance aux micro-organismes, aptitude à la stérilisation.

Le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre dans des appareillages divers et variés: système à membranes tubulaires, série de modules à membranes planes superposées ou juxtaposées, module à fibres creuses. Il peut également être mis en œuvre en continu ou en discontinu.

Dans le cas des boissons fermentées, le procédé selon l'invention conduit à un rétentat (vin concentré par exemple) qui peut être traité par tout procédé classique nécessaire à sa clarification, à l'élimination des dépôts de tartre et de façon générale, à une préparation, en vue de sa commercialisation sans gêne, ou risque, pour le consommateur. Par exemple, dans le cas d'un vin, la concentration entraîne

l'insolubilité et la précipitation de bitartrate de potassium et de tartrate de calcium; il convient donc, soit de traiter le vin par le froid, soit de le conserver suffisamment longtemps pour que ce phénomène se produise spontanément.

Les brevets mentionnant l'utilisation de l'osmose inverse pour le traitement des vins se rapportent exclusivement aux problèmes de désacidification et de détartrage des vins ou aux problèmes de leur désalcoolisation. Dans ce dernier cas, il s'agit de laisser passer à travers la membrane un perméat dont la teneur en éthanol est supérieure ou au moins égale à celle du rétentat et d'abaisser ensuite celle du rétentat par addition d'eau.

Le procédé selon l'invention conduit par contre à un perméat dont la teneur en alcool est nettement inférieure à celle du rétentat; elle peut tout au plus titrer 2 à 3°. Le perméat contient en outre une faible proportion d'alcools supérieurs et d'esters. Une distillation directe est concevable. Cependant, il peut être intéressant de retraiter le perméat par osmose inverse afin de monter le titre alcoométrique jusqu'à 12°, voire 14°. Cette opération peut permettre, soit de concentrer simplement avant distillation, soit d'obtenir une solution alcoolique pouvant constituer une matière première de base pour une boisson type apéritif ou tout autre usage.

Le procédé selon l'invention peut être appliqué à tous produits fermentés, sans modification nette de l'équilibre physico-chimique. Les avantages de ce procédé, par rapport aux procédés habituellement utilisés, par exemple pour augmenter le degré alcoométrique des vins, tels que la cryoconcentration, la concentration à chaud des moûts de raisin pendant la vendange, l'addition de concentrés préparés à partir de mutés au SO_2, sont principalement les suivants: plus grande souplesse d'utilisation liée au fait de pouvoir choisir le moment opportun pour effectuer le traitement; moindre risque de dénaturation pour les produits traités; coûts d'investissement et d'amortissement inférieurs, compte tenu de la courte période d'utilisation du matériel mettant en œuvre des procédés connus durant la récolte, alors que le présent procédé s'applique à volonté après la récolte.

Dans certains cas, la concentration de la boisson fermentée peut avoir pour unique objet de réduire sa teneur en eau, afin de diminuer les frais de son transport, le volume d'eau enlevé étant rajouté au concentrat à proximité du lieu de consommation.

Dans le cas des jus fermentés destinés à la production de solvants organiques comme l'acétone et le butanol par exemple, le procédé selon l'invention conduit à un produit dont la teneur en solvants organiques est nettement supérieure à celle du jus initial recueilli à la sortie du fermenteur.

Du fait de la faible consommation énergétique de l'osmose inverse, le procédé selon l'invention permet de réduire le coût des techniques de purification classique de ces jus, comme la distillation et l'extractrion par solvant.

Lorsque le jus fermenté contient des particules en suspension ou des macromolécules en solution, il peut être utile de séparer ces substances du jus par décantation, par centrifugation, par microfiltration ou ultrafiltration ou par tout autre procédé, avant son admission dans le module d'osmose inverse. De ce fait, on réduit l'encrassement des membranes et la fréquence de leurs lavages. Il peut inversement être utile de séparer ces substances après l'admission de jus fermenté dans le module d'osmose inverse. Dans ce cas, on peut faciliter la précipitation de particules en suspension comme les tartrates ou de macromolécules en solution par des techniques classiques.

Le nombre de passages sur la membrane, qu'il convient de faire effectuer au jus fermenté, dépend de la teneur en composés organiques qu'on désire atteindre.

Lorsque la solubilité des composés organiques dans le milieu aqueux est limitée, deux possibilités existent:

— interrompre l'opération de concentration avant d'atteindre la séparation de phases;

— poursuivre l'opération de concentration au-delà de la séparation de phases.

La séparation du jus en deux phases distinctes, dont l'une contient davantage de composés organiques que d'eau, tandis que l'autre contient davantage d'eau que de composés organiques, peut avoir un intérêt pratique. En effet, la phase riche en composés organiques est en général moins dense que la phase aqueuse et peut être séparée de celle-ci par décantation, par centrifugation ou par tout autre procédé. Cette différence de densité évite en outre le contact de la membrane avec la phase riche en composés organiques et permet ainsi de continuer l'opération de concentration. La réduction en volume de la phase aqueuse au profit de la phase organique est compensée par un apport continu en jus fermenté.

Les exemples suivants sont donnés à titre illustratif et nullement limitatif. Les exemples de la série A portent sur le vin; et ceux de la série B sur des jus fermentés; il est à noter que les résultats obtenus sont transposables à tout liquide contenant de l'éthanol et pour lequel on souhaite une concentration. Comme on le constatera au vu des résultats, d'autres constituants sont également concentrés, certains sans qu'il y ait de pertes; on adaptera donc, en particulier, le nombre de passages du jus sur la membrane en fonction de la nature de ce jus (vin, bière, cidre ou tout autre) et de la teneur en substances organiques visée. Il faut naturellement tenir compte également des limitations légales qui varient selon le produit et selon le pays où s'effectuera la transformation.

Exemple I.A

Un vin rouge, titrant à 9,7° et ne contenant pas de conservateur, est traité par passages successifs sur membrane sélective préparée selon le brevet N° 2 286 850 rappelé ci-dessus.

La membrane utilisée à cet effet possède les caractéristiques suivantes vis-à-vis d'une solution aqueuse à 2% (en poids) d'éthanol: à 60 bar; débit: 160 l/m²/jour; taux de rejet d'éthanol: 87,6% mesurés à 25° C sur un module d'osmose inverse plan (modèle LAB 20-DDS).

Le traitement du vin est effectué à 80 bar sur le même module d'osmose inverse plan muni de 0,23 m² de membrane. Le degré alcoométrique est porté à 11,7°, ce qui correspond à l'augmentation légale du titre alcoolique en France.

Dans le tableau 1 ci-après sont consignées les valeurs respectives du volume et du degré alcoométrique du vin initial, de son perméat et de son rétentat, ainsi que le taux de répartition de l'éthanol dans le perméat et le rétentat.

Le vin obtenu ne présente aucune variation notable de pH, d'acidité volatile, du SO_2 libre et combiné, du méthanol, des alcools supérieurs, des aldéhydes, des esters, comme le montrent les résultats consignés dans le tableau 1. On observe une légère augmentation de l'extrait densimétrique de l'acidité fixe et de l'intensité colorante. Au niveau de l'acidité fixe, les teneurs en acides lactique et succinique augmentent nettement. L'acide tartrique possède une concentration équivalente à celle du départ, mais la solubilité du bitartrate diminue du fait de la concentration en éthanol plus élevée; il en résulte une très forte précipitation de tartre qui ramène rapidement les teneurs en acide tartrique à un niveau voisin de celui observé au départ. Sur une partie du vin ainsi traité, on a pratiqué les traitements classiques par le froid, destinés à accélérer la précipitation du tartre et à améliorer la qualité du produit. Après ce traitement, qui a consisté à conserver le vin à 4° C pendant un mois, les caractéristiques du vin ont dans l'ensemble peu évolué, sauf en ce qui concerne l'acide tartrique qui a diminué, la teneur en acide tartrique étant inférieure d'environ 16% à celle du vin initial (se reporter à la dernière colonne du tableau 1). On peut également signaler l'augmentation de l'intensité colorante, de la teneur en esters et en alcools supérieurs.

Tableau 1

CARACTÉRISTIQUES	Vin initial	Rétentat	Perméat	Rétentat après un mois à 4°C
Volume (litres)	21	16,4	4,6	
Titre alcoométrique	9,7°	11,7°	1,8°	11,7°
Répartition de la quantité d'alcool (%)	100	95,9	4,1	
Densité 20/20	0,9948	0,9940	0,9975	0,9937
Extrait densimétrique (g/l)	20,6	24,2	—	22,4
Sucres réducteurs (g/l)	1,2	1,3	traces	1,8
Extrait densimétrique réduit (g/l)	20,4	23,9	—	21,6
Rapport alcool/extrait densimétrique réduit	3,77	3,86	—	4,29
Indice de polyphénols	15	22	—	21,5
Anthocyanes (g/l)	0,146	0,182	—	0,157
Rapport indice folin/anthocyanes	102	120	—	137
Acidité totale (g/l): — en acide tartrique	5,90	7,08	traces	6,65
— en acide sulfurique	3,86	4,63	traces	4,35
Acidité volatile (g/l)	0,30	0,29	traces	0,35
Acidité fixe	3,56	4,34	traces	4,00
SO_2 libre (g/l)	0,010	0,012	0	0,012
SO_2 total (g/l)	0,048	0,051	0	0,051
Sodium (g/l)	0,004	0,008	0,003	0,008
Potassium (g/l)	1,070	1,180	0,031	0,950
Hybrides	présence	présence	—	
Couleur (intensité colorante) $D_{520} + D_{420}$	3,84	4,06	—	4,75
pH	3,41	3,41	3,50	3,38
Acide malique (g/l)	0,07	0,10	0	0,10
Acide tartrique (g/l)	3,1	3,4	0	2,6
Acide citrique (g/l)	0,32	0,40	0	0,37
Acide lactique (g/l)	1,77	2,13	0,07	2,16
Acide succinique (g/l)	0,61	0,75	< 0,05	0,69
Aldéhydes (mg/l d'éthanol)	96,8	77,4	5,3	34,3
Esters (mg/l d'acétate d'éthyle)	114,4	140,8	44	162,8
Furfural	absence	absence	absence	absence
Méthanol (mg/l)	82,4	86,2	47,4	93,4
Alcools supérieurs (mg/l)	75,8	62,3	6,0	85
dont: Butanol II (mg/l)	0,7	0,4	0,1	0,47
Propanol N (mg/l)	19,3	18,2	1,1	25
Isopropanol (mg/l)	47,7	42,2	1,7	58,3
Butanol N (mg/l)	2,8	0,8	1,5	0,45
Isopentanols (mg/l)	5,3	0,7	1,6	0,78

Exemple II.A

Le même vin rouge titrant 9,7° a subi un traitement plus poussé, à partir de la même membrane de l'exemple I.A et dans les mêmes conditions, permettant de monter le degré alcoolique à 12,5°. Ici encore, il n'a pas été observé de variation notable du pH, de l'acidité volatile, du SO_2 libre et combiné, des aldéhydes, des esters, du méthanol, des alcools supérieurs.

L'augmentation de la concentration des matières minérales ne semble pas plus importante que dans le cas précédent. La coloration subit une augmentation légèrement plus forte que précédemment. Les concentrations en acides citrique, lactique et succinique augmentent légèrement plus que dans l'exemple précédent, mais restent dans des gammes de valeurs tout à fait normales (tableau 2). Pour les raisons indiquées précédemment, la concentration en acide tartrique n'augmente pas par suite de la précipitation du bitartrate. Cet exemple montre qu'il est possible d'augmenter le degré alcoolique du vin de 3° sans aucun inconvénient. Des concentrations supérieures en éthanol ont pu être obtenues avec des conclusions identiques aux deux exemples cités. Après conservation de ce vin à 4° C pendant un mois, on constate le même type d'évolution (se reporter à la dernière colonne du tableau 2) que dans l'exemple précédent.

Tableau 2

CARACTÉRISTIQUES	Vin initial	Rétentat	Perméat	Rétentat après un mois à 4°C
Volume (litres)	14,6	10,6	4	
Titre alcoométrique	9,7°	12,5°	1,9°	12,5°
Répartition de la quantité d'alcool (%)	100	94,6	5,4	
Densité 20/20	0,9948	0,9936	0,9972	0,9930
Extrait densimétrique (g/l)	20,6	25,5	—	24,2
Sucres réducteurs (g/l)	1,2	1,5	traces	1,8

Tableau 2 (suite)

CARACTÉRISTIQUES	Vin initial	Rétentat	Perméat	Rétentat après un mois à 4° C
Extrait densimétrique réduit (g/l)	20,4	25	—	23,4
Rapport alcool/extrait densimétrique réduit	3,77	3,93	—	4,22
Indice de polyphénols	15	22,5	—	23
Anthocyanes (g/l)	0,146	0,198	—	0,165
Rapport indice folin/anthocyanes	102	113	—	139
Acidité totale (g/l): — en acide tartrique	5,90	7,39	traces	7,14
— en acide sulfurique	3,86	4,83	traces	4,67
Acidité volatile (g/l)	0,30	0,34	traces	0,36
Acidité fixe	3,56	4,49	traces	4,31
SO_2 libre (g/l)	0,010	0,012	0	traces
SO_2 total (g/l)	0,048	0,051	0	0,044
Sodium (g/l)	0,004	0,006	traces	0,008
Potassium (g/l)	1,070	1,170	0,040	0,980
Hybrides	présence	présence	—	—
Couleur (intensité colorante) $D_{520} + D_{420}$	3,84	4,53	—	5,07
pH	3,41	3,39	3,39	3,38
Acide malique (g/l)	0,07	0,10	0	0,10
Acide tartrique (g/l)	3,1	3,2	0	2,6
Acide citrique (g/l)	0,32	0,43	0	0,37
Acide lactique (g/l)	1,77	2,34	0,10	2,30
Acide succinique (g/l)	0,61	0,81	< 0,05	0,76
Aldéhydes (mg/l d'éthanol)	96,8	84,5	5,3	47,5
Esters (mg/l d'acétate d'éthyle)	114,4	140,8	70,4	162,8
Furfural	absence	absence	absence	absence
Méthanol (mg/l)	82,4	86,5	51,3	98,4
Alcools supérieurs (mg/l)	75,8	49,7	5,0	80
dont: Butanol II (mg/l)	0,7	0,4	trace	0,48
Propanol N (mg/l)	19,3	18,4	1,2	25
Isopropanol (mg/l)	47,7	29,3	2,1	54,2
Butanol N (mg/l)	2,8	1,0	0,2	0,45
Isopentanols (mg/l)	5,3	0,6	1,5	0,20

Exemple III.A

Un vin rosé titrant 10,3° a été porté par le procédé selon l'invention à 14,1°. Toutes les observations précédentes restent valables. Cependant, il convient de prêter une attention particulière au fait que l'augmentation de la teneur en anthocyane transforme le vin rosé en vin «type café». L'utilisation du procédé selon l'invention reste possible pour la production du vin «type rosé», mais il conviendra en amont de prévoir une vinification particulière: temps de séjour du jus, au contact de la peau de raisin, très court, afin d'éviter une teneur trop élevée en matière colorante avant concentration; éventuellement, préparation séparée d'une petite quantité de «blanc de rouge», c'est-à-dire de vin vinifié en blanc, à partir de cépage rouge, en vue de coupage ultérieur.

Exemple IV.A

Un vin blanc, titrant 10,6°, a été porté par le procédé de l'invention à 14,5°. Les modifications analytiques sont ici encore identiques aux cas précédents. La concentration observée des anthocyanes provoque un changement de nuance. La teinte ne varie pas, seule l'intensité colorante est plus forte.

Les exemples ci-après concernent les jus fermentés destinés à l'obtention de solvants organiques. Ces exemples se rapportent au jus obtenu par la fermentation acétonobutylique du topinambour. Les résultats obtenus sont transposables à tout autre liquide fermenté aqueux dont on désire concentrer les composés organiques qu'il contient.

Exemple V.A

Un vin rouge titrant 10,4° a été porté par le procédé breveté ici à 13,4°. La membrane, utilisée à cet effet, est une membrane du type PEC 1000 fabriquée par Toray Industries, Inc. (Japon). Les caractéristiques de la membrane, vis-à-vis d'une solution aqueuse à 2% (en poids) d'éthanol, sont les suivantes: à 60 bar; débit 105 l/m²/jour; taux de rejet d'éthanol: 95% à 25 C sur un module d'osmose inverse plan. Toutes les observations précédentes restent valables.

Exemple I.B

Un jus provenant de la fermentation acétonobutanolique du topinambour est clarifié à sa sortie du fermenteur par floculation à 80° C sous reflux, suivie d'une centrifugation. La teneur pondérale en solvants organiques de ce jus est la suivante:

— n-butanol 1,52%
— acétone 0,75%
— éthanol 0,055%

Afin d'éviter une dégradation bactérienne de ces solvants, on stabilise le jus par addition de 0,15 g d'une solution de formol à 30% par litre de jus. En dehors des solvants organiques mentionnés, ce jus contient des acides organiques en faible proportion:

— acide acétique 0,1 à 0,3%
— acide butyrique 0,07 à 0,1%

ainsi que du $CaSO_4$ et des macromolécules en solution: lignines, pectines, pigments, etc.

La membrane utilisée pour le traitement du jus a été préparée selon le brevet français N° 2 286 850. Elle possède les caractéristiques suivantes, mesurées à 60 bar et à 26 ± 2 C vis-à-vis d'une solution aqueuse à 2% en poids d'éthanol:

— débit: 305 l/m²/jour
— rejet d'éthanol: 86,7%

Le traitement du jus est effectué à 80 bar par passages répétés sur un module plan d'osmose inverse de 0,07 m² de surface membra-

naire utile. Lorsque la concentration en solvants organiques atteint environ le double, on observe une précipitation des macromolécules en solution. Afin d'éviter l'encrassement de la membrane, consécutif à ces précipitations, celle-ci est soumise à un lavage toutes les 24 heures environ. Ce lavage consiste à faire passer sur la membrane de l'eau légèrement acidifiée pendant 15 à 20 minutes à la pression ambiante et à 60 bar, puis à rincer le module à l'eau.

Dans le tableau 3 ci-après sont consignées les valeurs respectives du volume et des concentrations volumiques et pondérales en solvants du jus initial, de son perméat et de son concentrat obtenues à différentes étapes du traitement. Le taux de répartition pondéral des trois solvants entre le perméat et le concentrat est également indiqué dans ce tableau.

La séparation de phases intervient dès que la concentration pondérale en n-butanol dépasse 5%. La phase riche en n-butanol, dont le taux pondéral en n-butanol dépasse nettement 50% en poids, se présente d'abord sous la forme de minuscules gouttelettes. Celles-ci se rassemblent et fusionnent pour former un liquide qui apparaît à la surface du jus à cause de sa moindre densité.

Tableau 3

Résultats relatifs à la concentration par O.I. du jus de topinambour fermenté N° 1

Caractéristiques	Jus initial	Après 4 h de marche		Après 24 h de marche		Après 48 h de marche		Après 70 h de marche		
		Concentrat	Perméat	Concentrat	Perméat	Concentrat	Perméat	Concentrat phase sup.	phase inf.	Perméat
Volume (litres)	28,5	25	3,5	13	15,5	7,5	21,0	4	0,27 / 3,73	24,5
Concentration d'éthanol – pondérale % – volumique %	 0,056 0,070	 0,06 0,076	 0,013 0,017	 0,095 0,12	 0,022 0,028	 0,12 0,15	 0,033 0,042	 0,16 0,20	 0,136 0,172	 0,039 0,049
Concentration d'acétone – pondérale % – volumique %	 0,75 0,94	 0,825 1,035	 0,09 0,115	 1,43 1,79	 0,175 0,220	 2,03 2,55	 0,26 0,33	 2,3 2,85	 1,94 2,44	 0,305 0,38
Concentration de n-butanol – pondérale % – volumique %	 1,52 1,845	 1,715 2,08	 0,08 0,097	 3,25 3,90	 0,18 0,21	 5,05 6,10	 0,275 0,335	 57,0 69,0	 5,4 6,55	 0,33 0,40
Répartition de la quantité d'éthanol %	100	97	3	78,2	21,8	56,1	43,9	2,8 / 33,9 / 36,7		63,3
Répartition de la quantité d'acétone %	100	98,5	1,5	87,2	12,8	73,7	26,3	4 / 47,5 / 51,5		48,5
Répartition de la quantité de n-butanol %	100	99,4	0,6	93,9	6,1	86,7	13,3	35,3 / 46,2 / 81,5		18,5

Exemple II.B

Un jus fermenté dans les mêmes conditions que celui de l'exemple I.B est traité directement par osmose inverse sans clarification préalable, ni addition de bactéricide.

Sa teneur pondérale en solvants organiques est la suivante:

— n-butanol 1,45 %
— acétone 0,66 %
— éthanol 0,038%

La membrane utilisée pour traiter le jus a été préparée dans des conditions voisines de celles de la membrane de l'exemple précédent. Ses caractéristiques, mesurées à 60 bar et à 26 ± 2° C envers une solution aqueuse à 2% en poids d'éthanol, sont les suivantes:

— débit: 319 l/m²/jour
— rejet d'éthanol: 91,4%.

Le traitement du jus est effectué comme celui de l'exemple précédent à 80 bar sur le même module muni de la nouvelle membrane. Le lavage des membranes est effectué un peu plus tôt que dans le cas précédent à cause de la forte teneur de matières en suspension dans le jus. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau 4. On peut remarquer que, du fait d'une plus grande sélectivité de la membrane par rapport à celle de l'exemple précédent, le perméat obtenu a une plus faible teneur en solvants que le perméat de l'exemple précédent et que le taux de répartition des solvants entre le perméat et le concentrat est plus favorable que dans l'exemple précédent. →

→

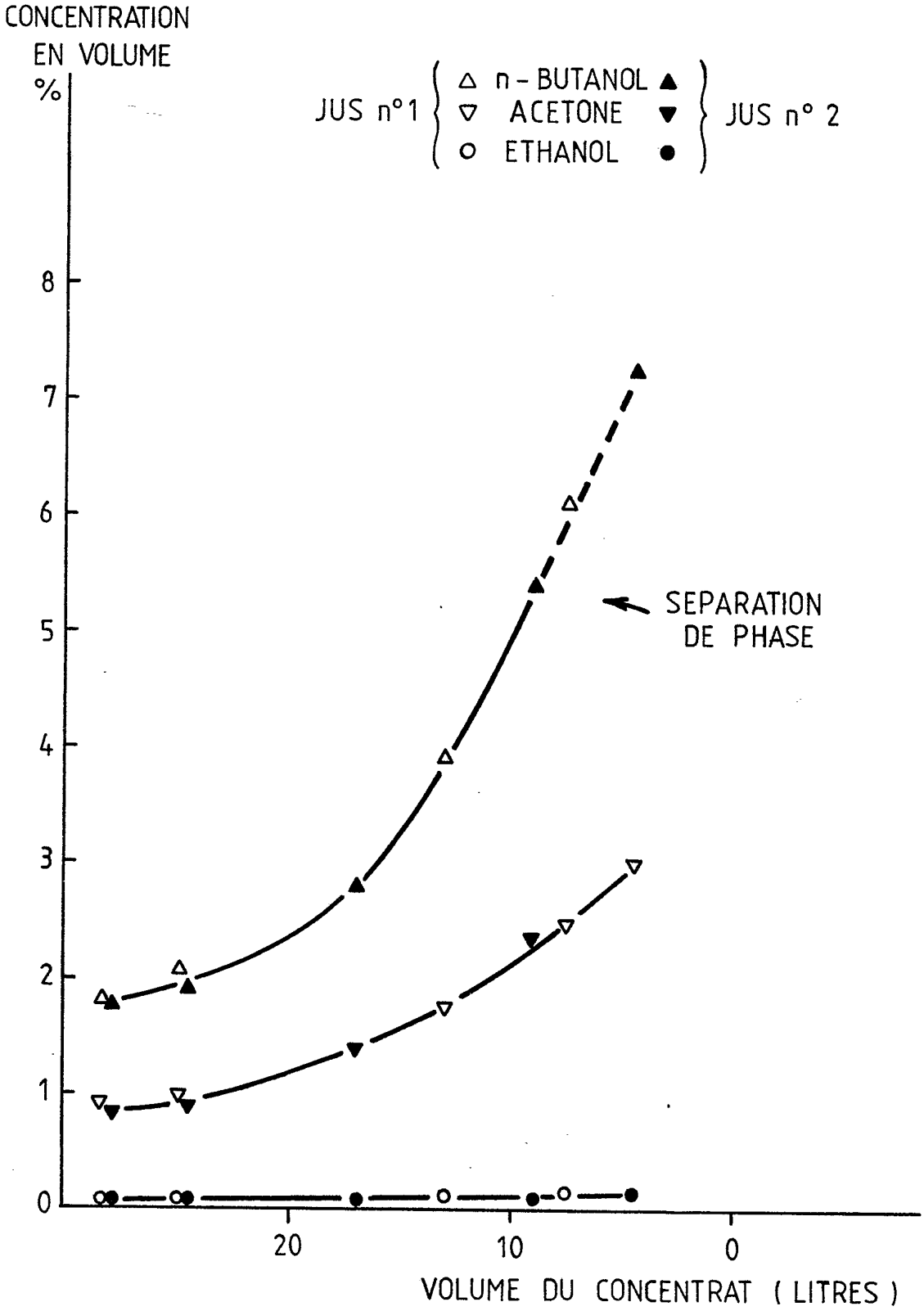
Tableau 4

Résultats relatifs à la concentration par O.I. du jus de topinambour N° 2

Caractéristiques	Jus initial	Après 4 h de marche		Après 21 h de marche		Après 44 h de marche		Après 68 h de marche		
		Concentrat	Perméat	Concentrat	Perméat	Concentrat	Perméat	Concentrat phase sup.	phase inf.	Perméat
Volume (litres)	28	24,7	3,3	17	11	9	19	4,4	0,20 / 4,2	23,6
Concentration d'éthanol – pondérale % – volumique %	 0,038 0,048	 0,042 0,053	 0,008 0,010	 0,052 0,066	 0,019 0,023	 0,079 0,100	 0,0235 0,030	 0,125 0,160	 0,109 0,140	 0,035
Concentration d'acétone – pondérale % – volumique %	 0,66 0,83	 0,735 0,92	 0,045 0,057	 1,12 1,40	 0,066 0,083	 1,89 2,37	 0,088 0,111	 2,60 3,30	 2,35 3,00	 0,136 0,170
Concentration de n-butanol – pondérale % – volumique %	 1,45 1,78	 1,52 1,86	 0,032 0,039	 2,25 2,80	 0,048 0,059	 4,40 5,40	 0,065 0,079	 62,0 76,0	 5,90 7,25	 0,104 0,127
Répartition de la quantité d'éthanol %	100	97,5	2,5	81,6	18,4	61,2	38,8	2,2 / 42,9	40,7	57,1
Répartition de la quantité d'acétone %	100	99,2	0,8	96,3	3,7	91	9	3,8 / 76,8	73,0	23,2
Répartition de la quantité de n-butanol %	100	99,7	0,3	98,6	1,4	97	3	31,2 / 93,8	62,6	6,2

Le fait de ne pas avoir clarifié le jus préalablement à son traitement de concentration n'a exercé qu'une influence limitée sur le temps de l'opération. La figure annexée montre comment augmente la teneur en solvants organiques du concentrat avec la diminution du volume de ce dernier pour les jus des deux exemples ci-dessus.

Il va de soi que la présente invention n'a été décrite qu'à titre purement explicatif et nullement limitatif et que toute modification utile pourra y être apportée sans sortir de son cadre.


CONCENTRATION
EN VOLUME
%
JUS n°1
△ n-BUTANOL ▲
▽ ACETONE ▼
○ ETHANOL ●
JUS n° 2
8
7
6
5
4
3
2
1
0
SEPARATION
DE PHASE
20
10
0
VOLUME DU CONCENTRAT (LITRES)