# (12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

#### (19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle

Bureau international





(43) Date de la publication internationale 21 mars 2002 (21.03.2002)

**PCT** 

# (10) Numéro de publication internationale WO 02/22178 A1

(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup>: A61L

(21) Numéro de la demande internationale : PCT/FR01/02809

(22) Date de dépôt international :

11 septembre 2001 (11.09.2001)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

00/11569 12 septembre 2000 (12.09.2000) FR 01/00817 22 janvier 2001 (22.01.2001) FR

(71) **Déposants** (pour tous les États désignés sauf US) : **LA-GARDE** [FR/FR]; Route de Valence, F-26200 Montelimar

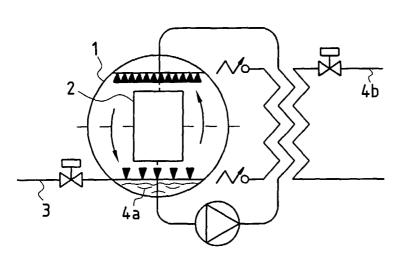
(FR). LES CLES DU DEVELOPPEMENT [FR/FR]; Mas d'Arrêt, Vieille Route, F-13750 Plan d'Orgon (FR).

- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement): CLAEYS, Christian [FR/FR]; Les Rataclans, 48 allée A. Rodin, F-84300 Cavaillon (FR). PEYREMORTE, Jean-Pierre [FR/FR]; 16 Chemin des Tuyas, F-26200 Montelimar (FR).
- (74) Mandataire: DOMANGE, Maxime; Cabinet Beau de Loménie, 232, avenue du Prado, F-13295 Marseille Cedex 8 (FR).
- (81) États désignés (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD FOR DESTROYING BACTERIA IN A DRY PRODUCT

(54) Titre: PROCEDE DE DESTRUCTION DES BACTERIES D'UN PRODUIT SEC



(57) Abstract: The invention concerns a method for bactericidal and insecticide treatment of a dry product in particulate form, said product containing organic substances and having a weight content of water less than 25 %. The invention is characterised in that it comprises steps which consist in: 1/ introducing said dry product into a chamber containing an oxygen-free inert atmosphere, and comprising preferably at least 50 % by volume of a bacteriostatic gas, and 2/ performing a heat treatment of said dry product in a reactor comprising: 2a/ heating the walls of said chamber to obtain a specific bactericidal treatment by evaporation of the water contained in said dry product, then 2b/ cooling the

walls of said chamber while producing a relative movement of said dry product with respect to the walls of said chamber to obtain re-absorption into said product, of said water and if any, of said volatile organic substances condensed on said walls.

(57) Abrégé: L'invention concerne un procédé de débactérisation et désinsectisation d'un produit sec sous forme de particules, ledit produit contenant des substances organiques et présentant une teneur pondérale en eau inférieure à 25%, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes dans lesquelles: 1/ on introduit ledit produit sec dans une enceinte contenant une atmosphère inerte dépourvue d'oxygène, et comprenant de préférence au moins 50% en volume d'un gaz bactériostatique, et 2/ on réalise un traitement thermique dudit produit sec dans un réacteur comprenant: 2a/ le chauffage des parois de ladite enceinte pour obtenir une débactérisation donnée par vaporisation de l'eau contenue dans ledit produit sec, puis 2b/ le refroidissement des parois de ladite enceinte tout en réalisant un mouvement relatif dudit produit sec par rapport aux parois de ladite enceinte pour obtenir la réabsorption dans ledit produit, de ladite eau et le cas échéant de dites substances organiques volatiles condensées sur lesdites parois.





MZ, NO, NZ, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(84) États désignés (régional): brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### Publiée:

avec rapport de recherche internationale

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

10

15

20

25

30

#### PROCEDE DE DESTRUCTION DES BACTERIES D'UN PRODUIT SEC

La présente invention concerne un procédé de débactérisation et désinsectisation d'un produit sec se présentant sous forme de particules. La présente invention a également pour objet un produit sec et un lot de produit sec conditionné dans un emballage obtenu par ce procédé.

Selon la présente invention, on entend par "procédé de débactérisation et désinsectisation" un procédé permettant de réduire la contamination et l'infection éventuelle par tout micro-organisme, tels que bactérie, levure, champignon ou insecte. On désigne également ce type de procédé sous la dénomination générique de "débactérisation".

On entend ici par "produit sec" un produit solide comprenant une teneur pondérale en eau inférieure à 25% (rapport du poids de l'eau sur le poids total du produit).

Le produit sec traité est un produit sous forme de particules. On entend ici par « particules » un produit solide pulvérulent, en grains, ou en morceaux ou encore sous forme naturelle entière, mais dont la plus grande dimension est de préférence inférieure à 1 cm. Le produit sera sous forme entière, notamment dans le cas de certains fruits secs, légumes secs, et plantes qui sont alors en feuilles entières. Pour les plantes, les produits en morceaux peuvent être constitués de feuilles broyées ou coupées.

Le produit traité contient des substances organiques et peut être un produit à usage alimentaire, mais aussi un produit pharmaceutique, parapharmaceutique, phytosanitaire, cosmétique et/ou d'hygiène.

Dans les produits secs à usage alimentaire, on cite plus particulièrement à titre illustratif et non limitatif, les plantes aromatiques, les épices, les fruits secs tels qu'amandes, noisettes, noix, les légumes secs tels qu'haricots et lentilles, les champignons ou encore les céréales. Pour chaque produit, notamment à usage alimentaire, il existe une quantité en germes totaux par gramme de produits à ne pas dépasser pour pouvoir être considéré selon les normes, réglementations ou usage en vigueur, comme "débactérisé".

10

15

20

25

30

En général on considère qu'un procédé de débactérisation conduit à une diminution de la concentration en germes (germes/g) correspondant à une division par 10<sup>2</sup>, de préférence par au moins 10<sup>3</sup>, voire au moins 10<sup>5</sup> et le nombre de germes totaux par gramme de produit sec débactérisé doit être inférieur à 10<sup>6</sup>, de préférence à 10<sup>5</sup>. En général, une concentration de 3.10<sup>5</sup> germes/g est acceptable.

On connaît un procédé de débactérisation et désinsectisation par chauffage par injection de vapeur sur des produits secs déposés en vrac sur des plateaux grillagés à l'intérieur d'un cuiseur préalablement mis sous vide, le chauffage étant réalisé par injection de vapeur à l'intérieur dudit cuiseur. Dans ce procédé, le contact direct entre la vapeur injectée dans le cuiseur et le produit sec hydrate le produit.

Après ledit traitement thermique, on réalise un séchage pour retirer l'humidité apportée par la vapeur.

Cependant, par contact direct avec la vapeur, ledit produit sec perd des substances organiques par distillation. Elles sont éliminées lors du séchage. Ainsi, dans le cas de produit sec alimentaire, des composés aromatiques volatiles sont perdus au cours du traitement, ce qui se traduit par une perte de leur qualité organoletpique (*Varoquaux P, 1997-CT-Info = 19:6-8*).

Outre la perte d'arôme importante du fait de la distillation au chauffage et vaporisation au séchage qui représente en général une perte de plus de 20% des substances aromatiques de départ. Il se produit le cas échéant une oxydation partielle des substances aromatiques du fait du séchage à l'air, oxydation qui est également source de dégradation de la qualité du produit.

Un autre inconvénient de ce procédé est que la qualité du produit sec obtenu est aléatoire et variable, notamment en termes de teneur en germes, teneur en substances aromatiques et couleur.

On connaît d'autres techniques de débactérisation qui sont des techniques coûteuses nécessitant des sécurités d'exploitation importantes et sont interdites dans de nombreux pays. Il s'agit en particulier de la technologie par rayon ionisant qui est en outre soumise à des conditions d'étiquetage avec indication obligatoire sur l'étiquette, de la nature du traitement ionisant subi

10

15

20

25

30

pour prévenir les consommateurs des dangers éventuels, et la technologie par traitement au gaz tels que oxyde d'éthylène ou bromure de méthyle. Tous les procédés de la technique antérieure mentionnés ci-dessus présentent en outre des risques de recontamination à la fin du traitement en dépit des conditions ultra propres utilisées pour conditionner les produits débactérisés après traitement.

Le problème à la base de la présente invention est donc de fournir un procédé permettant un traitement de décontamination par la chaleur, notamment pour des produits d'herboristerie, d'aromates et d'épices ainsi que tout produit sec à usage alimentaire ou autre, sans perte d'arôme et sans risque de recontamination après traitement.

Plus généralement le but de la présente invention est de fournir un procédé de débactérisation et désinsectisation de produit sec, entrant dans le cadre des réglementations en vigueur, ne présentant pas les inconvénients des procédés existant précités, à savoir avec :

- maintien de la teneur en substances organiques volatiles à l'origine des propriétés du produit, qu'elle soit organoleptique, notamment aromatique, pour un produit alimentaire ou autres pour des produits présentant des propriétés pharmaceutiques ou cosmétiques,
- absence de dégradation ou de modification chimique des substances d'intérêts contenues dans le produit
- suppression des risques de recontamination ou développement des bactéries résiduelles après traitement,
  - limitation de l'oxydation desdits produits organiques,
- obtention d'un produit le plus homogène possible dans chaque lot traité, notamment en terme de teneur en substances organiques volatiles, notamment les substances impliquées dans les propriétés et/ou l'activité dudit produit sec traité, et en ce qui concerne les caractéristiques de débactérisation proprement dites,
- réduction des coûts de décontamination par rapport au procédés antérieurs.

10

15

20

25

Pour ce faire, la présente invention fournit un procédé de débactérisation et désinsectisation d'un produit sec sous forme de particules, ledit produit comprenant des substances organiques et présentant une teneur pondérale en eau inférieure à 25 %, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes dans lesquelles :

1/ on introduit ledit produit sec dans une enceinte contenant une atmosphère en gaz inerte dépourvue d'oxygène, et comprenant de préférence au moins 50% en volume d'un gaz bactériostatique, et

2/ on réalise un traitement thermique dudit produit sec dans un réacteur comprenant :

2a/ le chauffage des parois de ladite enceinte pour obtenir une débactérisation donnée dudit produit par vaporisation de l'eau contenue dans ledit produit sec, puis

2b/ le refroidissement des parois de ladite enceinte, tout en réalisant un mouvement relatif dudit produit par rapport aux parois de ladite enceinte pour obtenir la réabsorption dans ledit produit de ladite eau et de dites substances organiques volatiles condensées sur lesdites parois.

Le procédé de débactérisation selon la présente invention est avantageux tant au plan de la préservation des caractéristiques du produit traité que sur la plan économique. En effet, En effet, en premier lieu, du fait que la vaporisation de l'eau contenue dans le produit est suffisante pour obtenir l'effet bactéricide, le produit se trouve préservé de tout contact avec un fluide thermique extérieur, tel que de la vapeur d'eau externe, ce qui diminue le risque de dégradation et/ou modification chimique des substances organiques contenues dans le produit. En second lieu, la vapeur d'eau se recondense sur les parois de l'enceinte lors du refroidissement, et peut ainsi être réabsorbée par le produit, ce qui a pour effet d'éviter ou réduire la perte en substances organiques volatiles entraînées avec l'eau contenue dans le produit lors de sa vaporisation. Enfin, il n'y a pas besoin d'étape subséquente d'élimination de

10

15

20

25

30

l'humidité par séchage, ce qui réduit le coût du procédé, mais aussi réduit le risque de développement des bactéries thermophiles résiduelles après débactérisation.

On entend par « mouvement relatif dudit produit par rapport aux parois de l'enceinte » que l'on effectue un déplacement dudit produit qui n'est pas en contact avec les parois, de manière à ce qu'il arrive en contact avec la paroi et, qu'en conséquence, le maximum de dit produit, de préférence la totalité dudit produit au cours du traitement, arrive en contact direct avec lesdites parois pour être alors soumis audit transfert thermique par contact avec ladite paroi.

A l'étape de chauffage, on comprend que l'apport calorifique réalisé, c'est-à-dire la température à cœur du produit (T) que l'on cherche à atteindre et la durée de traitement (t) pendant laquelle on maintient cette température T (palier), sont déterminées en fonction de l'objectif de débactérisation recherché de façon connue par des essais sur témoin. L'objectif de débactérisation peut dépendre notamment de l'usage auquel est destiné ledit produit.

Lors de l'étape de chauffage, on élève donc la température de ladite enceinte jusqu'à obtenir la température nécessaire et suffisante conduisant à la vaporisation de l'eau contenue dans le produit, et on maintient cette température pendant la durée requise pour obtenir ladite débactérisation à ladite température.

Plus particulièrement, comme mentionné précédemment, on entend par « débactérisation » que la concentration en germes (germes/g) du produit sec débactérisé doit être inférieure à 10<sup>6</sup>, de préférence inférieur à 10<sup>5</sup> - plus particulièrement encore la diminution de la concentration en germes correspond à une division de la concentration en germes par au moins 1 000, de préférence par au moins 10<sup>5</sup>.

Dans un mode de réalisation particulier, on réalise un traitement thermique permettant d'obtenir une valeur de débactérisation (VD) supérieure à 100, plus particulièrement comprise entre 100 et 100.000, plus particulièrement encore entre 1000 et 10.000.

10

15

20

25

30

On entend ici par « valeur de débactérisation (VD) » un nombre de minutes pendant lequel on maintient la température à cœur du produit à 70°C. On considère en effet qu'au-delà de 60°C on détruit les bactéries.

Selon le procédé de la présente invention, l'apport calorifique est assuré par transfert thermique depuis les parois de ladite enceinte. L'étanchéité de ladite enceinte permet à l'eau et aux substances organiques volatiles initialement contenues dans ledit produit d'être réabsorbées par ledit produit lors de l'étape de refroidissement.

Dans un mode de réalisation particulier du procédé selon l'invention, on réalise un traitement thermique de manière à atteindre une température à cœur du produit de 60 à 135°C pendant 5 à 60 minutes.

Plus particulièrement, pour le traitement de produits à usage alimentaire et notamment de plantes aromatiques, ladite température est comprise entre 90 et 120°C, de préférence aux environs de 105°C pendant 10 à 30 minutes.

Dans tous les cas, la pression à l'intérieur de ladite enceinte est adaptée, de manière à obtenir la température nécessaire à la vaporisation de l'eau contenue dans ledit produit lors de l'étape de chauffage.

Ledit mouvement relatif permet d'homogénéiser le produit et le transfert thermique au sein du produit et d'accélérer le transfert thermique au sein du produit Lors du refroidissement. Ainsi, ledit mouvement relatif favorise une réabsorption homogène par ledit produit sec de l'eau et des substances organiques condensées sur la paroi lors du refroidissement, ce qui réduit le risque de réabsorption excessive de l'humidité dans certaines zones, l'excès d'humidité pouvant induire un développement des bactéries thermophiles résiduelles lors du refroidissement.

L'étape de refroidissement est réalisée avantageusement dans les conditions permettant de réduire rapidement la température, notamment en dessous de 35°C, ce qui a pour effet de provoquer la condensation de la vapeur d'eau exsudée du produit et des substances organiques volatiles qu'elle contient, et d'éviter aussi le développement éventuel des bactéries thermophiles résiduelles aux températures intermédiaires lors du refroidissement.

15

20

25

30

De préférence, on réalise l'étape de refroidissement jusqu'à une température inférieure à 35°C, notamment jusqu'à une température ambiante de 30°C, en un temps inférieur ou égal au temps nécessaire pour la montée en température du produit lors de l'étape de chauffage. On comprend que cette durée dépend du volume de ladite enceinte et de la quantité de produit traitée.

Selon la présente invention, par "atmosphère dépourvue d'oxygène" on entend une teneur volumique en oxygène inférieure à 5%, de préférence inférieure à 1%. On entend par « atmosphère inerte » un gaz inerte tel que de l'azote, de l'argon ou de l'hélium ou un gaz n'ayant pas d'action autre que bactériostatique, c'est-à-dire qui empêche le développement des microorganismes sans les tuer. A titre de gaz bactériostatique, on peut citer notamment le dioxyde de carbone CO<sub>2</sub> ou le protoxyde d'azote N<sub>2</sub>O.

Selon la présente invention, l'atmosphère inerte, c'est-à-dire le milieu gazeux contenu avec le produit dans ladite enceinte, contribue à la transmission calorifique depuis les parois de ladite enceinte jusqu'aux produits lors du traitement thermique. L'absence d'oxygène évite l'oxydation des produits. L'usage d'un gaz bactériostatique évite le développement éventuel des bactéries thermophiles en cours de refroidissement.

Dans un mode de réalisation avantageux, on conditionne ledit produit sec dans une atmosphère saturée en CO<sub>2</sub>.

De préférence pour un traitement en continu, on effectue séparément les étapes de chauffage et de refroidissement, respectivement dans deux compartiments distincts d'un même réacteur ou dans deux réacteurs différents.

Dans un premier mode de réalisation du procédé de l'invention, on introduit le produit sec sans emballage dans un réacteur, ladite enceinte étant alors l'enceinte du réacteur. Dans ce cas, avantageusement, après l'étape de refroidissement dudit traitement thermique, on conditionne le produit sec en sortie dudit réacteur dans un emballage contenant une dite atmosphère inerte dépourvue d'oxygène et comprenant de préférence au moins 50% en volume d'un gaz bactériostatique. De préférence encore, on réalise un transfert direct depuis ladite l'enceinte dans ledit emballage, c'est à dire sans contact avec l'air extérieur.

10

15

20

25

30

Dans un deuxième mode de réalisation, on introduit ledit produit sec dans ladite enceinte qui est constituée par ledit emballage du produit, le produit sec est traité sous emballage et c'est à dire que on effectue les étapes dans lesquelles :

- 1) on réalise le conditionnement dudit produit sec dans un emballage étanche contenant une dite atmosphère inerte dépourvue d'oxygène et comprenant de préférence au moins 50% en volume d'un gaz bactériostatique, et
- 2) on introduit ledit produit ainsi conditionné dans undit réacteur et on réalise undit traitement thermique par chauffage et refroidissement des parois dudit emballage dans ledit réacteur, ledit emballage conservant sa forme et son étanchéité dans des conditions dudit traitement thermique.

Par "emballage étanche", on entend un récipient rigide ou souple dont les parois sont en matériau non poreux aux gaz et aux liquides, notamment plastique, matériau minéral tel que verre, métal ou autre, qui empêche le contact du contenu du récipient et de l'atmosphère interne au récipient avec l'atmosphère extérieure.

Le milieu gazeux contenu dans ledit emballage est utile pour la transmission calorifique et le maintien en forme de l'emballage. L'usage d'un gaz bactériostatique améliore les conditions de conservation dans ledit emballage.

Pour conserver la forme dit emballage, il peut être nécessaire d'établir une contre pression à l'intérieur dudit réacteur pour équilibrer la pression interne dudit emballage.

Ledit emballage peut être de capacité adaptée aux besoins selon la destination du produit, ledit emballage pouvant servir de stockage ou de moyen de distribution, ce qui élimine les risques de recontamination après traitement, et contribue à créer des conditions de conservation des spécificités dudit produit après traitement, notamment par la possibilité de distribution du produit dans l'emballage de traitement.

. 5

10

15

20

25

30

Pour permettre une bonne débactérisation et pour assurer une stabilité microbiologique et physiologique après traitement, il est préférable de maîtriser la teneur en humidité.

La teneur en humidité du produit intervient à plusieurs niveaux :

- D'une part, on connaît pour chaque produit la teneur en humidité maximale au-dessus de laquelle le produit est considéré comme conservable car sa teneur en humidité est insuffisante pour permettre le développement de la flore bactérienne, en général cette teneur en humidité maximale est de 12% mais peut atteindre 25%.
- D'autre part, lors du traitement thermique la vapeur d'eau exsudée du produit augmente le transfert thermique entre les parois de l'enceinte ou de l'emballage où est assuré l'apport calorifique et ledit produit, de sorte que la débactérisation est obtenue à une température inférieure à celle nécessaire lorsque la vapeur d'eau est en quantité insuffisante, ou en l'absence de vapeur d'eau.
- Enfin, dans le cas d'une atmosphère gazeuse en CO<sub>2</sub>, l'eau réagit avec le CO<sub>2</sub> pour donner de l'acide carbonique qui a un effet anti-oxydant et bactériostatique élevé.

Plus particulièrement l'humidité dudit produit sec est donc ajustée à une teneur pondérale en eau allant de 5 à 25%, de préférence de 9 à 12%, avant son introduction dans ladite enceinte, et notamment avant conditionnement dans ledit emballage.

Une atmosphère gazeuse saturée en CO<sub>2</sub> utilisée combinée à une teneur en humidité du produit de 9 à 12%, assure une qualité du transfert thermique, un effet bactéricide, ainsi que le maintien des qualités organoleptiques du produit comme explicité plus loin.

Dans un mode préféré de réalisation du procédé selon l'invention, on réalise un mouvement relatif dudit produit sec par rapport à des parois de ladite enceinte notamment par rapport aux parois dudit emballage, afin d'homogénéiser le contact mécanique entre ledit produit sec et lesdites parois de ladite enceinte ou le cas échéant dudit emballage, lors de l'étape de refroidissement et de préférence pendant et après l'étape de chauffage.

15

20

25

30

Ledit mouvement relatif lors du chauffage permet d'accélérer et d'homogénéiser le transfert thermique et la température du produit dans ladite enceinte. Il en résulte que l'on obtient un produit plus homogène dans chaque lot traité en terme de valeur de débactérisation et de teneur en substances organiques volatiles, notamment les substances à l'origine des propriétés dudit produit sec, telles que les propriétés organoleptiques pour un produit alimentaire ou les substances responsables ou l'activité d'un produit pharmaceutique ou cosmétique.

On comprend que ledit mouvement relatif peut être obtenu par agitation dudit produit et/ou de ladite enceinte.

Avantageusement, ledit produit sec comprend des substances organiques volatiles, de préférence des composés aromatiques volatiles lui conférant des qualités organoleptiques, et celles-ci sont réabsorbées au moins en partie dans le produit lors de l'étape de refroidissement, la perte en dite substance organiques étant de préférence inférieure à 20 % en poids, de préférence encore inférieure à 10 % de la teneur pondérale en dites substances dans ledit produit avant ledit traitement thermique.

Pendant la phase de chauffage du traitement thermique, il se produit une séparation de substances organiques volatiles, notamment par distillation. On entend ici par "substance organique volatile" une substance organique susceptible de se volatiliser lors du chauffage et/ou de se solubiliser avec la vapeur d'eau évaporée et/ou d'être entraînée par ladite vapeur. Dans le cas de produit sec alimentaire, ces substances comprennent les substances organoleptiques tels que des acides gras, et des composés aromatiques. Pour chaque produit ayant des propriétés organoleptiques, on peut établir un spectre de ses substances organiques qui caractérisent les qualités organoleptiques du produit. Dans les plantes, ces substances sont comprises dans un distillat dénommé huile essentielle de la plante.

Après distillation desdites substances organiques volatiles pendant la phase de traitement thermique, lesdites substances se condensent sur les parois de ladite enceinte ou dudit emballage lors de son refroidissement. Le mouvement relatif du produit par rapport aux parois de l'enceinte ou de

10

15

20

25

30

l'emballage favorise donc une conservation maximum desdites substances volatiles organiques à l'intérieur dudit produit en empêchant la séparation desdites substances organiques, notamment des huiles essentielles qui distillent et recondensent sur les parois au cours du traitement, et en favorisant la réabsorption desdites substances à l'intérieur dudit produit avant et/ou après leur condensation sur lesdites parois.

Le procédé selon la présente invention permet donc d'éviter d'une part que le produit perde trop de substances lors du traitement thermique par une déshydratation importante, et d'autre part, que ces substances volatiles et/ou solubles par diffusion dans la vapeur de chauffage ne soient éliminées avec celles-ci en dehors de l'enceinte de traitement.

Avantageusement, lorsqu'on réalise le traitement thermique par chauffage et refroidissement de l'enceinte du réacteur, notamment lorsqu'on introduit du produit sec sans emballage dans unedite enceinte de réacteur selon undit premier mode de réalisation, on injecte dudit gaz constituant ladite atmosphère inerte dans ladite enceinte de réacteur, de préférence dans ledit réacteur de chauffage, de manière à ce que la pression à l'intérieur de ladite enceinte soit adaptée à la température de chauffage à atteindre. Pour un traitement à 105-108°C, la pression est avantageusement de 0,4 bar dans ledit réacteur de chauffage, mais peut être réduit à 0,2 bar dans ledit réacteur de refroidissement, où la température recherchée est de 20°C.

Plus particulièrement, on utilise une installation industrielle de traitement thermique en continu, comprenant d'amont en aval :

1/ un réacteur de chauffage, et

2/ un réacteur de refroidissement.

La zone de passage entre l'extrémité aval dudit réacteur de chauffage et l'extrémité amont dudit réacteur de refroidissement comprend avantageusement une vanne rotative écluse permettant de les isoler.

De même, avantageusement, dans ledit premier mode de réalisation dans lequel on traite le produit sans emballage, ledit réacteur de chauffage est alimenté en dit produit à traiter à l'aide d'une vanne rotative et ledit produit traité est évacué dudit réacteur de refroidissement à l'aide d'une dite même

15

20

25

vanne rotative à travers laquelle il est directement transféré dans undit emballage.

Avantageusement encore, le déplacement du produit dans lesdits réacteurs est assuré par des moyens mécaniques, par exemple, dans le cas dudit premier mode de réalisation, au moyen de vis sans fin. La matière est d'abord amenée dans le réacteur de chauffage, qui se présente par exemple sous une forme d'enceinte cylindrique. Puis en aval du réacteur de chauffage, le produit traité pénètre dans le réacteur de refroidissement.

Plus particulièrement, l'installation utile dans ledit premier mode de réalisation du procédé selon la présente invention comprend les caractéristiques suivantes :

- lesdits réacteurs comprennent des moyens de déplacement de produit d'amont en aval, dans le cas où le produit est traité en vrac sans emballage, notamment les réacteurs comprennent des vis hélicoïdales sans fin longitudinales;
- ledit réacteur de chauffage comprend un cylindre comportant une paroi à double enveloppe parcourue par un fluide chaud ;
- un fluide liquide chaud circule le cas échéant dans ladite vis longitudinale dudit réacteur de chauffage ;
- ledit réacteur de refroidissement comprend un cylindre comportant une paroi à double enveloppe parcourue par un fluide froid ;
- un fluide froid circule le cas échéant dans ladite vis longitudinale dudit réacteur de refroidissement.

Ainsi le traitement thermique de la matière s'effectue par contact sur les parois des cylindres le cas échéant et des vis hélicoïdales.

Afin que ce contact sur les parois du cylindre soit efficace il est préférable que :

- le volume du produit en vrac dans le cylindre soit de 1/3 à 1/2 du volume du cylindre, et
- La vis hélicoïdale est avantageuse, car elle entraîne la matière en la soulevant pour la projeter sur les parois du cylindre.

15

20

25

30

Dans ledit deuxième mode de réalisation de l'invention, dans lequel ledit produit est traité avec un emballage et ladite enceinte est constituée par undit emballage, le mouvement relatif dudit produit sec par rapport auxdites parois de l'emballage peut être obtenu par agitation du récipient dans lequel on a aménagé un espace de tête vide d'au moins 1/8, de préférence 1/5, de préférence encore 1/4 du volume, permettant ainsi un mouvement suffisant dudit produit à l'intérieur dudit emballage.

Plus précisément dans un mode de réalisation, on maintient un espace vide dans ledit emballage, le remplissage dudit emballage en dit produit sec étant inférieur à 95%, de préférence de 3/4 à 4/5 en volume, et on agite ledit emballage, de préférence par rotation sur lui-même.

Ledit emballage peut être un récipient rigide ou un récipient à parois souples dont le maintien en forme des parois est assuré par une mise sous pression de l'atmosphère interne à l'emballage. Le récipient utilisé peut être un bocal, une boîte, un bidon en verre, en métal ou autre matériau minéral ou plastique rigide approprié pour un traitement thermique avec transfert de calories. Il peut également s'agir d'un matériau souple tel qu'un sachet en plastique qu'une atmosphère interne sous pression maintient en forme.

Pour réaliser ce type de conditionnement, l'homme du métier connaît des machines de conditionnement appropriées.

Dans ledit deuxième mode de réalisation dans lequel le produit est traité sous emballage, on peut utiliser un réacteur dans lequel le traitement thermique est réalisé par chauffage puis refroidissement des parois du réacteur comme décrit ci-dessus.

Toutefois, dans ledit deuxième mode de réalisation, de préférence à l'étape de traitement thermique, on place ledit emballage dans un autoclave dans lequel on réalise un apport calorifique par circulation d'un fluide thermique ou immersion et/ou circulation de vapeur, de préférence en injectant de la vapeur dans ledit autoclave, et on réalise ledit refroidissement par ruissellement d'eau froide sur les parois dudit emballage.

Dans un autre variante de réalisation dudit deuxième mode de réalisation, on réalise le traitement thermique en créant une agitation

15

20

25

30

moléculaire par traitement dudit emballage à l'aide de micro-ondes ou de rayonnements haute fréquence.

Comme mentionné précédemment, le procédé selon l'invention est particulièrement avantageux lorsque ledit produit sec comprend des composés aromatiques volatiles lui conférant des qualités organoleptiques. La perte en substances organiques caractéristiques d'une propriété, notamment organoleptique, peut avoir une double cause :

- la substance peut être dégradée ou modifiée chimiquement, notamment par oxydation,
- la substance initialement distillée lors du traitement thermique, peut être incomplètement réabsorbée par le produit sec ultérieurement.

Le procédé selon l'invention selon lequel on réalise un traitement thermique dans une atmosphère inerte dans une enceinte étanche et sous agitation, et avec une certaine teneur en humidité du produit sec traité, permet d'obtenir une conservation quasiment complète des substances organiques, notamment les substances organoleptiques, telles que les composés aromatiques, des produits alimentaires dans le produit traité.

Le procédé selon l'invention est aussi particulièrement avantageux de par sa simplicité et son faible coût de mise en œuvre.

La présente invention a également pour objet un produit sec nouveau pouvant être obtenu par le procédé de débactérisation et désinsectisation selon l'invention. Lesdits produits secs obtenus par le procédé selon l'invention présentent une teneur pondérale en substances organiques volatiles supérieur d'au moins 10% par rapport à la teneur en mêmes substances organiques volatiles d'un même produit débactérisé avant conditionnement dans unedite atmosphère inerte, notamment par traitement thermique. On entend ici par "même produit" un produit de même configuration physique tel que poudre, grain, morceau, de même taille de particules et de mêmes quantités de germes.

De façon plus particulière, un produit sec débactérisé selon la présente invention peut être caractérisé en ce qu'il présente des substances organiques actives ou organoleptiques volatiles, de préférence des composés aromatiques,

10

15

20

25

30

et sa perte en dites substances est inférieure à 20% en poids, de préférence inférieure à 10% de la teneur en dites substances dans le produit de départ avant ledit traitement.

La présente invention a également pour objet un lot de produits secs conditionnés selon le procédé de l'invention, ces lots se caractérisant par une plus grande homogénéité de leurs caractéristiques en terme de quantités de germes totaux et en teneur en substances organiques volatiles, notamment en substances aromatiques.

De préférence le produit sec obtenu présente une humidité de 5 à 25 %, de préférence encore de 9 % à 12 % et sa concentration en germes totaux est inférieure à 10<sup>6</sup> germes/g, de préférence inférieure à 10<sup>5</sup> germes/g.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront à la lumière de la description détaillée des modes de réalisation qui va suivre.

La figure 1 représente un schéma de l'autoclave rotatif utilisé.

La figure 2 représente le graphe du profil de température dans l'autoclave en fonction du temps.

Les figures 3 à 6 représentent des profils organoleptiques de thym traités de différentes façons obtenus avec un nez électronique.

La figure 7 représente une vue schématique en coupe d'une installation selon undit premier mode de réalisation de l'invention.

## **EXEMPLE 1:**

On a conditionné divers produits dans des bocaux de verre de 800 ml étanches remplis partiellement de produits sous une atmosphère saturée en CO<sub>2</sub>. On a réalisé un traitement thermique dans un autoclave rotatif 1 utilisé dans les procédés existant de stérilisation en conserve de légumes en récipients rigides tels que représentés sur la figure 1 dans lesquels les bocaux (non représentés) sont placés dans un panier 2 à parois rigides à claire-voie, ledit panier 2 étant soumis à une rotation axiale en phase de traitement thermique et de refroidissement. Les bocaux sont rangés et calés côte à côte sur des grilles à l'intérieur du panier 2.

La rotation axiale du panier engendre un mouvement de rotation des bocaux sur eux-mêmes selon un mouvement tête-bêche.

L'autoclave rotatif de conserves utilisé, de marque "LAGARDE ®", fonctionnait avec injection de vapeur d'eau 3 pour le traitement thermique et refroidissement à l'eau froide 4a, 4b avec agitation permanente pendant le traitement thermique et la phase de refroidissement.

Les produits traités ont été les suivants :

- basilic en feuilles entières ou moulues
- cannelle moulue
- 10 coriandre en graine ou moulu
  - cumin en graine
  - curcuma moulu
  - différents mélanges d'épices telles que curry, rouille, épices Rabelais, épices Colombo,
- racine de gingembre en flocons
  - ail moulu
  - clous de girofle
  - feuilles entières d'herbes de Provence
  - feuilles coupées de laurier (morceaux d'environ 1cm²)
- 20 muscade moulue
  - oignon en lanières ou lamelles (d'environ 1cm de long et quelques mm de large) ou en poudre
    - origan en feuilles entières
    - persil en feuilles entières
- 25 piment doux broyé ou en poudre
  - divers types de poivre en grain ou moulu
  - romarin en feuilles entières ou moulu
  - graine de sésame
  - thym gris extra en feuilles entières.
- On a fait varier la teneur en humidité du produit sec de départ. On a également fait varier le taux de remplissage du récipient.

10

15

20

25

30

Les barèmes de température à cœur de produit et durée d'établissement (palier) de ladite température à cœur de produit, ont été établis selon les valeurs indiquées dans la littérature, soit environ 105°C pendant 10 minutes correspondant à une valeur de débactérisation de 8 000 à 10 000 pour les produits traités, excepté pour l'ail pour lequel la température était de 75°C pendant 25 minutes. Pour les produits gras, on observe en effet une prise en masse si la température de traitement est excessive. Ces températures à cœur sont relevées grâce à un appareil de marque ELLAB ®. Pour obtenir ce profil de température, on applique à l'intérieur de l'autoclave un profil de température dont le palier est légèrement supérieur à la température à cœur recherchée, tel que représenté sur la figure 2, environ 170°C.

Les témoins et les produits traités en bocaux ont été conservés un mois à température ambiante à l'abri de la lumière.

Des analyses comparatives ont été effectuées sur les témoins et produits traités.

#### 1.1. - Débactérisation

Il s'agissait d'analyses microbiologiques permettant la mesure du nombre de germes (germes/gr) de micro-organismes considérés comme caractéristiques.

On a également mesuré les teneurs en huiles essentielles (ml/100 g) dans le témoin et le produit traité.

A l'erreur d'analyse prête, on obtenait une conservation totale de la teneur en huiles essentielles pour des produits ayant été débactérisés avec un taux de germes total inférieur à 10<sup>5</sup> et plus particulièrement de 10<sup>2</sup> à 10<sup>5</sup> germes/g dans les conditions suivantes :

- l'espace libre dans le récipient était de10 à 25%, de préférence aux alentours de 15%
- l'agitation des produits n'était ni trop lente ni trop rapide pour éviter dans ce dernier cas une centrifugation des substances, à savoir de 5 à 15 tours minute, de préférence 8 tours minute
  - la teneur en humidité du produit traité était d'environ 9 à environ 12%.

10

15

20

18

On a ajusté la teneur en humidité du produit sec avant conditionnement, soit en ajoutant et en mélangeant le produit avec de l'eau, soit en évaporant une partie de l'eau.

Si la teneur en humidité est insuffisante, le traitement de débactérisation est difficile à réaliser et on constate une perte de substances organiques, notamment de composés aromatiques. En effet, si le produit n'est pas assez humide, il réabsorbe moins bien lesdites substances organiques qui ont été distillées et condensées sur les parois lors du refroidissement.

De façon connue, la température à appliquer et la durée d'application de cette température devaient tenir compte non seulement de la nature du produit traité mais également de sa granulométrie (taille des particules) pour optimiser les barèmes de traitement thermique.

A titre illustratif, les tableaux 1 à 5 ci-après rapportent les analyses effectuées sur un mélange d'épices moulues, du basilic moulu, du poivre gris en grains broyés, des herbes de Provence en feuilles entière et de la muscade moulue dans les conditions opératoires optimum décrites ci-dessus (atmosphère saturée en CO<sub>2</sub>, remplissage aux 7/8 du bocal de verre, température à cœur de produit 105°C pendant 10 minutes).

TABLEAU 1: MELANGE D'EPICES MOULUES

Détermination	Norme	Témoin Epices	Bocal Epices traitées
Salmonelle	0	0	0
Staphylocoques	0	0	0
E. Coli	1	< 1	<1
Sporuléea Sulfito Réducteurs	10	<10	< 10
Flore aérobie	300000	370000	2400
Moisissures	10000	75000	< 100
Levures	10000	100	< 100
Teneur en humidité		9,4%	8,7%
Teneur en huile	essentielle	1,47	1,4

TABLEAU 2 : BASILIC MOULU

Détermination	Norme	Témoin	Bocal Basilic
		Basilic moulu	moulu traité
Salmonelle	0	0 .	0
Staphylocoques	0	0 .	0
E. Coli	1	< 1	<1
Sporuléea Sulfito Réducteurs	10	< 10	< 10
Flore aérobie	300 000	750 000	2 000
Moisissures	10 000	7 500	< 100
Levures	10 000	100	< 100
Teneur en		10,8 %	10,9 %
humidité			
Teneur en huile	essentielle	0,2	0,2

## TABLEAU 3 – POIVRE GRIS EN GRAINS BROYES

5

Recherches	Echantillon témoin	Echantillons traités Moyenne
Flore aérobie 30°C NF ISO 4833	2,0 x 10 <sup>6</sup>	< 1,0 x 10 <sup>2</sup>
<i>E. coli</i> 44°C V08-053	< 10	< 10
S. aureus NF V 08-014	< 1,0 x 10 <sup>2</sup>	< 1,0 x 10 <sup>2</sup>
C. perfringens NF V08-019	< 10	< 10
B. cereus 30°C NF ISO 7932	< 1,0 x10 <sup>2</sup>	< 1,0 x10 <sup>2</sup>
Salmonella NF V 08 052	0	absence
Levures-moisissures 22,5°C – NF ISO 7954	60	< 10
Teneur en huiles essentielles	2,2	< 2,2

TABLEAU 4 : HERBES DE PROVENCE

Recherches	Echantillon témoin	Echantillons traités Moyenne
Flore aérobie 30°C NF ISO 4833	2,6x 10 <sup>5</sup>	1,5 x 10 <sup>2</sup>
E. coli 44°C V08-053	< 10	< 10
S. aureus NF V 08-014	< 1,0 x 10 <sup>2</sup>	1,0 x 10 <sup>2</sup>
C. perfringens NF V08-019	$= 1.4 \times 10^2$	< 10
B. cereus 30°C NF ISO 7932	< 1,0 x10 <sup>2</sup>	< 1,0 x10 <sup>2</sup>
Salmonella NF V 08 052	0	< 10
Levures-moisissures 22,5°C – NF ISO 7954	3,2 x 10 <sup>5</sup>	10
Teneur en huiles essentielles	1,02	1,01

# TABLEAU 5 : MUSCADE MOULUE

5

Recherches	Echantillon témoin	Echantillons traités Moyenne
Flore aérobie 30°C NF ISO 4833	6,0 x 10 <sup>6</sup>	10
<i>E. coli</i> 44°C V08-053	< 10	< 10
S. aureus NF V 08-014	< 1,0 x 10 <sup>2</sup>	< 1,0 x 10 <sup>2</sup>
C. perfringens NF V08-019	60	< 10
<i>B. cereus 30°C</i> NF ISO 7932	< 1,0 x 10 <sup>2</sup>	< 1,0 x10 <sup>2</sup>
Salmonella NF V 08 052	0	0
Levures-moisissures 22,5°C – NF ISO 7954	4,5 x 10 <sup>5</sup>	< 1,0 x 10 <sup>2</sup>
Teneur en huiles essentielles	2,33	2,30

15

20

25

30

### 1.2. Analyse aromatique

Les différentes analyses démontrent une conservation pratiquement totale des qualités aromatiques et organoleptiques des produits traités.

Dans les tableaux 1 à 5, on a rapporté la conservation de la teneur en huiles essentielles.

Ces résultats positifs ont été confirmés par analyse avec un appareil dit "nez électronique" qui détermine les profils organoleptiques caractéristiques d'un produit.

La figure 3 représente le profil organoleptique d'un produit témoin non traité (thym en feuilles entières).

La figure 4 représente le profil organoleptique du même produit traité selon le procédé de l'invention dans une atmosphère de CO<sub>2</sub>, dans un récipient non poreux.

La figure 5 représente le même produit traité à l'air et dans un récipient non poreux.

La figure 6 représente le même produit traité dans une atmosphère de CO<sub>2</sub> mais dans un récipient poreux.

Sur les figures 3 à 6, les lignes partant du centre des décagones et portant les références T30/1, TA2, T40/1, P10/1, P10/2, P40/1, T70/2, PA2, P30/1, P40/2, P30/2, T40/1 représentent les différentes valeurs olfactives de référence de l'appareil de mesure entrant dans la composition du bouquet aromatique du produit traité (thym). Pour chaque valeur olfactive, une variation par rapport à la valeur de référence de l'appareil est exprimée par la distance de l'extrémité du rayon par rapport au centre graduée de 0 à 1.

La comparaison des différents profils organoleptiques représentés sur les figures 3 à 6 démontre qu'un produit traité selon les conditions opératoires du procédé selon la présente invention (figure 4) dans une enceinte étanche constituée dans un matériau non poreux présente la plus grande similitude avec le profil du produit témoin (figure 3).

Une analyse chromatographique en phase gazeuse révèle par comparaison des chromatogrammes que les échantillons analysés (témoins et échantillons traités) présentent des compositions moléculaires identiques. Les

10

15

20

25

30

produits traités présentent des teneurs des différentes fractions volatiles aromatiques plus importantes que les échantillons témoin lorsqu'on effectue un traitement en atmosphère CO<sub>2</sub>. Cette amélioration s'explique par le fait que pour les échantillons traités lors du traitement, certaines molécules sont désoxydées et apparaissent dans la fraction volatile, alors que sous forme oxydée dans l'échantillon témoin elles n'apparaissent pas.

#### **EXEMPLE 2:**

La figure 7 représente une vue schématique en coupe d'une installation d'un premier mode de réalisation de l'invention dans lequel on réaliser le traitement de produit à traiter en vrac sans emballage dans une enceinte de réacteur étanche, comprenant un réacteur de chauffage 1 et un réacteur de refroidissement 2. A une extrémité amont 1, le réacteur de chauffage 1 est alimenté en dit produit par l'intermédiaire d'une trémie 12 et d'une écluse de dosage telle d'une vanne rotative 13 comprenant un retors avec des pales tournant dans un cylindre et permettant ainsi d'isoler l'intérieur de ladite enceinte par rapport à l'air extérieur et favorisant l'évacuation de l'air de l'enceinte du réacteur vers l'extérieur. Le réacteur de chauffage comprend des moyens d'injection de gaz inerte 5 en amont dudit réacteur. Lorsque la température cherchée à l'intérieur du réacteur de chauffage est de 105-108°C, on injecte du gaz inerte, notamment du CO2 de manière à atteindre une pression d'environ 0,4 bar. Le réacteur de chauffage 1 et le réacteur de refroidissement 2 sont constitués par des cylindres comportant une double enveloppe 14, 24. Dans l'espace interne de cette double enveloppe circule un fluide chauffé pour le réacteur de chauffage, de manière à obtenir une température voulue à l'intérieur du réacteur et donc à cœur du produit. De même, le réacteur de refroidissement 2 est également de forme essentiellement cylindrique avec une double enveloppe à l'intérieur de laquelle circule un fluide tel que de l'eau d'une température avoisinant les 20°C. La pression à l'intérieur du réacteur de refroidissement 2 est réglée à environ 0,2 bar. Dans un mode de réalisation (non représenté), les deux réacteurs comprennent des moyens de déplacement de matière d'amont en aval

23

5

10

15

consistant dans une vis hélicoïdale longitudinale dont le diamètre occupe sensiblement le volume intérieur du cylindre constituant les réacteurs et dont l'inclinaison de la pale entraîne la matière en la soulevant pour la projeter sur les parois du cylindre, de sorte que le chauffage du produit dans le réacteur est obtenu par contact sur les parois du cylindre et de la vis hélicoïdale, dans la mesure de celle-ci est avantageusement parcourue par undit fluide à l'intérieur. A l'extrémité aval 22 de ledit réacteur de refroidissement, le produit est déversé directement dans desdits emballages 4 après passage au travers d'une vanne rotative 23 qui assure l'isolement du compartiment de refroidissement 2 par rapport audit emballage 4. La vitesse de déplacement du produit dans les réacteurs est réglée de manière à ce que le produit soit chauffé pendant un temps voulu à l'intérieur dudit réacteur de chauffage selon un mode de réalisation particulier pendant 10 à 30 mn à environ 105°C. L'extrémité amont ou entrée 21 du réacteur de refroidissement se trouve en contrebas de la sortie 12 du réacteur de chauffage et les deux extrémités aval 12 et amont 21 sont séparées par une écluse de séparation consistant dans une vanne rotative 3. La température dans le réacteur de chauffage 1 et en sortie du réacteur de refroidissement 2 est contrôlée par des moyens de mesures 6.

10

15

20

### <u>REVENDICATIONS</u>

1. Procédé de débactérisation et désinsectisation d'un produit sec sous forme de particules, ledit produit contenant des substances organiques et présentant une teneur pondérale en eau inférieure à 25 %, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes dans lesquelles :

1/ on introduit ledit produit sec dans une enceinte contenant une atmosphère inerte dépourvue d'oxygène, et comprenant de préférence au moins 50% en volume d'un gaz bactériostatique, et

2/ on réalise un traitement thermique dudit produit sec dans un réacteur comprenant :

2a/ le chauffage des parois de ladite enceinte pour obtenir une débactérisation donnée par vaporisation de l'eau contenue dans ledit produit sec, puis

2b/ le refroidissement des parois de ladite enceinte, tout en réalisant un mouvement relatif dudit produit sec par rapport aux parois de ladite enceinte pour obtenir la réabsorption dans ledit produit, de ladite eau et le cas échéant de dites substances organiques volatiles condensées sur lesdites parois.

- 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on réalise un mouvement relatif dudit produit sec par rapport aux parois de ladite enceinte, afin d'homogénéiser le contact mécanique entre ledit produit sec et lesdites parois de ladite enceinte, lors de l'étape de refroidissement et pendant l'étape de chauffage.
- Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on effectue
   séparément les étapes de chauffage et de refroidissement, respectivement dans deux compartiments distincts d'un même réacteur ou dans deux réacteurs différents.

4. Procédé selon la revendication 1 à 3, caractérisé en ce qu'on introduit ledit produit sec sans emballage dans une enceinte qui est l'enceinte d'undit réacteur et après l'étape de refroidissement, on conditionne en sortie de ladite enceinte d'un dit réacteur le produit sec dans un emballage contenant une dite atmosphère inerte dépourvue d'oxygène et comprenant de préférence au moins 50% en volume d'un gaz bactériostatique, de préférence par transfert direct depuis ladite enceinte, sans contact avec l'air extérieur.

5

10

15

20

25

- 5. Procédé de débactérisation et désinsectisation d'un produit sec selon la revendication 1 à 3, caractérisé en ce que ladite enceinte est constituée par un emballage dudit produit et il comprend les étapes dans lesquelles :
- 1) on réalise le conditionnement dudit produit sec dans un emballage étanche contenant une dite atmosphère inerte dépourvue d'oxygène et comprenant de préférence au moins 50% en volume d'un gaz bactériostatique, et
- 2) on introduit ledit produit ainsi conditionné dans undit réacteur et on réalise undit traitement thermique par chauffage et refroidissement des parois dudit emballage dans ledit réacteur, ledit emballage conservant sa forme et son étanchéité dans des conditions dudit traitement thermique.
- 6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'humidité dudit produit sec est ajustée à une teneur pondérale en eau allant de 5 à 25%, de préférence de 9 à 12%, avant son introduction dans ladite enceinte et notamment avant conditionnement dans undit emballage, et ladite atmosphère est saturée en CO<sub>2</sub>.
- 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que ledit réacteur est constitué par une enceinte cylindrique comportant de préférence des moyens de déplacement dudit produit, et de préférence encore comportant une paroi à double enveloppe parcourue par un fluide permettant ledit traitement thermique.
- 8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que ledit réacteur comprend d'amont en aval un réacteur de chauffage (1) et un réacteur de

refroidissement (2), lesdits réacteurs (1, 2) comprenant des moyens de déplacement du produit d'amont en aval, de préférence ledit réacteur de chauffage comprenant un cylindre comportant une paroi à double enveloppe parcourue par un fluide chaud, et ledit réacteur de refroidissement (2) comprenant un cylindre à paroi à double enveloppe parcourue par un fluide froid.

5

10

15

20

25

- 9. Procédé selon la revendication 8, caractérisée en ce que ledit produit est traité en vrac sans emballage et lesdits réacteurs comprennent chacun une vis hélicoïdale sans fin longitudinale, et de préférence lesdits fluides circulent dans lesdites vis longitudinales dudit réacteur.
- 10. Procédé selon l'une des revendications 4, et 6 à 9, caractérisé en ce qu'on injecte ledit gaz constituant ladite atmosphère inerte dans ladite enceinte de réacteur, de préférence dans ledit réacteur de chauffage, de manière à ce que la pression à l'intérieur de ladite enceinte soit adaptée à la température de chauffage à atteindre pour ledit traitement thermique.
- 11. Procédé selon l'une des revendications 4 et 6 à 10, caractérisé en ce que ladite enceinte de réacteur est remplie en dit produit sec en vrac sans emballage dans une proportion de 1/3 à 1/2 en volume.
- 12. Procédé selon l'une des revendications 5 à 8, caractérisé en ce que ledit produit est traité dans un emballage et le remplissage dudit emballage en dit produit sec est inférieur à 95%, de préférence de 3/4 à 4/5 en volume, et on agite ledit emballage, de préférence par rotation sur lui-même.
- 13. Procédé selon l'une des revendications 5 à 8 et 12, caractérisé en ce que ledit produit est traité dans un emballage et à l'étape 2, on place ledit emballage dans un autoclave dans lequel on réalise un apport calorifique par circulation d'un fluide thermique ou immersion et/ou circulation de vapeur, de préférence en injectant de la vapeur dans ledit autoclave, et on réalise ledit refroidissement par ruissellement d'eau froide sur les parois dudit emballage.

- 14. Procédé selon l'une des revendications 5 à 8 et 12, caractérisé en ce qu'on réalise le traitement thermique par traitement dudit emballage à l'aide de micro-onde ou de rayonnement haute fréquence.
- 15. Procédé selon l'une des revendications 1 à 14, caractérisé en ce qu'on réalise un traitement thermique de manière à atteindre une température à cœur dudit produit de 60 à 135°C pendant 5 à 60 minutes.
  - 16. Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que ladite température est d'environ 105°C pendant 10 à 30 minutes.
- 17. Procédé selon l'une des revendications 1 à 16, caractérisé en ce que ledit produit sec comprend des substances organiques volatiles, de préférence des composés aromatiques volatiles lui conférant des qualités organoleptiques, et celles-ci sont réabsorbées au moins en partie dans le produit lors de l'étape de refroidissement, la perte en dite substance organique étant de préférence inférieure à 20 % en poids, de préférence encore inférieure à 10 % de la teneur pondérale en dite substance organique dans ledit produit avant ledit traitement thermique.
  - 18. Produit sec débactérisé pouvant être obtenu par le procédé selon l'une des revendications 1 à 17.
  - 19. Produit sec débactérisé selon la revendication 18, caractérisé en ce qu'il comprend des substances organiques actives ou organoleptiques volatiles, de préférence des composés aromatiques, et la perte en dites substances organiques est inférieure à 20% en poids, de préférence inférieure à 10% de la teneur en dites substances dans ledit produit avant ledit traitement thermique.

20

20. Produit sec selon l'une des revendications 18 et 19, caractérisé en ce qu'il s'agit d'un produit pulvérulent, en grains, en morceaux ou entier, à usage alimentaire, pharmaceutique, parapharmaceutique, phytosanitaire, cosmétique ou hygiénique.

- 21. Produit sec selon la revendication 20, caractérisé en ce qu'il s'agit d'une plante aromatique, d'une épice d'un fruit ou d'un légume sec.
- 22. Produit sec selon l'une des revendications 18 à 21, caractérisé en ce que le nombre de germes totaux par gramme de produit sec débactérisé est inférieur à 10<sup>6</sup>, de préférence inférieur à 10<sup>5</sup> et sa teneur pondérale en humidité est de 5 à 25 %, de préférence de 9 à 12 %.
- 23. Lot de produit sec, conditionné dans un emballage dans lequel il a été débactérisé selon l'une des revendications 1 à 17.

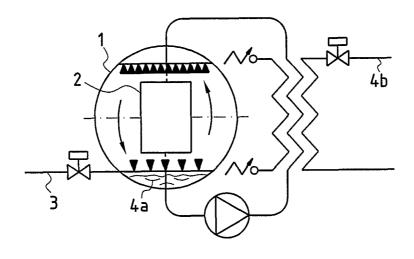


FIG.1

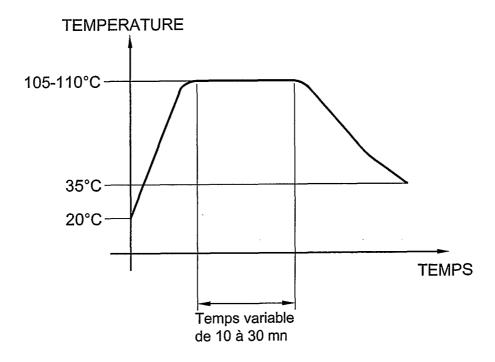
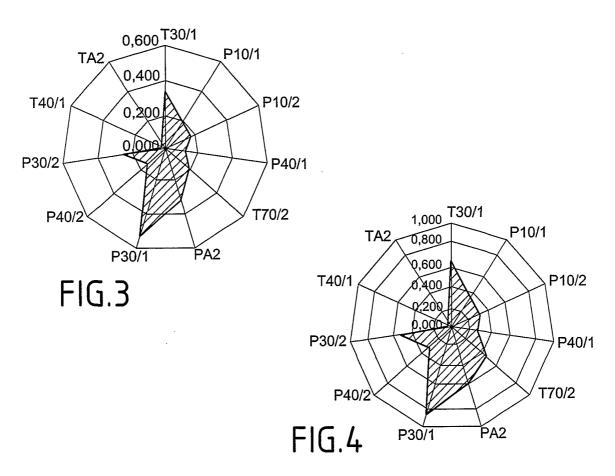
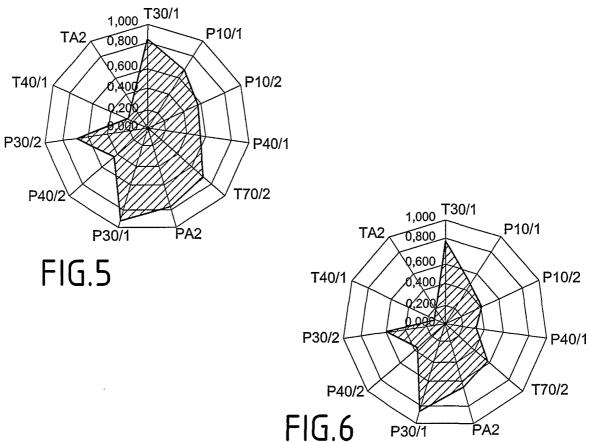
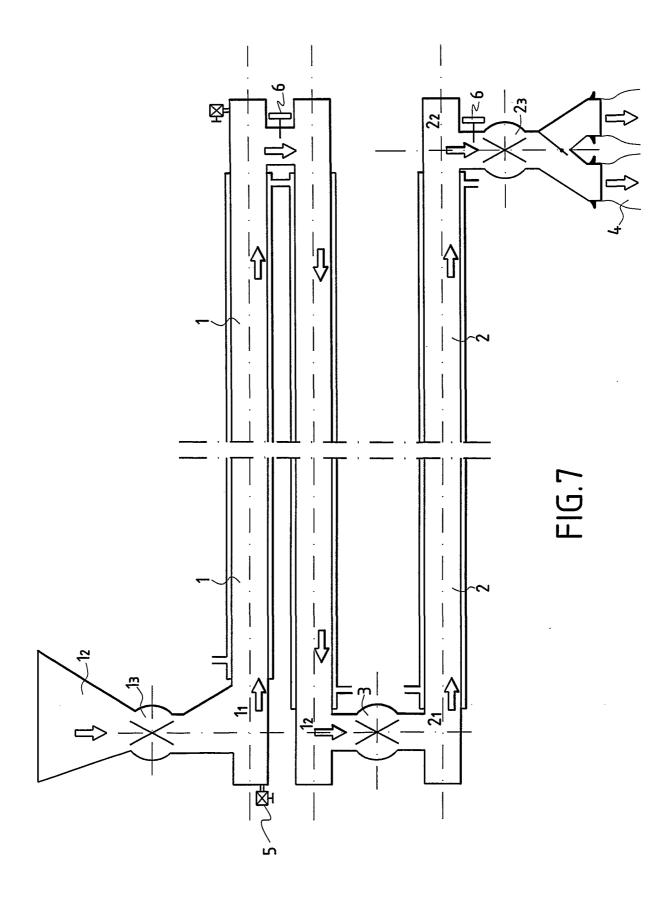


FIG.2







#### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

ional Application No

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 A61L2/04 A61L2/07 A61L2/12 A61L2/16 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC B. FIELDS SEARCHED  $\begin{array}{ll} \mbox{Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)} \\ \mbox{IPC 7} & \mbox{A61L} \end{array}$ Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Relevant to claim No. χ DE 196 22 283 A (SCHERING AG) 1,2,4,5, 27 November 1997 (1997-11-27) 10-16, 18,20-23 column 3, line 12 - line 46 column 6, line 16 - line 65 claim 1 Υ US 5 180 553 A (SINGER JOACHIM ET AL) 1 - 2319 January 1993 (1993-01-19) column 1, line 64 -column 2, line 35 column 3, line 1 -column 4, line 40 column 7, line 35 - line 58 Υ US 4 259 293 A (NAJARIAN GEORGE L ET AL) 1 - 2331 March 1981 (1981-03-31) abstract column 1, line 53 -column 2, line 24 claim 1 Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex. χ Special categories of cited documents: 'T' later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance invention "E" earlier document but published on or after the international filing date "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "Y" document of particular relevance; the claimed Invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "&" document member of the same patent family Date of the actual completion of the international search Date of mailing of the international search report 27 November 2001 06/12/2001 Name and mailing address of the ISA Authorized officer Ruropean Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016 Menidjel, R

1

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

In: tional Application No PCI/FR 01/02809

egory °	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT  Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
-gviy	Onation of Gooding II, with indication, where appropriate, or the relevant passages	I ISSOVANT TO ORDIN 140.
	GB 1 444 184 A (SADA P) 28 July 1976 (1976-07-28) page 1, left-hand column, line 10 - line 40	1-23
	page 1, right-hand column, line 53 - line 73 claims 1-9 	
	DE 39 17 250 A (KARG JOERN E) 13 December 1990 (1990-12-13) abstract column 1, line 26 - line 65 column 2, line 3 - line 30	1-23

1

## **INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

nformation on patent family members

Int in itional Application No

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
DE 19622283	Α	27-11-1997	DE	19622283 A1	27-11-1997
DE ISOLEEGO	••	2, 11 100,	ΑŪ	2960297 A	09-12-1997
			WO	9744068 A1	27-11-1997
			EP	0901380 A1	17-03-1999
			JP	2000510740 T	22-08-2000
US 5180553	Α	19-01-1993	DE	3838448 A1	 17-05-1990
			ΑT	78176 T	15-08-1992
			DD	284808 A5	28-11-1990
			DE	58901842 D1	20-08-1992
			ΕP	0369185 A2	23-05-1990
			ES	2051956 T3	01-07-1994
			GR	3006010 T3	21-06-1993
			JP	2091832 C	18-09-1996
			JP	2257961 A	18-10-1990
			JP 	8004615 B	24-01-1996
US 4259293	A	31-03-1981	NONE		
GB 1444184	 Å	28-07-1976	IT	1045695 B	10-06-1980
	• •		CH	608714 A5	31-01-1979
			DE	2336776 A1	31-01-1974
			FR	2192800 A1	15-02-1974
			JP	49132246 A	18-12-1974
			NL	7310051 A	22-01-1974
DE 3917250		13-12-1990	DE	3917250 A1	13-12-1990

#### RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

D le Internationale No PC I / FR 01/02809

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 A61L2/04 A61L2/07 A61L2/12 A61L2/16

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 A61L

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (norn de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Calégorie 
Identification des documents cliés, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents

no. des revendications visées

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Х	DE 196 22 283 A (SCHERING AG) 27 novembre 1997 (1997-11-27) colonne 3, ligne 12 - ligne 46 colonne 6, ligne 16 - ligne 65 revendication 1	1,2,4,5, 10-16, 18,20-23
Y	US 5 180 553 A (SINGER JOACHIM ET AL) 19 janvier 1993 (1993-01-19) colonne 1, ligne 64 -colonne 2, ligne 35 colonne 3, ligne 1 -colonne 4, ligne 40 colonne 7, ligne 35 - ligne 58	1-23
Y	US 4 259 293 A (NAJARIAN GEORGE L ET AL) 31 mars 1981 (1981-03-31) abrégé colonne 1, ligne 53 -colonne 2, ligne 24 revendication 1/	1–23

Yoir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents	X Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe
*A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme parliculièrement pertinent  *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date  *L' document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)  *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens  *P* document publié avant la date de dépôt international, mais	Cocument ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie consitiuant la base de l'invention  Cocument particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément d'ocument particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du mêtler  document qui fait partie de la même famille de brevets
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
27 novembre 2001	06/12/2001
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Menidjel, R

### RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De e Internationale No
PUI/FR 01/02809

	uite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS						
atégorie °	Identification des documents cités, avec,le cas échéant, l'indicationdes passages perti	nents no. des revendications visées					
,	GB 1 444 184 A (SADA P) 28 juillet 1976 (1976-07-28) page 1, colonne de gauche, ligne 10 - ligne 40 page 1, colonne de droite, ligne 53 - ligne 73 revendications 1-9	1-23					
	DE 39 17 250 A (KARG JOERN E) 13 décembre 1990 (1990-12-13) abrégé colonne 1, ligne 26 - ligne 65 colonne 2, ligne 3 - ligne 30	1-23					
		*					

#### RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatif: membres de familles de brevets

De de Internationale No PCT/FR 01/02809

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication		Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE 19622283	Α	27-11-1997	DE AU WO EP JP	19622283 A1 2960297 A 9744068 A1 0901380 A1 2000510740 T	27-11-1997 09-12-1997 27-11-1997 17-03-1999 22-08-2000
US 5180553	A	19-01-1993	DE AT DD DE EP ES GR JP JP	3838448 A1 78176 T 284808 A5 58901842 D1 0369185 A2 2051956 T3 3006010 T3 2091832 C 2257961 A 8004615 B	17-05-1990 15-08-1992 28-11-1990 20-08-1992 23-05-1990 01-07-1994 21-06-1993 18-09-1996 18-10-1990 24-01-1996
US 4259293	Α	31-03-1981	AUCI	JN	
GB 1444184	A	28-07-1976	IT CH DE FR JP NL	1045695 B 608714 A5 2336776 A1 2192800 A1 49132246 A 7310051 A	10-06-1980 31-01-1979 31-01-1974 15-02-1974 18-12-1974 22-01-1974
DE 3917250	Α	13-12-1990	DE	3917250 A1	13-12-1990