



(12) **DEMANDE DE BREVET CANADIEN
CANADIAN PATENT APPLICATION**

(13) **A1**

(22) Date de dépôt/Filing Date: 2019/07/05
(41) Mise à la disp. pub./Open to Public Insp.: 2020/01/09
(62) Demande originale/Original Application: 3 098 409
(30) Priorités/Priorities: 2018/07/06 (CA3,010,832);
2018/10/01 (CA3,019,455)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C13B 50/00* (2011.01),
A23L 2/02 (2006.01), *A23L 2/08* (2006.01),
A23L 27/00 (2016.01), *A23L 33/105* (2016.01),
A23L 33/125 (2016.01), *C13B 20/00* (2011.01),
C13B 20/16 (2011.01), *C13B 25/00* (2011.01),
C13B 30/00 (2011.01)

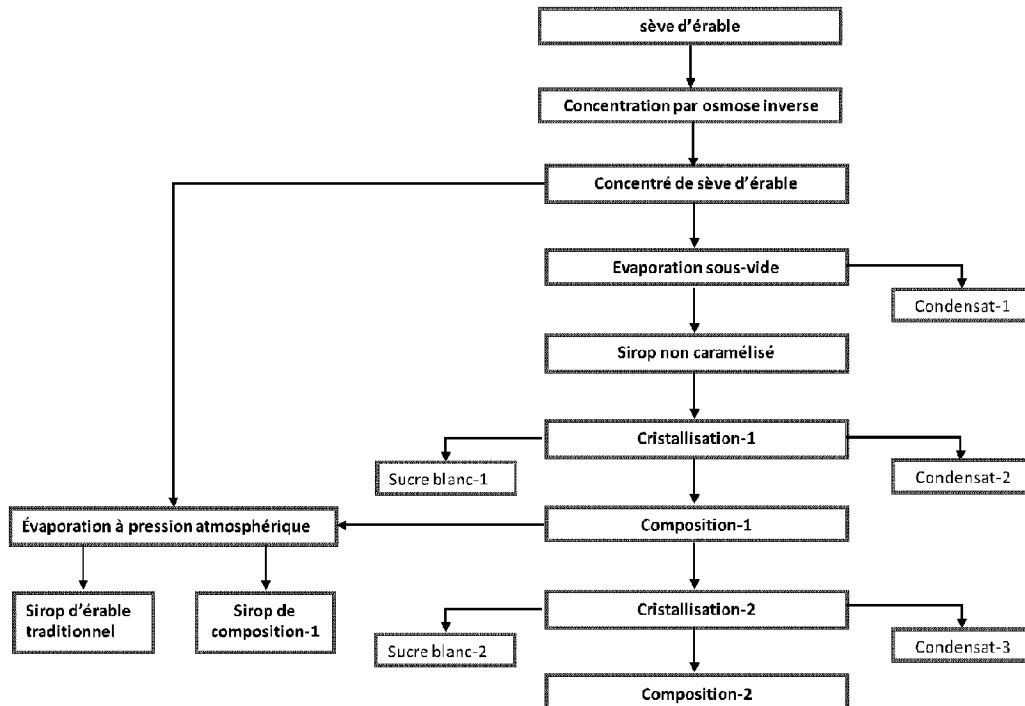
(71) Demandeur/Applicant:
LES TECHNOLOGIES CLDUFOUR INC., CA

(72) Inventeurs/Inventors:
DUFOUR, CLAUDE, CA;
FADI, ALI, CA

(74) Agent: BERESKIN & PARR LLP/S.E.N.C.R.L.,S.R.L.

(54) Titre : COMPOSITIONS A BASE DE SEVE D'ERABLE, DE JUS DE LEGUMES OU DE FRUITS ET LEURS
PROCEDES DE FABRICATION

(54) Title: COMPOSITIONS BASED ON MAPLE SAP, VEGETABLE JUICE OR FRUIT JUICE, AND PROCESS FOR
MANUFACTURING SAME



(57) Abrégé/Abstract:

La présente demande concerne des compositions à base de sève d'érable, de jus de fruits et/ou de jus de légumes ayant une haute valeur ajoutée. La présente demande concerne également les procédés de fabrications de telles compositions qui comprennent l'évaporation sous-vide afin d'obtenir des sirops non-caramélisés.



Abrégé

La présente demande concerne des compositions à base de sève d'érable, de jus de fruits et/ou de jus de légumes ayant une haute valeur ajoutée. La présente demande concerne également les procédés de fabrications de telles compositions qui comprennent l'évaporation sous-vide afin d'obtenir des sirops non-caramélisés.

COMPOSITIONS À BASE DE SÈVE D'ÉRABLE, DE JUS DE LÉGUMES OU DE FRUITS ET LEURS PROCÉDÉS DE FABRICATION

DOMAINE DE LA DIVULGATION

[0001] Les produits de l'érable, des fruits et des légumes sont reconnus pour leur goût et leur composition variée, qui sont de nos jours très recherchés par l'industrie. De plus en plus de produits dérivés de l'érable, des fruits et des légumes sont mis en marché, et de nouvelles innovations sont recherchées régulièrement dans ce domaine. Il était donc de mise de proposer des alternatives aux produits et aux procédés existants par le développement des nouveaux produits à valeur ajoutée ce qui stimule l'activité économique de l'industrie acéricole.

SUMMAIRE DE LA DIVULGATION

[0002] Il a été trouvé que les compositions et procédés de la présente demande permettent de promouvoir les produits d'érable, des fruits et des légumes et plus spécifiquement leurs propriétés organoleptiques dont le goût et la saveur d'érable, des fruits et des légumes par rapport aux produits faits selon les procédés traditionnels de l'érable, des fruits et des légumes. Les procédés de la présente divulgation permettent de rehausser davantage ces propriétés dans un produit ou une préparation qui peut être la base des multitudes de produits dérivés. Le produit ou la préparation obtenue peut servir comme une base pour développer et lancer des produits à plus haute valeur ajoutée comparés aux produits d'érable, des fruits et des légumes présents sur le marché. Ces produits à haute valeur ajoutée possèdent aussi diverses teneurs intéressantes en termes de certains composés par rapport aux produits obtenus à partir des procédés traditionnels. Ces produits à haute valeur ajoutée peuvent offrir des avantages au niveau nutritionnel et au niveau de la santé.

[0003] La présente demande comprend une composition à base de sève d'érable concentrée et comprenant une teneur en polyphénols en mg par g de sucrose d'environ 0,8 à environ 10.

[0004] La présente demande comprend aussi une composition à base de sève d'érable concentrée et comprenant une teneur en manganèse en mg par g de sucrose d'environ 0,05 à environ 0,7.

[0005] La présente demande comprend également un procédé de préparation d'une composition concentrée à base de sève d'érable dans lequel on évapore sous vide une sève d'érable ou un concentré de sève d'érable de façon à obtenir un sirop non caramélisé.

[0006] La présente demande comprend également un procédé de préparation d'une composition concentrée à base de sève d'érable dans lequel on évapore sous vide une sève d'érable ou un concentré de sève d'érable de façon à obtenir un sirop non caramélisé;
on soumet le sirop non caramélisé à une cristallisation de façon à obtenir du sucre et ladite composition concentrée à base de sève d'érable; et
on sépare le sucre de ladite composition concentrée à base de sève d'érable.

[0007] La présente demande comprend aussi un procédé de préparation d'une composition concentrée à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus des légumes, et/ou de concentré de jus des légumes dans lequel on évapore sous vide un jus de fruits, un concentré de jus de fruits, un jus de légumes, et/ou un concentré de jus de légumes de façon à obtenir un sirop non caramélisé.

[0008] La présente demande comprend aussi un procédé de préparation d'une composition concentrée à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus des légumes, et/ou de concentré de jus des légumes dans lequel on évapore sous vide un jus de fruits, un concentré de jus de fruits, un jus de légumes, et/ou un concentré de jus de légumes de façon à obtenir un sirop non caramélisé;

on soumet le sirop non caramélisé à une cristallisation de façon à obtenir du sucre et ladite composition concentrée à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes; et

on sépare le sucre de ladite composition concentrée à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes.

[0009] La présente demande comprend une composition à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes et comprenant une teneur en polyphénols en mg par g de sucrose d'environ 0,8 à environ 10.

[00010] La présente demande comprend aussi une composition à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes et comprenant une teneur en manganèse en mg par g de sucrose d'environ 0,05 à environ 0,7.

BRÈVE DESCRIPTION DES FIGURES

[00011] Les figures suivantes sont présentées à titre d'exemple seulement et ne sont pas limitatives.

[00012] Figure 1 : Procédé selon la présente divulgation pour la production de composition d'érable enrichie.

[00013] Figure 2 : Montage sous vide pour la production de sirop et de composition non caramélisés en laboratoire.

[00014] Figure 3 : Évaporateur Anhydro (à gauche) et Évaporateur APV (à droite) utilisés pour la production de sirop non caramélisé

[00015] Figure 4 : Filtre-presse utilisé pour la filtration du sirop en usine.

[00016] Figure 5 : Cristallisateurs utilisés en usine. Échelle usine pilote (gauche) ; échelle semi-industrielle (droite).

- [00017] Figure 6 : Étapes de cristallisation de sucre du sirop non caramélisé.
- [00018] Figure 7 : Centrifugeuse utilisée en usine pilote pour la séparation de la composition et des cristaux de sucre.
- [00019] Figure 8 : Mini-évaporateur électrique utilisé pour la production du sirop d'érable à l'échelle d'usine pilote.
- [00020] Figure 9 : Description des pré-tests réalisés en laboratoire.
- [00021] Figure 10 : Description des essais réalisés à petite échelle en laboratoire et à l'échelle d'usine pilote en usine.
- [00022] Figure 11 Description des essais réalisés à l'échelle semi-industrielle.
- [00023] Figure 12 : Concentration en polyphénols des différentes compositions produites.
- [00024] Figure 13 : Teneur en principaux ions minéraux dans les compositions produites aux différentes échelles par les deux méthodes de cristallisation thermique et refroidissement.
- [00025] Figure 14 : Profils de composés volatils détectés dans les compositions produites en usine pilote par la méthode de cristallisation par refroidissement.
- [00026] Figures 15A et 15B : Teneur en polyphénols et activité anti-oxydante des différents sirops produits.
- [00027] Figures 16A, 16B et 16C : Teneur en principaux ions minéraux dans les sirops caramélisés produits sur l'évaporateur pilote et non caramélisé produit sur APV.
- [00028] Figure 17 : Profil des composés volatils dans les sirops caramélisés produit sur l'évaporateur pilote.

[00029] Figure 18 : Profil des composés volatils détectés dans les condensats lors de la préparation de la composition par les deux méthodes de cristallisation.

[00030] Figure 19 : Suivi de la concentration en polyphénols dans les différents produits obtenus sur la chaîne de procédé de production de la composition d'érable.

[00031] Figure 20 : Suivi de l'activité anti-oxydante dans les différents produits sur la chaîne de procédé de production de la composition d'érable.

[00032] Figures 21A, 21B et 21C Teneur en principaux ions minéraux des différents produits sur la chaîne de procédé de production de la composition d'érable.

[00033] Figure 22 photos de compositions produites par refroidissement à l'échelle d'usine pilote et semi-industrielle (les fins cristaux sont séparés de composition après congélation).

[00034] Figure 23 Photos de différents produits issus du procédé de fabrication de la composition d'érable et ces dérivés.

[00035] Figure 24 Concentration en polyphénols de différentes compositions produites à partir de jus de cassis.

DESCRIPTION DÉTAILLÉE DE LA PRÉSENTE DIVULGATION

[00036] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent avoir une teneur en polyphénols en mg par g de sucrose d'environ 0,8 à environ 6,0; d'environ 0,8 à environ 4,0; d'environ 1,0 à environ 7,0; d'environ 1,2 à environ 7,0; d'environ 1,4 à environ 5,3; d'environ 2,0 à environ 5,3; d'environ 1,0 à environ 4,0; d'environ 1,0 à environ 2,0; d'environ 1,2 à environ 4,0; d'environ 1,5 à environ 3,8 ou d'environ 2,0 à environ 4,0.

[00037] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent avoir une teneur en phosphore en mg par g de sucrose d'environ 0,02 à environ 0,2 ou d'environ 0,05 à environ 0,2.

[00038] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent avoir une teneur en magnésium en mg par g de sucrose d'environ 0,4 à environ 1,8 ou d'environ 0,6 à environ 1,6.

[00039] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent avoir une teneur en fer en mg par g de sucrose d'environ 0,3 à environ 0,6.

[00040] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent avoir une teneur en manganèse en mg par g de sucrose d'environ 0,02 à environ 0,7.

[00041] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent avoir une teneur en potassium en mg par g de sucrose d'environ 5 à environ 25; d'environ 8 à environ 25 ou d'environ 10 à environ 25.

[00042] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent avoir une teneur en calcium en mg par g de sucrose d'environ 3 à environ 10 ou d'environ 3 à environ 8.

[00043] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent avoir une teneur en manganèse en mg par g de sucrose d'environ 0,05 à environ 0,7; d'environ 0,1 à environ 0,5 ou d'environ 0,2 à environ 0,5.

[00044] Par exemple, les compositions de la présente demande t comprenant une teneur en manganèse en mg par g de sucrose d'environ 0,05 à environ 0,7, peuvent aussi contenir une teneur en magnésium en mg par g de sucrose d'environ 0,3 à environ 1,8 ou d'environ 0,35 à environ 1,8.

[00045] Par exemple, les compositions de la présente demande comprenant une teneur en manganèse en mg par g de sucrose d'environ 0,05 à environ 0,7, peuvent aussi contenir une teneur en phosphore en mg par g de sucrose d'environ 0,02 à environ 0,2 ou d'environ 0,05 à environ 0,2.

[00046] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent être sous forme liquide.

[00047] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent être sous forme solide.

[00048] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent être sous forme de sirop d'érable.

[00049] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent être sous forme de beurre d'érable.

[00050] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent être sous forme de sucre d'érable.

[00051] Par exemple, les compositions de la présente demande peuvent avoir une activité antioxydante d'au moins 7000 ou 7500 Eq. TE, μM ; d'au moins 8000 ou 8500 Eq. TE, μM ; d'au moins 8000 ou 9000 Eq. TE, μM ; d'environ 8000 à environ 20000 Eq. TE, μM ; d'environ 8000 à environ 15000 Eq. TE, μM d'environ 8000 à environ 13000 Eq. TE, μM ou d'environ 10000 à environ 12500 Eq. TE, μM .

[00052] Par exemple, la cristallisation d'un procédé de la présente demande peut être une cristallisation sous vide.

[00053] Par exemple, la cristallisation d'un procédé de la présente demande peut être une cristallisation évaporative.

[00054] Par exemple, la cristallisation d'un procédé de la présente demande peut être une cristallisation thermique.

[00055] Par exemple, la cristallisation d'un procédé de la présente demande peut être une cristallisation par refroidissement.

[00056] Par exemple, dans un procédé de préparation de la présente demande d'une composition concentrée à base de sève d'érable, de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes, on peut caraméliser ladite composition concentrée obtenue de façon à obtenir un sirop caramélisé.

[00057] Par exemple, dans un procédé de préparation de la présente demande d'une composition concentrée à base de sève d'érable, de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes, ladite composition concentrée obtenue peut être soumise à

une autre cristallisation de façon à obtenir du sucre et une autre composition concentrée à base de sève d'érable, de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes. Par exemple, ladite autre composition concentrée obtenue à base de sève d'érable, de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes peut être caramélisée de façon à obtenir un sirop caramélisé.

[00058] Par exemple, le procédé de préparation de la présente demande d'une composition concentrée à base de sève d'érable, de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes peut comprendre en outre un séchage de ladite composition concentrée à base de sève d'érable de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes, ou de ladite autre composition concentrée à base de sève d'érable, de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes.

[00059] Par exemple, le séchage d'un procédé de la présente demande peut être effectué lyophilisation, par atomisation ou dans un four ou un tunnel.

[00060] Par exemple, dans un procédé de la présente demande, on peut évaporer sous vide en utilisant un évaporateur multi-stage.

[00061] Par exemple, dans un procédé de la présente demande, on peut évaporer sous vide ladite sève d'érable, ledit concentré de sève d'érable en récupérant des arômes de ladite sève d'érable et/ou ledit concentré de sève d'érable en utilisant un récupérateur d'arôme.

[00062] Par exemple, dans un procédé de la présente demande, on peut évaporer sous vide ledit jus de fruits, ledit concentré de jus de fruits, ledit jus de légumes, et/ou ledit concentré de jus de légumes en récupérant des arômes de ledit jus de fruits, ledit concentré de jus de fruits, ledit jus de légumes, et/ou ledit concentré de jus de légumes en utilisant un récupérateur d'arôme.

[00063] Par exemple, les fruits référés dans la présente demande peuvent être sélectionnés parmi des bleuets, des canneberges, des mûres, des cassis, des aronias, des fraises, des framboises, des prunes, des pommes, des raisins, des sureaux, des camerises, des litchis, des abricots, des dattes, des cerises, des grenades, des figues, des poires, des pêches, des groseilles, des airelles, des coings, des oranges, des limes, des citrons, des mangues, et des nectarines.

[00064] Par exemple, les fruits référés dans la présente demande peuvent être sélectionnés parmi des bleuets, des canneberges, des mûres, des cassis, des aronias, des fraises, des framboises, des prunes, des pommes, des raisins, des sureaux, et des camerises.

[00065] Par exemple, les fruits référés dans la présente demande peuvent être sélectionnés parmi des bleuets, des canneberges, des mûres et des cassis.

[00066] Par exemple, les légumes référées dans la présente demande peuvent être sélectionnés parmi des artichauts, des olives, des oignons, des pommes de terre, des carottes, des échalotes, des betteraves, des choux, des maïs, des tomates, des pois, des navets, et des rhubarbes.

[00067] Les procédés de la présente demande peuvent comprendre l'enlèvement d'une partie des sucres présents dans le sirop, ce qui permet de rehausser la teneur en composés d'érable, des fruits ou des légumes dans le produit fini « la composition d'érable/de fruits/de légumes». Dans un premier temps, on peut transformer un concentré de sève d'érable, ou un concentré de jus de fruits et/ou de légumes en sirop non caramélisé sur un évaporateur sous-vide. Cette transformation sous-vide et à basse température permet de réduire la dégradation des composés d'érable, de fruits et/ou de légumes présents dans la sève fraîche ou jus frais, d'éviter la caramélisation des sucres et de diminuer le risque de brûler le sirop. Dans un deuxième temps, pour réduire sa teneur en sucre, ce sirop peut subir une extraction de ceux-ci par le moyen d'une cristallisation sous vide jusqu'à obtenir une composition d'érable, de fruits

et/ou de légumes. On obtient alors un liquide enrichi de divers composés propres à l'érable, aux fruits et/ou aux légumes, mais avec une quantité de sucre diminuée. Une composition réduite en sucres mais enrichie en d'autres composés peut être intéressante pour la fabrication de produits à haute valeur ajoutée provenant de l'érable, de fruits et/ou de légumes (polyphénols, arômes, etc). Cela peut ainsi permettre à des personnes ayant un problème de diabète ou autres problèmes reliés à la glycémie de manger des produits de l'érable, des fruits et/ou des légumes en diminuant les risques pour la santé. Il est important de mentionner que les tests de faisabilité ont été fait sans l'ajoute de germe de sucre (semence) dans le sirop sursaturé pour ne pas affecter le goût de produit fini. Bien sûr de tels produits pourraient également être préparés en ajoutant un germe de sucre (« seeding ») or semence, mais les produits ainsi obtenus peuvent être moins intéressants en terme de leur teneur en sucre. Le plan du procédé exemplaire de fabrication de la composition d'érable est présenté par la figure. 1. L'homme de l'art comprendra que ce plan peut également s'appliquer au traitement de jus de fruits, au concentré de jus de fruits, au jus de légumes, et au concentré de jus de légumes. En fait, l'homme de l'art comprendra que tous les procédés, méthodes, schémas et techniques décrites dans la présente demande en référence aux produits de l'érable sont applicables au de jus de fruits, au concentré de jus de fruits, au jus de légumes, et au concentré de jus de légumes. En fait, dans tous les procédés, méthodes, schémas et techniques décrites dans la présente demande, on peut remplacer le produit de départ sève d'érable ou concentré de sève d'érable (ou différentes compositions d'érable ou à base d'érable) par jus de fruits, concentré de jus de fruits, jus de légumes, et/ou concentré de jus de légumes.

[00068] Par exemple, la présente divulgation comprend l'utilisation d'une composition telle que définie dans la présente divulgation à titre de rehausseur de saveur ou d'arôme.

[00069] Par exemple, la présente divulgation décrit l'utilisation d'une composition obtenue par un procédé tel que défini dans la présente divulgation à titre de rehausseur de saveur ou d'arôme.

[00070] Par exemple, le procédé peut comprendre en outre, après avoir séparé ledit sucre de ladite composition concentrée, une dilution de ladite composition concentrée afin d'obtenir un rehausseur de saveur ou d'arôme.

[00071] Par exemple, ladite composition concentrée peut être diluée avec de l'eau.

[00072] Des essais ont été divisés en différentes parties, pour maîtriser le procédé sous différentes échelles. Dans un premier temps, des pré-tests ont été réalisés en laboratoire, pour voir la faisabilité et adapter la stratégie à suivre. Suite à ces pré-tests, deux méthodes de cristallisation principales ont été réalisées en laboratoire, soit la méthode de cristallisation par sursaturation thermique et la méthode de cristallisation par refroidissement. Ces essais ayant tous deux montré des résultats positifs, ceux-ci ont été reportés en usine à l'échelle pilote. Les tests sur cette échelle ont montré de meilleurs résultats avec la cristallisation par refroidissement, qui a été appliquée à grande échelle semi-industrielle pour la production d'un plus grand volume de première composition (composition-1). Une partie de cette composition a été recristallisée à l'échelle pilote pour produire une deuxième composition (composition-2). Ensuite, une deuxième partie de la composition-1 a été utilisée pour produire un sirop caramélisé de composition d'érable sur un évaporateur traditionnel. Ce dernier a été comparé avec un sirop d'érable de référence produit à partir du même concentré original utilisé pour la production de composition-1. Il est bien sûr possible d'effectuer la méthode de cristallisation par sursaturation i.e. avec l'ajout de germe de sucre (semence de cristallisation).

Les objectifs principaux du projet étaient les suivants :

[00073] Évaluer la faisabilité de produire une composition non caramélisée à partir de la sève d'érable (concentré).

[00074] Fournir un prototype de produit obtenu.

[00075] Tracer un portrait des caractéristiques de cette composition.

[00076] Évaluer les caractéristiques de produits dérivés de la composition d'érable.

[00077] Présenter une preuve de concept sur la production de la composition d'érable à partir d'un concentré de sève d'érable

MÉTHODOLOGIE

1. ÉCHANTILLONNAGE

[00078] Le demandeur a fourni à l'équipe du Centre ACER des volumes de concentrés de sève et de sirop d'érable. Ces produits ont été récoltés par le demandeur chez un producteur acéricole vers la fin de la saison 2017. La liste des produits reçus sont présentés dans le Tableau 1. Les produits ont été congelés à -18 °C jusqu'à leurs utilisations. Les concentrés ont été subdivisés en trois fractions, utilisées pour différents segments de tests réalisés en laboratoire, en usine pilote et à grande échelle.

Tableau 1 Liste des concentrés et sirops collectés et fournis par le client

Date de collecte	Produit	Volume (L)	Brix (%)	Nombre de contenant
23-04-2017	Concentré -1	108	20	27 de 4L
26-04-2017	Concentré -2	132	20	Grand nombre de 4 L
27-04-2017	Concentré -3	140	19	
28-04-2017		320	18	21 de 20L
28-04-2017	Sirop	9	66	2 de 4L

2. MONTAGE EXPÉRIMENTAL

[00079] Lors des essais en laboratoire et usine pilote, différents instruments ont été utilisés pour le suivi des caractéristiques de produits et les paramètres de procédé, tel qu'indiqué au Tableau 2.

Tableau 2 Instruments utilisés pour le suivi du procédé

Mesure	Nom de l'instrument	Marque et Modèle
Suivi du °Brix	Réfractomètres manuels	Fisher intervalle 0-32 °Brix; Fisher intervalle 28-52 °Brix; Fisher intervalle 45-82 °Brix
	Réfractomètres électroniques	Reichart 0-95 °Brix Atago 0-85 °Brix
Suivi des températures	RTD	General DT80-2
Mesure de vide	Manomètre de pression	0 – 30 Po de mercure

2.1. PRODUCTION DE SIROP EN LABORATOIRE

[00080] Des pré-tests ont été effectués pour la production de sirop d'érable non caramélisé (sous vide) à l'échelle laboratoire. Des contenants de concentré-1 à 20 °Brix ont été décongelés et utilisés. De même, des volumes de sirop dilués à 20 °Brix ont été utilisés pour évaluer l'effet de la matrice du sirop sur la saturation du sucre. Le dispositif expérimental consiste en un erlenmeyer de 2 L, déposé sur une plaque chauffante (Corning, PC-101). Cet erlenmeyer sert de cuve de cuisson du liquide traité, sous vide, avec une agitation magnétique. Un autre erlenmeyer de 0,5 L ou de 1 L était connecté au premier et au vide afin de récupérer le condensat de vapeur. Le vide utilisé variait de 18 à 22 po Hg dépendant de son utilisation ailleurs dans la bâtisse. Un RTD était plongé dans le liquide afin de suivre la température d'ébullition tout au long de l'essai.

[00081] Le sirop dilué ou le concentré ont été chauffés sous vide jusqu'à l'obtention du sirop non caramélisé à 66 °Brix qu'il a été filtré sous vide sur filtre Buschner 40 µm (filtre de papier VWR #417). Le Tableau 3 représente les conditions de production des sirops en laboratoire.

Tableau 3 Description des conditions de production de sirop réalisées en laboratoire

Matière première	°Brix de départ	Température de Chauffage (°C)	Vide appliqué (po Hg)	Méthode de filtration
Sirop dilué avec de l'eau	20,4	71,5	21,5	Aucune
Concentré de sève	23,8	72,4	18,8	Filtre Buschner sous vide

[00082] Ces tests ont permis de déterminer les conditions préliminaires de production de sirop sous-vide, ainsi que de tester le dispositif devant servir aux essais de cristallisation.

2.2 PRODUCTION DE COMPOSITION

[00083] La composition a été produite à partir de sirop non caramélisé à 66°Brix obtenu dans différents tests effectués à petite ou à grande échelle. Une cristallisation spontanée a été déclenché sans l'ajout de germe de sucre à la masse-cuite pour ne pas affecter le goût de produit fini (composition). Puis, le développement des cristaux a été effectué selon les deux types de cristallisation testés : soit par une sursaturation thermique ou par le refroidissement. L'objectif de tester ces deux méthodes est d'examiner l'effet de la température de cristallisation sur le goût et les caractéristiques du produit fin. Pour ces deux méthodes, plusieurs tests ont été réalisés sous différentes conditions en fonction de l'objectif de chacun.

PRODUCTION DE COMPOSITION EN LABORATOIRE

[00084] La sursaturation thermique a été réalisée avec le même montage que celui utilisé pour faire le sirop non caramélisé en laboratoire. Le sirop non caramélisé a été chauffée sous vide et sous agitation jusqu'à atteindre un °Brix ciblé entre 78 et 86%. Les essais de cristallisation par le refroidissement consistaient à refroidir la solution saturée jusqu'à 40°C. Deux modes de

7037565

refroidissement ont été utilisés. Le premier consistait à refroidir la masse cuite à la température de la pièce, alors que le deuxième a été réalisé sous des conditions contrôlées. La température est baissée graduellement de 3°C par 15 minutes à l'aide un béccher plongé dans un bain-marie pendant 3,5 h. La masse cuite a été brassée en continu tout au long de la durée de refroidissement à l'aide d'un agitateur inséré dans le béccher.

Les cristaux de sucres ont été séparés de la composition à l'aide d'une centrifugeuse de laboratoire équipée d'un de deux types de rotors selon le volume de liquide à traiter. Dans certains cas, il a été nécessaire d'hydrater la solution de composition sursaturée avec un peu d'eau déminéralisée pour permettre la séparation des cristaux. Les conditions de cristallisation testées lors des essais réalisés en laboratoire sont présentées dans le Tableau 4.

Tableau 4 Description des conditions de production de composition réalisées en laboratoire

Cristallisation	°Brix sursaturation	Température de chauffage (°C)	Vide (po Hg)	Température de refroidissement (°C)	Mode de centrifugation testée
Thermique	83	76,4-90	17-22	72	Forte : 2 fois 15min/5000rpm
Refroidissement	78	75,1	21	39,6	Modérée : 1min/200rpm puis 5 min/1500 rpm

2.3. PRODUCTION DE SIROP EN USINE PILOTE ET À GRANDE ÉCHELLE

[00085] Les chaudières de concentrés 2 et 3 ont été décongelées à 4°C pendant 24h, puis transférées dans un bassin d'eau tiède jusqu'à leur décongélation complète. Ces concentrés ont été transformés en sirop d'érable non caramélisé sur un petit évaporateur sous vide (Anhydro, SPX, Denmark) (Figure 3) à l'échelle d'usine pilote, puis sur un évaporateur à plaque (APV junior, Crepaco, Denmark) (Figure 3) à la échelle semi-industrielle. Tous les sirops produits ont été filtrés à l'aide d'un filtre-presse à plaque (10 plaques) sans ou avec terre diatomée, selon le cas (Figure 4). Les conditions de

production des sirops non caramélisés aux deux échelles testées sont présentées dans le Tableau 5.

Tableau 5 Description des conditions de production de sirop non caramélisé produits en usine pilote

Évaporateur utilisé	Température chauffage (°C)	de	Vide appliqué (po Hg)	Méthode de filtration
Anhydro	49		16	Filtre à plaque; 5 plaques
APV	42		25	Filtre à plaque; 8 plaques

2.4. PRODUCTION DE COMPOSITION EN USINE

[00086] En usine pilote, deux types d'équipements ont été utilisés pour la production de composition d'érable à partir de sirop non caramélisé, soit un petit cristallisateur pilote d'une capacité de 20L (Groen, TDC/2/RA-20, États-Unis) à l'échelle d'usine pilote, et un grand cristallisateur d'une capacité de 200L (Goavec S.A, France) pour la production de composition à l'échelle semi-industrielle (Figure 5). Ces équipements permettent d'effectuer la sursaturation du sirop et déclencher la cristallisation par une évaporation sous vide. Ils possèdent une chemise à double paroi qui permet de chauffer le sirop par la circulation de vapeur ou de l'eau chaude. Cette chemise peut aussi être utilisée pour refroidir la masse-cuite en y circulant de l'eau froide. Ils sont équipés d'un mélangeur pour assurer l'homogénéité de la solution durant le processus de cristallisation. Dans tous les cas, le sirop 66°Brix a été chauffé jusqu'à sursaturation, à un °Brix variant entre 78 et 85%, pour ensuite être refroidi entre 37 et 72 °C selon la méthode de cristallisation utilisée.

[00087] La cristallisation thermique a été réalisée en augmentant le °Brix du sirop non caramélisé jusqu'à la sursaturation en sucre. À l'apparition d'une quantité suffisante de cristaux dans la masse cuite, le vide a été enlevé, puis, la température de la solution a été diminuée jusqu'à 70°C pendant 1 à 1,5 heures (figure.6). Les cristaux ont par la suite été séparés par centrifugation. La sursaturation par refroidissement a été effectuée en augmentant le °Brix de

la solution jusqu'à l'apparition des noyaux de cristaux de sucre puis la solution a été refroidie graduellement à 40°C pendant 4 à 17 heures. Cette diminution de température permet de maintenir la sursaturation de la solution et la cristallisation à une température moins élevée. .

[00088] La centrifugation de la masse cuite a été réalisée sur une centrifugeuse à panier (Western states, États-Unis) équipée avec des filtres de taille variant entre 0,25 et 100 µm. L'efficacité de la centrifugation dépend à la fois de la taille du filtre utilisé, du volume de masse cuite à centrifuger et de la taille des cristaux de sucre. Différents filtres ont été testés puisqu'ils bloquaient si la taille des cristaux obtenus est proche de celle du filtre utilisé, tel qu'illustré dans la photo-3 de la Figure 7.

[00089] Dans certains cas, de l'eau déminéralisée a été ajoutée à la masse cuite, soit pendant son refroidissement, soit avant sa centrifugation, pour diminuer sa viscosité et faire fondre les fins cristaux de sucre. Plusieurs modalités de centrifugation ont été essayées afin de séparer la composition des cristaux avec les filtres disponibles. D'abord, la centrifugation s'est mieux déroulée en traitant un volume de moins d'un litre à la fois. Puis, la distribution de la masse cuite sur le filtre a été assurée en alimentant la centrifugeuse à basse vitesse (200 rpm) pendant une minute. La vitesse de centrifuge est montée aux différents hauts niveaux | Les conditions de production des compositions-1 et 2 aux échelles d'usine pilote et semi-industrielle sont présentées dans le Tableau 6.

Tableau 6 Description des conditions de production de composition en usine pilote selon les deux méthodes testées

Échelle	°Brix sursaturation	Température de chauffage (°C)	Vide appliqué (po Hg)	Refroidissement		Centrifugation
				Température (°C)	Temps (h)	
Usine pilote	82-85	74,5	19-20	70	1,0 à 1,5	2000 à 2500 rpm, 40 min
Usine pilote	78	66-75	19-20	41	4	

Grande échelle	80	79	19	37	17,0	1800 rpm; 15 min
----------------	----	----	----	----	------	------------------

[00090] Le rendement de la composition-1 (grande échelle) varie de 30 à 33% du volume de sirop non caramélisé. Cette composition a subi une deuxième phase de cristallisation (composition-2) à l'échelle pilote, pour un rendement d'environ 22,4% du volume de la composition-1. Ces rendements seraient probablement plus élevés si une centrifugeuse spécifique conçue pour la séparation des cristaux de sucre était utilisée. Ces rendements ont été largement affecté par le succès de séparation des cristaux lors la centrifugation. Une étude subséquente est prévue pour optimiser la cristallisation et améliorer la performance de centrifugation.

2.5. PRODUCTION DE SIROP TRADITIONNEL (CARAMÉLISÉ)

[00091] Des volumes de concentré de sève (concentré-3) et des compositions-1 et 2 produites à partir de ce même concentré ont été utilisés pour produire du sirop d'érable selon la méthode utilisée pour produire un sirop d'érable traditionnel. Ces sirops ont été produit sur un mini-évaporateur pilote disponible au Centre ACER. Le concentré de sève a été décongelé pendant 24 h dans un système de décongélation disponible au Centre ACER. Il a ensuite été pré-filtré à l'aide d'une pré-filtre acéricole #7 de façon à éliminer les particules grossières pouvant se retrouver à l'intérieur. La composition étant beaucoup plus concentrée et se décongelant plus rapidement, celle-ci a été décongelée au frigo à 4°C durant une nuit. Ensuite, elle a été diluée avec de l'eau déminéralisée jusqu'à atteindre le même °Brix que le concentré (22°Brix). La solution a été homogénéisé à l'aide d'un agitateur à air comprimé.

[00092] Chaque solution a été transférée dans le mini-évaporateur électrique disponible au Centre ACER (Figure-8). Cet évaporateur pilote est composé de trois casseroles à plis et trois casseroles à fond plat. Il fonctionne sur le même principe physique que les évaporateurs industriels de sève d'érable, soit par différence de niveau, et possède des systèmes de contrôle et

d'acquisition de données pour différents paramètres de procédés (température de préchauffage, hauteur de liquide, température de chauffage, température de liquide, débit d'alimentation). Les sirops d'érable faits à partir du concentré et de la composition ont été produits sous les mêmes conditions de chauffage, avant d'être filtrés sous pression à l'aide d'un filtre-presse à plaque vertical avec de la terre diatomée.

3. PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL

[00093] Le protocole expérimental visait à faire des prétests et des essais en laboratoire, ainsi des tests de validation en usine expérimentale aux deux échelles (usine pilote et grande échelle). Au cours des essais, celui-ci a été ajusté en fonction des résultats obtenus. Les plans de différents essais réalisés sur les différentes échelles sont présentés par les figures 9, 10 et 11.

4. PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE

[00094] Des échantillons de concentrés, de sirops non caramélisé, de composition-1 et de composition-2 ont été prélevés selon le test effectué. Lors de la cristallisation du sirop, si l'équipement utilisé permettait de récupérer le condensat pur indépendamment de l'eau froide, les condensats de vapeur ont été prélevés. Ces échantillons ont été congelés rapidement pour être analysés par la suite au laboratoire du Centre ACER. Les analyses visaient à tracer un portrait de la composition chimique des différents produits et sous-produits obtenus dans les tests réalisés. Il s'agissait de déterminer la composition chimique (teneur en sucre, en minéraux et en polypolyphénols totaux), les propriétés physicochimiques (pH, °Brix, conductivité électrique), les propriétés sensorielles (saveur et couleur), le profil des composés volatils (arôme) et les propriétés biologiques (activité anti-oxydante).

[00095] La couleur des produits a été déterminée par la mesure de leurs transmission à la lumière à 560 nm. Leurs saveurs ont été évaluées par les classificateurs de sirop d'érable de la division Acer inspection du Centre ACER. Trois inspecteurs devaient goûter à l'aveugle chacun des échantillons pour lui

donner une note de goût et évaluer la présence de défauts de saveur, puis décider par consensus de la note finale à lui attribuer.

[00096] Les profils de composés volatils dans la composition, les condensats et les sirops d'érable produits dans ce projet ont été déterminés par GC/MS après extraction SPME en mode espace de tête (Sabik et al., 2012). La fibre utilisée pour ces tests est une fibre DVB-CAR-PDMS. L'activité anti-oxydante a été mesurée selon la méthode ORAC et exprimée en (1 Eq.TE, μM), qui signifie μmol équivalent en Trolox par litre. La détermination du profil des ions minéraux et la mesure de l'activité anti-oxydante de certaines fractions ont été réalisées par des laboratoires externes. Le sommaire des échantillons prélevés et les analyses prévues est présenté dans le Tableau 7.

Tableau 7 Sommaire des analyses prévues en fonction du produit échantillonné

Produit	Analyse prévues									
	Brix	pH	Conductivité électrique	Profil des sucres	Profil des minéraux	Phénols totaux	Transmission lumière (%)	Profil aromatique	Analyse sensorielle	Activité anti-oxydante
Concentré ou sirop dilué	✓ 9	✓ 9	✓ 9	✓ 3	✓ 3	✓ 3	✓ 2	x	x	x
Sirop non caramélisé	✓ 7	✓ 7	✓ 7	✓ 2	✓ 2	✓ 4	✓ 7	✓ 1	x	✓ 1
Composition-1 et -2	✓ 9	✓ 9	✓ 9	✓ 3	✓ 3	✓ 5	✓ 8	✓ 2	x	✓ 2
Sirop caramélisé	✓ 2	✓ 2	✓ 2	✓ 2	✓ 2	✓ 2	✓ 2	✓ 2	✓ 2	✓ 2
Condensat-1,-2 et -3	x	x	x	x	X	x	x	✓ 3	x	x
Nombre total d'analyse	27	27	27	10	10	14	19	8	2	5

5. MATIÈRE PREMIÈRE

[00097] Les moyennes de caractéristiques physico-chimiques et de la composition des trois lots de concentrés utilisés dans ce projet sont présentées dans le Tableau 8. Les variations démontrent que les différents lots de concentrés ont des niveaux comparables en °Brix, en pH et en conductivité

électrique. Ils ont des faibles teneurs en sucres invertis (glucose et fructose) inférieure à 0,2%. La teneur moyenne en saccharose est 19,13% qui correspond à une pureté de 88% du saccharose par rapport aux solides totaux (°Brix).

Tableau 8 Caractéristiques physicochimiques et teneur moyenne en sucre des concentrés utilisés

Paramètre		Moyenne	Écart type	Min	Max
Caractéristiques physicochimiques	Brix (%)	21,7	2,0	18,9	23,6
	Conductivité électrique ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	2305	148	2180	2470
	pH	7,41	0,42	6,94	7,94
Teneur en sucre	Saccharose (%)	19,13	2,43	17,41	20,85
	Glucose (%)	0,08	0,07	0,04	0,13
	Fructose (%)	0,05	0,04	0,02	0,07

[00098] Les concentrations des principaux ions minéraux retrouvés dans les concentrés utilisés sont présentés dans le Tableau 9.

Tableau 9 Teneur en minéraux retrouvés dans le concentré utilisé

Minéraux	K	Ca	Mg	Mn	P	Zn	Al	Na
Teneur (mg/kg)	911	725	68,8	40,7	10	2,1	1,15	0,80

[00099] Les données montrent que le potassium (K), le calcium (Ca), le magnésium (Mg) et le manganèse (Mn) sont les minéraux les plus présents dans les concentrés utilisés. Le phosphore (P), le zinc (Zn), l'aluminium (Al) et le sodium (Na) sont présents en plus faible concentration. Des quantités négligeables de cuivre (Cu), de fer (Fe) et de cobalt (Co) ont été détectées.

L'ensemble des données obtenues montre que les concentrés utilisés dans cette étude présentent les caractéristiques typiques d'un concentré de sève d'érable. Ce profil permet de suivre la variation de la teneur en ces ions minéraux dans la composition et les produits dérivés.

[000100] Du jus de fruits, du jus de légumes, du concentré de jus de fruits, et/ou du concentré de jus de légumes peuvent aussi être utilisés comme matière première pour les procédés de cettedemande.

[000101] Par exemple, le jus de fruits peut être le jus de bleuets. Le jus de bleuets a typiquement une teneur calorique de 45 calories par 100g de jus provenant du sucre, équivalente à une concentration en sucre de 11.3g par 100g de jus, donc 11.3 °Brix. Teneur calorique de sucre est 398 calories par 100g de sucre.

6. SIROP NON CARAMÉLISÉS

[000102] Les caractéristiques moyennes des sirops non caramélisés produits sous-vide à partir des concentrés de sève à l'échelle laboratoire et usine pilote sont présentées dans le Tableau 10. Ces caractéristiques sont comparables aux caractéristiques d'un sirop d'érable standard (FPAQ, 2014, Van den Berg et al 2015). Tous les sirops ont des niveaux comparables de °Brix, de pH et de conductivité électrique. La teneur moyenne en saccharose dans ces sirops non caramélisés est de 62,9% qui correspond à une pureté de 94% du saccharose par rapport aux solides totaux (°Brix).

[000103] Par conséquent, la transformation du concentré en sirop non caramélisé permet d'améliorer la pureté du saccharose et aide par conséquent la cristallisation. La concentration en polyphénols totaux dans les sirops produits sous-vide dépend de leur concentration dans le concentré de départ. Les polyphénols se sont toujours concentrés selon le même facteur de concentration du °Brix entre le concentré et le sirop.

Tableau 10 Caractéristiques moyennes des sirops produits en laboratoire, à l'échelle usine pilote et semi-industrielle

Paramètre		Moyenne	Écart type	Min	Max
Caractéristiques physicochimiques	Brix (%)	66,6	1,8	64,6	68,2
	Conductivité électrique ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	251	38	214	297
	pH	8,0	0,23	7,7	8,3
	Transmittance (%)	41	37	11,9	89,2
Teneur en sucre	Saccharose (%)	62,89	0,93	62,24	63,55
	Glucose (%)	0,26	0,23	0,10	0,42
	Fructose (%)	0,14	0,12	0,05	0,23
Polyphénols	Équivalent acide gallique (ppm)	260,3	N.A	N.A	N.A
Activité anti-oxydante	Concentration Eq. TE, μM	5432	N.D.	N.D.	N.D.

[000104] Des variations importantes (min vs max) sont observées pour la transmittance des sirops produits aux différentes échelles. La transmittance du sirop produit à l'échelle semi-industrielle était beaucoup plus faible (12%) que celle du sirop produit à l'échelle d'usine pilote (51%). Par conséquent, le sirop non caramélisé produit à l'échelle semi-industrielle était beaucoup plus foncé. Il est possible que cette différence résulte d'une dégradation de la qualité des concentrés lors de la longue durée de décongélation des grandes chaudières de 20L qu'elles contiennent ces concentrés, ou encore que ce soit relié au type de chauffage dans les deux équipements utilisés. Le sirop non caramélisé possède une capacité anti-oxydante proche de celle d'un jus de pomme (4140 Eq. TE, μM) et inférieure à celle d'un jus de bleuet (23590 Eq. TE, μM) (Haytowitz et Bhagwat, 2010).

7. COMPOSITION D'ÉRABLE

[000105] Différentes modalités de cristallisation et de séparation des cristaux de sucre ont été testées pour la production de composition à partir de sirop non caramélisé sur les différentes échelles de production. Les effets des principales modalités explorées sont présentés dans les prochaines sections.

7.1. EFFET MÉTHODE DE CRISTALLISATION

7.1.1. CARACTÉRISTIQUES PHYSICOCHIMIQUES

[000106] Les deux méthodes de cristallisation, par sursaturation thermique et refroidissement, ont été testées pour la production de composition aux trois échelles (laboratoire, usine pilote et grande échelle). Les principales caractéristiques physicochimiques des compositions produites selon les deux méthodes sont présentées dans le Tableau 11.

[000107] Les compositions produites par sursaturation thermique et refroidissement se ressemblent beaucoup au niveau du °Brix et du pH. Il y a cependant, des différences présentes au niveau de la conductivité électrique et de la transmission de la lumière des échantillons. À l'échelle de laboratoire, la composition produite par sursaturation thermique présente une transmission élevée et une faible conductivité. Ce résultat pourrait être expliqué par l'ajout d'un petit volume d'eau pour aider à la séparation des cristaux par centrifugation en laboratoire. D'un point de vue général, ces deux paramètres varient un peu selon la méthode de cristallisation et l'échelle de production utilisée.

Tableau 11 Caractéristiques physicochimiques des compositions produites aux différentes échelles selon les deux principales méthodes de cristallisation

Méthode de Cristallisation et échelle de production	Caractéristiques physicochimiques			
	Brix (%)	Conductivité électrique (μ S/cm)	pH	Transmission (%)
Labo_Thermique	71,9	131	8,30	42,1
Labo_refroidissement	69,4	244	8,36	3,5

Usine pilote_ thermique	68,9	287	8,34	0,2
Usine pilote_ refroidissement	69,4	282	10,23	0,4
Semi-industriel_ refroidissement	70,1	254	8,56	0,4
Usine pilote_ refroidissement-2	72,9	324	8,57	0,0

Refroidissement-2 désigne la deuxième cristallisation pour la production de la composition-2.

[000108] Les différences semblent plutôt liées à l'efficacité de séparation des cristaux de sucre par centrifugation. Si la composition obtenue est plus riche en fins cristaux de sucre, ceux-ci passent à travers les mailles du filtre utilisé et dévient les rayons de la lumière, ce qui donne une transmission plus faible (Figure 22).

[000109] En fait, les essais ont montré que la cristallisation du sucre par refroidissement semble plus appropriée, mais qu'elle produit beaucoup plus de fins cristaux. Le nombre limités d'essais n'a pas permis d'optimiser la durée d'agrandissement des cristaux formés lors de la cristallisation par sursaturation et par refroidissement. Ce point serait important à investiguer afin d'améliorer la séparation lors de la centrifugation, ce qui devrait rendre la composition produite plus claire. Pour ce qui est de la composition-2, produite par une deuxième phase de cristallisation, par rapport à la composition-1 obtenue à grande échelle, les deux compositions ont des caractéristiques physicochimiques similaires, sauf pour ce qui est de la conductivité électrique, qui est de 1,3 fois plus élevée dans la composition-2.

7.1.2. TENEUR EN POLYPHÉNOLS

[000110] La teneur en polyphénols totaux dans les compositions produites aux différentes échelles est présentée par la Figure 12. Les résultats démontrent que la concentration en polyphénols est similaire dans les compositions produites par les deux méthodes de cristallisation pour les deux

essais en laboratoire et les deux essais à l'échelle d'usine pilote. Par la suite, la teneur augmente pour la composition produite à l'échelle semi-industrielle pour hausser à nouveau dans la composition-2. La concentration en polyphénols de la composition semble avoir tendance à augmenter avec l'échelle de production. Cette augmentation est sûrement reliée à la différence de la durée de cristallisation en fonction du volume traité.

7.1.3. TENEUR EN MINÉRAUX

[000111] Les teneurs en principaux ions minéraux dans les compositions produites aux différentes échelles testées sont présentées à la Figure 17. En général, on constate que le potassium (K), le calcium (Ca), le magnésium (Mg) et le manganèse (Mn) sont présents en plus grande quantité. On retrouve également des quantités non négligeables de phosphore (P), sodium (Na) et zinc (Zn). En proportion plus faible, on retrouve l'aluminium (Al), le bore (B), le cuivre (Cu), le fer (Fe) et le nickel (Ni).

[000112] Si l'on compare l'effet de cristallisation par sursaturation thermique vs par refroidissement, on constate que les compositions produites par refroidissement aux échelles laboratoire et usine pilote ont des teneurs un peu supérieures. Les différences moyennes les plus importantes sont au niveau des teneurs en calcium (Ca) (2,6 fois plus élevés), suivies de celles en manganèse (Mn) et en zinc (Zn) (1,3 fois plus élevés). Les teneurs en aluminium (Al), en cuivre (Cu) et en fer (Fe) sont inférieures de près de 0,6 fois. Les autres minéraux sont similaires entre les deux types de cristallisation. La teneur totale des ions minéraux dans la composition produite par refroidissement est de 1,3 fois plus élevée que dans celle produite par sursaturation thermique. Il semble donc qu'une partie des minéraux se précipite dans les cristaux de sucre lors de la cristallisation par sursaturation thermique. Par conséquent, la cristallisation par refroidissement permet de maintenir plus des ions minéraux dans la composition produite.

[000113] Par la suite, les teneurs en ions minéraux dans les compositions produites par refroidissement à l'échelle d'usine pilote et l'échelle semi-industrielle ont été comparé. La composition produite à l'échelle semi-

industrielle est plus riche en certains ions minéraux, comme le fer (Fe) (6,9 fois), le cuivre (Cu) (5,7 fois), le phosphore (P) (3,3 fois) et le manganèse (Mn) (2,6 fois). Cette augmentation est probablement liée à la fois à la durée de cristallisation plus longue, et à la centrifugation de plus petit volume à la fois.

[000114] Par ailleurs, la seconde cristallisation par refroidissement utilisée pour la production de la composition-2 a permis d'hausse la teneur de tous les minéraux de 2 à 3 fois tel qu'illustré à la figure. 13. Par conséquent, la teneur totale des ions minéraux dans la composition-2 est 2,1 fois plus élevée que dans la composition-1.

Suite aux résultats obtenus, il est possible de tirer les grandes tendances suivantes :

[000115] Les compositions produites par les deux méthodes de cristallisation ont des caractéristiques physicochimiques comparables.

[000116] La méthode de cristallisation par refroidissement permet de retenir plus d'ions minéraux divalents comme le calcium, le manganèse et le zinc dans la composition d'érable, des fruits et des légumes que la méthode par sursaturation thermique.

[000117] La teneur en polyphénols et en minéraux dans la composition s'améliore avec l'échelle de production.

[000118] La seconde cristallisation (composition-2) permet d'hausser davantage la concentration de polyphénols et de tous les minéraux.

7.2. EFFET TYPE DE COMPOSITION

7.2.1. TENEUR EN SUCRES

[000119] La teneur en sucre dans les compositions obtenues comparativement au sirop non caramélisé est présentée dans le Tableau 12.

Tableau 12 Teneur en sucre dans le sirop non caramélisé et les compositions obtenues par refroidissement à l'échelle d'usine pilote et semi-industrielle

Échelle de production	Brix (%)	Sucre (%)			Composés non sucrés (%)
		Saccharose	Glucose	Fructose	
Sirop non-caramélisé	68,1	63,55	0,42	0,23	3,88
Semi-industrielle_composition-1	70,1	64,22	0,49	0,20	5,19
Usine pilote_composition-2	72,9	60,04	0,99	0,38	11,49

[000120] Il est possible de constater que la teneur en saccharose, en glucose et en fructose dans la composition-1 n'a pas vraiment changé par rapport au sirop non caramélisé. Par-contre, la deuxième phase de cristallisation a ramené ces valeurs à un niveau de près de 2 fois plus élevé que dans la composition-1, tandis que le saccharose a légèrement diminué. En comparant le total des sucres avec le °Brix de la composition, il apparaît que la teneur en composés non sucrés augmente de 2,2 fois dans la composition-2 alors qu'elle avait augmenté seulement de 1,3 fois dans la composition-1 par rapport au sirop non caramélisé. La teneur de saccharose a diminué davantage dans la composition-2 ce qui a amené à une baisse de sa pureté jusqu' à 82%. Ces résultats montrent que la seconde cristallisation permet d'extraire davantage de sucres que la première cristallisation.

7.2.2. PROFIL DES COMPOSÉS VOLATILS

[000121] Les profils de composés volatils détectés dans les deux compositions produites par la méthode de cristallisation par refroidissement sont présentés à la Figure. 14. Les pics correspondant aux principaux vingt composés volatils détectés dans le profil de la composition d'érable ont été identifiés par leur temps de rétention. La variation de l'aire de ces pics permet de suivre l'évolution de la concentration des composés correspondants dans les différents produits obtenus.

[000122] Les deux principaux composés volatils présents dans le sirop non caramélisé sont le pic 13 et le pic 16. L'aire du pic correspondant au composé

13 est de 4 fois celui du composé 16. En comparant le profil du sirop non caramélisé et de la composition-1, on constate une forte diminution de la concentration du principal composé (13) de 70%. Également, une grande diminution a été enregistré pour les composés 7, 14 et 20. D'un autre côté, les teneurs en composés 16 et 19 restent similaires au sirop non caramélisé, alors que l'aire des pics correspondant aux composés 11 et 12 a augmenté de 2,2 fois en moyenne. Une accentuation des pics des composés 6, 10 et 17 a aussi été remarquée dans le profil de la composition-1. Par conséquent, l'aire des pics correspondant aux composés 13 et 16 devient similaire dans la composition-1, alors que le composé 16 est beaucoup plus faible dans le sirop non caramélisé comme mentionné au-dessus. Ce changement de rapport comparativement au sirop non caramélisé peut affecter la perception des goûts de ces deux produits.

[000123] Des variations sont aussi observées dans les teneurs de composés volatils entre la composition-1 et la composition-2. Il y a une diminution de l'aire des pics correspondant aux deux principaux composés (13 et 16) dans la composition-2 de près de 1,7 fois. Il y a une quasi disparition de deux composés (11 et 20). Par contre, il y a une forte augmentation des pics des composés 1, 2, 3 et 5. D'autres composés comme le 8, 9, 15 et 18 ont une faible proportion dans le profil aromatique de la composition-1, mais occupent une forte proportion dans la composition-2. Les teneurs en composés 4, 12 et 19 restent similaires dans les deux compositions. L'aire du pic correspondant au composé 13 devient moindre que celui du composé 16 dans la composition-2.

[000124] Par conséquent, il y a un fort changement dans la proportion des pics des principaux composés dans le profil de la composition-2. Ces résultats montrent que la préparation de la composition-1 à partir du sirop non caramélisé ne permet pas de concentrer tous les composés volatils déjà présents. Une diminution de la proportion du principal composé (13) détecté dans le sirop non caramélisé se produit lors de la préparation de composition-1 et composition-2. Le deuxième composé d'importance (16) est affecté surtout

lors de la préparation de composition-2. Les teneurs en composés comme 8, 9 et 15 se sont accentuées entre le sirop non caramélisé et la composition-2. Ces modifications du profil de ces composés volatils affecteront la note globale du goût de composition-1 et de composition-2.

8. SIROPS CARAMÉLISÉS

8.1. CARACTÉRISTIQUES PHYSICOCHIMIQUES

[000125] Les sirops caramélisés produits à partir du concentré et de la composition d'érable sur le même évaporateur pilote ont été comparés entre eux, ainsi qu'avec le sirop non caramélisé produit sous vide à l'échelle semi-industrielle. Les moyennes des caractéristiques macroscopiques, des teneurs en sucre, des teneurs en polyphénols et des activités anti-oxydantes de ces sirops sont présentées dans le Tableau 13. Tout d'abord, les trois sirops ont un pH et un degré Brix similaires.

Tableau 13 Caractéristiques physicochimiques, composition chimique et activité anti-oxydante des sirops non caramélisés et caramélisés produits à partir de concentré de sève

Paramètre		Sirop non caramélisé	Sirop caramélisé de Référence	Sirop de Composition caramélisé
Caractérisation macroscopique	Brix (%)	68,1	66,8	65,7
	Conductivité ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	220	251	512
	pH	7,82	7,91	8,06
	Transmission (%)	12,2	61,5	21,4
Teneur en sucre	Saccharose (%)	63,55	63,68	59,62
	Glucose (%)	0,42	0,16	0,27
	Fructose (%)	0,23	0,09	0,14

[000126] Dans un premier temps, si l'on compare le sirop non caramélisé avec le sirop caramélisé de référence, on constate certaines différences. Les

deux sirops ont des conductivités électriques comparables. La petite différence qui est observée vient probablement du °Brix élevé du sirop non caramélisé, puisque la conductivité diminue avec l'augmentation du °Brix lors de la transformation du concentré en sirop. Par conséquent, il apparaît que les deux sirops ont des teneurs similaires en ions minéraux. Il semble également que le sirop non caramélisé est plus riche en sucres invertis (glucose et fructose) d'environ 1,5 fois. De plus, la transmission de ce sirop est 5 fois plus faible que celle du sirop caramélisé, ce qui en fait un sirop plus foncé, même s'il a été produit sous vide à une plus basse température. Il est possible que le sirop produit sous vide contienne de fins agrégats de minéraux qui n'ont pas été retenus par filtration.

[000127] Ensuite, si l'on compare le sirop de composition caramélisé produit à partir de composition diluée avec le sirop caramélisé de référence, on constate également quelques différences. La transmission du sirop de composition est 3 fois plus faible que celle du sirop de référence, ce qui en fait un sirop plus foncé. Par contre, la conductivité électrique et les teneurs en glucose et en fructose dans le sirop de composition sont plus élevées de 2 et de 1,6 fois respectivement. La conductivité élevée du sirop de composition résulte de la forte conductivité de la composition diluée comparativement à la conductivité du concentré de sève (Tableau 14). Cette information indique une teneur plus élevée en minéraux dans le sirop de composition. Par conséquent, la préparation de sirop caramélisé à partir de la composition permet d'obtenir un sirop plus riche en minéraux. Ces résultats seront détaillés dans la section dédiée aux minéraux.

Tableau 14 Caractéristiques physicochimiques des matières premières utilisées pour la production de sirop caramélisé

Matière première utilisée	Brix (%)	pH	Conductivité (μS/cm)	Polyphénols (éq. Acide gallique ppm)
Concentré	20,5	7,40	2430	89,8
Composition diluée	22,3	9,02	3350	253,8

8.2. TENEUR EN POLYPHÉNOLS ET ACTIVITÉS ANTI-OXYDANTES

[000128] La teneur en polyphénols et la capacité anti-oxydante des sirops caramélisés et non caramélisés sont présentées par la Figure 15. Le sirop caramélisé de référence possède une activité anti-oxydante plus élevée que celle du sirop non caramélisé de 1,6 fois puisqu'il est plus riche en polyphénols de 1,5 fois (Figure 15).

[000129] De la même manière, le sirop de composition a une plus forte activité anti-oxydante que le sirop de référence de 2,5 fois puisqu'il est plus riche en polyphénols de 1,9 fois tel qu'illustré à la figure 15. Par conséquent, la préparation d'un sirop à partir de la composition permet d'obtenir un sirop beaucoup plus riche en phénol et doté d'une forte activité anti-oxydante.

[000130] Les écarts obtenus entre le sirop de référence et le sirop de composition sont probablement reliés à la différence de concentration en polyphénols dans la matière première correspondante pour chaque produit. En fait, la concentration de polyphénols est élevée dans la composition avant dilution. La composition diluée utilisée pour la préparation du sirop est donc plus riche en polyphénols de 2,8 fois que le concentré de sève utilisé pour la préparation du sirop de référence (Tableau 13). Pendant la cuisson des deux sirops, les polyphénols ont été concentré par le même facteur de concentration.

8.3. TENEUR EN MINÉRAUX

[000131] Les principaux minéraux retrouvés dans les sirops caramélisés produits sur l'évaporateur pilote et celui non caramélisé produit sur l'évaporateur (APV) sont présentés à la Figure 16. Les ions minéraux les plus présents sont le potassium (K), le calcium (Ca) et le magnésium (Mg). On

retrouve également du manganèse (Mn), du phosphore (P), du sodium (Na) et du zinc (Zn). En plus petites concentrations se trouvent l'aluminium (Al), le bore (B), le fer (Fe) et le nickel (Ni). Le cuivre (Cu) n'est plus retrouvé dans les sirops pilotes alors qu'il était présent dans le concentré, les compositions et le sirop non caramélisé. Dans le sirop de composition caramélisé, on trouve de petites quantité de plomb (Pb), de cobalt (Co) et de cadmium (Cd).

[000132] Plusieurs minéraux ont des teneurs supérieures dans le sirop non caramélisé comparativement au sirop de référence. Le calcium (Ca), le bore (B), le zinc (Zn) et l'aluminium (Al) augmentent tous de 1,5 à 2,5 fois, tandis que le sodium (Na) diminue d'environ 2,5 fois. Ceux qui montrent le plus d'augmentation sont le manganèse (Mn) (16,1 fois), le phosphore (P) (8,5 fois) et le fer (Fe) (4.3 fois).

[000133] Le sirop de composition-1 caramélisé a des teneurs plus élevées pour la majorité des minéraux comparativement au sirop de référence. Les teneurs en potassium (K), en calcium (Ca), en magnésium (Mg), en phosphore (P), en sodium (Na) et en zinc (Zn) ont augmenté entre 1,5 et 2,2 fois dans le sirop de composition. La teneur total des ions minéraux dans le sirop de composition a augmenté de 1,7 fois par rapport au sirop de référence. Ces résultats démontrent que le sirop de composition est plus riche en ions minéraux comparativement au sirop de référence produit à partir du même concentré de départ.

[000134] Les Tableaux 15, 16, 17, 18, 19, et 20 sont un résumé des différentes données recueillies dans les essais présentés aux sections 6, 7 et 8.

Tableau 15 Caractéristiques physicochimiques, composition chimique et diverses caractéristiques des divers concentrés, compositions et sirops produits à partir de sève d'érable

Paramètre		Concentré	Sirop caramélisé référence	Sirop non-caramélisé	Composition 1	Composition 2	Sirop de Composition 1	Sirop de Composition 2
Caractéristiques physicochimiques	Brix (degré)	20.5	66.8	68.1	70.1	72.9	65.7	72.9
	Conductivité (25°C, $\mu\text{S}/\text{cm}$)	2430	251	220	254	324	512	
	pH	7.40	7.91	7.82	8.56	8.57	8.06	
	Transmittance (%)		61.50	12.15	0.40	0.00	21.35	
Phénols ppm (mg/kg)	Concentration (équivalent acide gallique, ppm)	89.9	478.4	305.6	945.3	2282.4	1208.6	3143.5
Antioxydants $\mu\text{mol}/\text{L}$	Concentration TE, μM ($\mu\text{mole}/\text{L}$)		6531.6	5431.9	11547.4	11300.2	12453.0	
Sucres % (g/100g)	Sucrose	19.13	63.68	63.55	64.22	60.04	59.62	60.04
	Glucose	0.08	0.16	0.42	0.49	0.99	0.27	
	Fructose	0.05	0.09	0.23	0.20	0.38	0.14	

Tableau 16 Caractéristiques physicochimiques, composition chimique et diverses caractéristiques des divers concentrés, compositions et sirops produits à partir de sève d'érable

Minéraux	Concentré	Sirop caramélisé (réf)	Sirop non-caramélisé	Composition-1	Composition-2	Sirop de Composition-1
K	911.00	3042.00	3226.00	6137.00	13325.00	5283.00
Ca	725.00	1033.00	2260.00	2335.00	4702.00	1735.00
Mg	68.80	174.00	239.00	432.00	925.00	253.00
Mn	40.70	6.51	105.00	140.00	318.00	13.20
P	10.01	3.22	27.23	38.55	87.38	6.57
Zn	2.06	4.08	6.08	10.60	22.80	7.18
Na	0.80	10.10	3.97	10.00	29.20	22.00
Al	1.15	1.37	2.14	2.00	2.52	1.25
B	0.00	0.15	0.38	1.32	3.18	0.94
Cu	0.10	0.00	1.14	1.71	3.82	0.00
Fe	0.03	0.14	0.61	1.20	3.01	0.19
Mo	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Cd	0.00	0.00	0.00	0.00	0.12	0.00
Cr	0.00	0.00	0.02	0.02	0.12	0.00
Co	0.03	0.00	0.00	0.00	0.07	0.02
Pb	0.00	0.00	0.00	0.12	0.09	0.22
Ni	0.00	0.00	0.00	0.32	1.31	0.33

Tableau 17 Calcul du rapport de Concentration des différents composés par rapport à la Concentration de Saccharose dans les différents produits.

Unité	Rapport / Saccharose	Concentré	Sirop caramélisé (réf)	Sirop non-caramélisé	Comp 1	Comp 2	Sirop de Comp 1	Sirop de Comp 2
mg/g sucrose	Polyphénols	0.47	0.75	0.48	1.47	3.80	2.03	5.24
mg/g sucrose	Potassium	4.76	4.78	5.08	9.56	22.19	8.86	
mg/g sucrose	Calcium	3.79	1.62	3.56	3.64	7.83	2.91	
mg/g sucrose	Mg	0.36	0.27	0.38	0.67	1.54	0.42	
mg/g sucrose	Mn	0.21	0.01	0.17	0.22	0.53	0.02	
mg/g sucrose	Phosphore	0.05	0.01	0.04	0.06	0.15	0.01	
mg/g sucrose	Sodium	0.004	0.016	0.006	0.016	0.049	0.037	
µmole/g sucrose*	Antioxydante		102.6	85.5	179.8	188.2	208.9	

Tableau 18 Calcul du rapport de Concentration différents éléments / Concentration Saccharose

Produit	Teneur polyphenols en mg/g de saccharose	Teneur en P en mg/g de saccharose	Teneur en Mg en mg/g de saccharose	Teneur en Fe en mg/g de saccharose	Teneur en Mn en mg/g de saccharose	Teneur en Na en mg/g de saccharose
Concentré (20 brix)	0.47	0.05	0.36	0.00015	0.21	0.004
Sirop non caramélisé	0.48	0.04	0.38	0.00096	0.17	0.006
Sirop de reference (caramélisé)	0.75	0.01	0.27	0.00022	0.01	0.016
Composition-1	1.47	0.06	0.67	0.00187	0.22	0.016
Composition-2	3.8	0.15	1.54	0.00501	0.53	0.049
Sirop de Composition-1	2.03	0.01	0.42	0.00032	0.02	0.037

Tableau 19 Calcul du rapport de Concentration en polyphénols théorique / Concentration Saccharose

	Sirop de Composition 1	Composition 2	Sirop de Composition 2
Polyphénols Concentration (équivalent acide gallique, ppm) mg/kg	194.83	353.79	487.26

Tableau 20 Calcul du taux de production de polyphénol pendant l'évaporation (concentration)

	Taux de production de polyphénol
Sirop caramélisé (référence)	59.87%
Sirop non-caramélisé	2.33%
Sirop de Composition 1	37.72%
Sirop de Composition 2 (théorique)	37.72%

Tableau 21 Gain des valeurs nutritives avec les procédés décrits

Procédé	Produit	Polyphénol (%)	K (%)	Ca (%)	Mg (%)	Mn (%)
Concentration sous vide	Sirop non-caramélisé	2.33	6.62	-6.14	4.59	-22.32
Concentration sousvide et extraction de sucre	Composition 1	213.26	100.70	-4.05	87.07	2.48
	Composition 2	709.01	366.08	106.66	328.42	148.97
Concentration sousvide, extraction de sucre et caramélisation	Sirop de Composition 1	331.44	86.10	-23.20	18.01	89.59
	Sirop de composition 2	1014.20				

8.4. SAVEUR ET PROFIL DES COMPOSÉS VOLATILS

[000135] Les résultats de l'évaluation sensorielle de la saveur des deux sirops caramélisés produits sur le mini-évaporateur pilote sont présentés dans le Tableau-19. Les résultats démontrent que les deux sirops ont des cotes de

saveur similaires qui vont de crochet à VR1 ou VR4 avec une note de caramel. Donc, le goût du sirop produit à partir de la composition diluée possède aussi bien les mêmes notes de goût que le sirop de référence. Mais cette évaluation ne permet pas de qualifier les sirops sur l'intensité de leur goût.

Tableau 22 Note de saveur par consensus des échantillons de sirop produits sur évaporateur pilote

Sirop Produit	Note de saveur	Description
Sirop de concentré (Référence)	√ et VR1-VR4	goût de caramel plus autres goûts
Sirop de composition	√-Ok et VR1	Sève, caramélisé

[000136] Une comparaison du profil des composés volatils détectés dans chacun de ces sirops permet de constater qu'il existe peu de différence entre la concentration en principaux composés volatils (en terme d'aire de pic) pour les deux sirops (Figure. 17).

[000137] Tout d'abord, il est possible de remarquer la disparition dans les deux sirops du pic du composé 13, qui était le composé principal dans le sirop non caramélisé. Puis, l'aire des pics de deuxième principal composé 16 est similaire dans les deux sirops. Également, les pics correspondant aux composés volatils 4, 7 et 13 sont identiques. Par-contre, une forte diminution de l'aire des pics des composés 5 et 11 est visible pour le sirop de composition, tandis qu'on y note une forte augmentation du pic du composé 12. Ces résultats indiquent que les deux sirops n'ont pas exactement le même profil aromatique, et que le sirop de composition n'est pas nécessairement plus riche en composés volatils que le sirop de référence. Par conséquent, la préparation du sirop de composition n'apporte pas d'accentuation des composés volatils déjà présents dans le sirop de référence. Il est difficile pour le moment d'anticiper l'impact de ces changements du profil aromatique sur le goût de ces deux sirops.

8.5. CONDENSAT

[000138] Deux condensats ont été récupérés lors de la préparation de la composition par les deux méthodes de cristallisation à deux niveaux de °Brix : 82% pour la sursaturation thermique et 78% pour celle de refroidissement. Les deux condensats ont un pH moyen de 8,25.

8.5.1 PROFIL DES COMPOSÉS VOLATILS

[000139] Les profils de composés volatils détectés dans ces deux condensats sont présentés à la Figure 18. Ces profils permettent de constater que la majorité des pics détectés dans le sirop non caramélisé sont également détectés dans les deux condensats. L'aire des pics de la plupart des composés sont similaires dans les deux condensats. Le condensat obtenu par refroidissement contient plus de 2,7 fois en moyenne des composés 4 et 16 que celui obtenu par sursaturation thermique.

[000140] Le composé 13, qui était le plus présent dans le sirop non caramélisé (figure 16), est retrouvé à seulement environ 5% dans les deux condensats. Sa teneur était également largement diminuée dans la composition-1. Ces résultats indiquent la possibilité que ce composé ait été dégradé en d'autres composés volatils lors de la cristallisation, ou soit il a échappé avec la vapeur non condensée puisqu'il n'a pas été récupéré dans le condensat.

[000141] Toutefois, les condensats sont plus riches en composés 16, 19 et 20. Ils en contiennent plus de 4 à 8 fois que le sirop non caramélisé, et plus de 4 à 7 fois que la composition. L'aire des pics de ces composés étaient similaires dans le sirop non caramélisé et la composition, par conséquent, il est possible qu'une quantité importante de ceux-ci a été générée lors de la sursaturation.

[000142] Ces résultats montrent que les composés volatils présents dans le sirop non caramélisé sont évaporés et entraînés avec la vapeur d'eau lors de l'opération de sursaturation.

9. CHAÎNE DE TRANSFORMATION DU PRODUIT

[000143] Cette étape consiste à réaliser une analyse de l'effet de la transformation du concentré de sève d'érable jusqu'aux différents produits selon le procédé de production de composition. Cette analyse permet de percevoir l'effet des étapes successives sur les composés et les propriétés d'intérêt. Une photo de différents produits obtenus selon le procédé de fabrication de composition et ces dérivés est présentée en Figure 23.

9.1. TENEUR EN POLYPHÉNOLS ET PROPRIÉTÉS ANTI-OXYDANTES

[000144] La teneur en polyphénols augmente pendant la transformation du concentré de sève en différents produits, pour atteindre un maximum dans le sirop de la composition-2 (Figure. 19). La composition-1 et la composition-2 contiennent respectivement 10 et 25 fois plus de polyphénols que le concentré de sève. Il est possible d'observer qu'il y a deux étapes principales qui permettent d'augmenter davantage la teneur en polyphénols. L'étape la plus importante est la production de la composition-1 à partir du sirop non caramélisé, puisqu'il concentre les polyphénols par un facteur de 3,1 fois. La deuxième étape est la production de la composition-2 à partir de la composition-1 qui permet un enrichissement par un facteur de 2,4 fois.

[000145] La production de sirop à partir de la composition-1 permet d'augmenter la teneur en phénol d'un facteur de 1,3. Par conséquent, il n'y a pas beaucoup d'avantages entre la production de la composition-1 et du sirop de composition. La production de composition-2 est plus avantageuse en terme de teneur en polyphénols que le sirop de composition. Par-contre, ce dernier est plus avantageux que la production de sirop de référence. La production de sirop à partir de la composition-2 peut permettre encore une augmentation de la teneur en phénol d'un facteur de 1,3 comparé à la composition-2.

[000146] La Figure 20 démontre également que l'activité anti-oxydante augmente plus avec la préparation de composition-1 par un facteur de 2,1 comparativement au sirop non caramélisé. Elle demeure assez similaire entre la composition-1, la composition-2 et le sirop de composition. La production de

composition-2 n'apporte pas d'amélioration à l'activité anti-oxydante de ce produit par rapport à la composition-1. Cette activité est toutefois augmentée dans le sirop caramélisé d'un facteur de 1,2 comparativement au sirop non caramélisé. De la même manière, la production du sirop de composition permet de l'augmenter d'un facteur de 1,1 par rapport à la composition-1. Par conséquent, la caramélisation n'apporte pas une grande amélioration de l'activité anti-oxydante. La composition-1 semble être le premier choix pour sa capacité anti-oxydante et en terme d'opérations de production.

9.2. TENEUR EN MINÉRAUX

[000147] Au niveau des minéraux, les deux principales étapes pour concentrer les minéraux sont la production du sirop non caramélisé à partir du concentré, suivie par la production de composition-2 à partir de composition-1. Il est possible de constater les deux tendances distinctes suivantes (Figure 21).

[000148] La production de composition semble augmenter la teneur de la plupart des ions minéraux, alors que la production d'un sirop caramélisé, à partir de concentré ou de composition, les fait plutôt diminuer. Cette tendance est particulièrement observée pour les ions divalents comme le calcium (Ca), le magnésium (Mg), le manganèse (Mn) et le phosphore (P). La composition-2 est le produit le plus riche en ions minéraux, suivie de la composition-1 et du sirop de composition, puis du sirop caramélisé. Il semble que le sirop de composition est moins avantageux que la composition-1. De plus, celle-ci contient 2 fois plus de minéraux totaux que le sirop caramélisé. Les teneurs en manganèse (Mn), en phosphore (P), en bore (B) et en fer (Fe) sont de 8 à 21 fois plus élevées dans la composition-1 que dans le sirop caramélisé.

[000149] En résumé, la composition-2 l'emporte pour sa richesse en polyphénols et en minéraux. Par contre, la composition-1 et le sirop de composition sont aussi des produits de choix selon les intérêts de différents secteurs de marchés ciblés.

En conclusion, les grandes tendances suivantes peuvent être tirées des résultats obtenus :

[000150] Les compositions produites par les deux méthodes de cristallisation sont comparables. La méthode de cristallisation par refroidissement permet d'obtenir des valeurs plus élevées en ions minéraux, surtout pour les ions divalents. L'augmentation de l'échelle de production permet d'augmenter la teneur en polyphénols.

[000151] La production de composition permet d'obtenir un produit plus riche que le sirop traditionnel en polyphénols, en minéraux et en activité anti-oxydante. La composition-2 est beaucoup plus riche en ces composés, sauf pour l'activité anti-oxydante qui est similaire à la composition-1.

[000152] Le sirop non caramélisé a des valeurs inférieures au sirop de référence pour la transmission de lumière, la concentration en polyphénols et l'activité anti-oxydante. Par-contre, il est plus riche en glucose, en fructose et en ions minéraux.

[000153] Le sirop de composition a des valeurs plus élevées que le sirop traditionnel pour la conductivité électrique, les teneurs en glucose, en fructose, en polyphénols, en antioxydants, ainsi que pour la plupart des minéraux. Ces augmentations semblent reliées à l'utilisation d'une composition déjà plus riche en ces composés pour la production de ce sirop. Toutefois, une partie des minéraux semble plutôt avoir diminué pendant la production du sirop de composition comparativement à la composition de départ.

[000154] Au niveau de l'analyse sensorielle, les deux sirops (traditionnel et celui de composition) ont donné des goûts comparables. Le sirop de composition semble donc aussi bon que le sirop de référence.

[000155] Le profil des composés volatils change grandement en avançant dans la chaîne de production entre le sirop non caramélisé et la composition-2. La teneur en certains composés diminue, alors qu'elle augmente pour d'autres. Ces changements peuvent affecter la perception des saveurs de ces produits. Mais, il est difficile à ce stade de l'étude de préciser les liens entre les goûts de ces sirops et les changements enregistrés dans leurs profils de composés volatils.

[000156] Le Tableau 23 montre des résultats obtenus à partir des compositions produites selon la présente divulgation.

Tableau 23

Gain des valeurs nutritives avec notre procédé		Sucre	Polyphénol	Antioxydant	Potassium	Calcium	Mg	Min
Concentration sous vide	Sirop non-caramélisé (SMC)	0.00%	2.33%	0.00%	6.62%	-6.14%	4.59%	-22.32%
		0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%
Concentration sous vide et extraction de sucre	Composition-1 non caramélisée	0.00%	213.26%	0.00%	100.70%	-4.05%	87.07%	2.48%
	Composition-2 non caramélisée	0.00%	709.01%	0.00%	366.08%	106.66%	328.42%	148.97%
Concentration sous vide, extraction de sucre et caramélisation	Sirop de Composition-1	0.00%	331.44%	0.00%	86.10%	-23.20%	18.01%	-89.59%
	Sirop de Composition-2 (théorique)	0.00%	1014.20%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%

10. ESSAIS EFFECTUÉS SUR DIVERS JUS

[000160] Les Tableaux 24, 25 et 26 ainsi que la Figure 24 montrent des résultats obtenus à partir de l'utilisation de divers jus de fruits. Les jus ont été traités par les mêmes procédés que ceux précédemment décrits à propos des divers produits à base de sève d'érable, concentré d'érable ou diverses compositions d'érables. Tel que préalablement mentionné, les mêmes procédés ont été utilisés, seul le produit de départ a été différent i.e. lors des essais des Tableaux 24, 25 et 26 ainsi que la Figure 24, divers jus de fruits ont été utilisés à titre de produit de départ. Les procédés utilisés étaient donc comme celui illustré à la Figure 1, mais la sève d'érable a été remplacée par des jus. Les résultats de ces tableaux et de cette figure montrent que ces procédés sont polyvalents et qu'ils peuvent traiter divers produits de départ comprenant du sucre. En particulier, à la Figure 24, on peut voir que les procédés peuvent permettre de concentrer d'environ 3 à environ 10 fois la teneur en polyphénols par rapport au jus de départ. En fait, par rapport au jus de cassis de départ, la composition 1 non caramélisée était environ 3 fois plus concentrée en polyphénols; la composition 2 non caramélisée était environ 7.1 fois plus concentrée en polyphénols; le sirop de composition 1 caramélisé était environ 4.2 fois plus concentré en polyphénols; et le sirop de composition 2 caramélisé était environ 9.9 fois plus concentré en polyphénols.

Tableau 24

Jus commercial actuel										
Polyphénols totaux			Capacités Antioxydantes				Données selon Tableaux valeur nutritive			
			TEAC	DPPH	FRAP	PORTION	SUCRES	CALORIES		
mg GAE/100			umol TE/100	umol TE/ 100	umol TE/100mL	mL	g	Cal		
ppm										
Jus commercial Grenade	336	3360	2800	1500	1800	250	34	160	4.7	
Jus commercial Grenade:Bleuet	311	3110	500	600	400	236	30	150	5.0	
Jus commercial Raisin concord	225	2250	400	300	200	237	36	140	3.9	
Jus commercial Canneberge	90	900	300	200	150	250	23	110	4.8	
Jus commercial Orange	150	1500	300	140	135	250	23	110	4.8	
Jus commercial Aronie	511	5110	4260	2900	3280	240	23	120	5.2	
Jus commercial Cassis	543	5430	4100	2750	3140	240	15	110	7.3	
source : Abountiolas et Nascimento Nunes, 2018, Int. J. Food Sci. Technol, 53, 188										
7.8447694			7.8288							

Tableau 25

Sirop non-caramélisé (SNC) des jus avec notre procédé											
Polyphénols totaux			Capacités Antioxydantes				Données selon Tableaux valeur nutritive				
			TEAC	DPPH	FRAP	PORTION	SUCRES	CALORIES			
mg GAE/100			umol TE/100	umol TE/ 100	umol TE/100mL	mL	g	Cal			
ppm			Brix du jus								
Jus commercial Grenade	344	3438	11.5	2800	1500	1800	250	34	160		
Jus commercial Grenade:Bleuet	318	3183	11.5	500	600	400	236	30	150		
Jus commercial Raisin concord	230	2303	11.5	400	300	200	237	36	140		
Jus commercial Canneberge	92	921	11.5	300	200	150	250	23	110		
Jus commercial Orange	154	1535	11.5	300	140	135	250	23	110		
Jus commercial Aronie	523	5229	11.5	4260	2900	3280	240	23	120		
Jus commercial Cassis	556	5557	11.5	4100	2750	3140	240	15	110		
source : Abountiolas et Nascimento Nunes, 2018, Int. J. Food Sci. Technol, 53, 188											

Tableau 26

Composition-1 non caramélisée										
Polyphénols totaux			Capacités Antioxydantes				Données selon Tableaux valeur nutritive			
			TEAC	DPPH	FRAP	PORTION	SUCRES	CALORIES		
mg GAE/100			umol TE/100	umol TE/ 100	umol TE/100mL	mL	g	Cal		
ppm										
Jus commercial Grenade	1961	19614				250		0		
Jus commercial Grenade:Bleuet	1815	18155				236		0		
Jus commercial Raisin concord	1313	13134				237		0		
Jus commercial Canneberge	525	5254				250		0		
Jus commercial Orange	876	8756				250		0		
Jus commercial Aronie	2983	29830				240		0		
Jus commercial Cassis	3170	31698				240		0		
source : Abountiolas et Nascimento Nunes, 2018, Int. J. Food Sci. Technol, 53, 188										

[000161] La description doit être interprétée comme une illustration de la présente technologie, mais ne doit pas être considérée comme limitant les revendications. Les revendications ne doivent pas être limitées dans leur portée par les exemples, mais doivent recevoir l'interprétation la plus large qui soit conforme à la description dans son ensemble.

REVENDEICATIONS:

1. Procédé de préparation d'une composition concentrée à base de sève d'érable dans lequel

on évapore sous vide une sève d'érable ou un concentré de sève d'érable de façon à obtenir un sirop non caramélisé,

ledit procédé étant caractérisé en ce que l'on évapore sous vide ladite sève d'érable ou ledit concentré de sève d'érable en utilisant un évaporateur multi-stage.

2. Procédé de préparation d'une composition concentrée à base de sève d'érable dans lequel

on évapore sous vide une sève d'érable ou un concentré de sève d'érable de façon à obtenir un sirop non caramélisé;

ledit procédé étant caractérisé en ce que l'on évapore sous vide ladite sève d'érable ou ledit concentré de sève d'érable en récupérant des arômes de ladite sève d'érable ou dudit concentré de sève d'érable en utilisant un récupérateur d'arômes.

3. Procédé de préparation d'une composition concentrée à base de sève d'érable dans lequel

on filtre optionnellement une sève d'érable;

on concentre ladite sève d'érable par osmose inverse pour obtenir un concentré de sève d'érable; et

on évapore sous vide ledit concentré de sève d'érable de façon à obtenir un sirop non caramélisé.

4. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 2, dans lequel ladite sève d'érable est filtrée avant d'être évaporée sous vide.
5. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 2, dans lequel une sève d'érable est filtrée et concentrée par osmose inverse avant d'être évaporée sous vide.
6. Le procédé selon la revendication 3, dans lequel ladite sève d'érable est filtrée avant d'être et concentrée par osmose inverse avant d'être évaporée sous vide.
7. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, dans lequel ledit sirop non caramélisé est subséquemment caramélisé de façon à obtenir un sirop caramélisé.
8. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, comprenant en outre une étape de séchage.
9. Le procédé selon la revendication 8, dans lequel ledit séchage est effectué par lyophilisation, par atomisation ou dans un four ou un tunnel.
10. Procédé de préparation d'une composition concentrée à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes dans lequel

on évapore sous vide le jus de fruits, le concentré de jus de fruits, le jus de légumes, et/ou le concentré de jus de légumes de façon à obtenir un sirop non caramélisé;

ledit procédé étant caractérisé en ce que l'on évapore sous vide le jus de fruits, le concentré de jus de fruits, le jus de légumes, et/ou le concentré de jus de légumes en utilisant un évaporateur multi-stage.

11. Procédé de préparation d'une composition concentrée à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes dans lequel

on évapore sous vide le jus de fruits, le concentré de jus de fruits, le jus de légumes, et/ou le concentré de jus de légumes de façon à obtenir un sirop non caramélisé;

ledit procédé étant caractérisé en ce que l'on évapore sous vide le jus de fruits, le concentré de jus de fruits, le jus de légumes, et/ou le concentré de jus de légumes en utilisant un récupérateur d'arômes.

12. Procédé de préparation d'une composition concentrée à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes dans lequel

on filtre optionnellement le jus de fruits, le concentré de jus de fruits, le jus de légumes, et/ou le concentré de jus de légumes;

on concentre le jus de fruits, le concentré de jus de fruits, le jus de légumes, et/ou le concentré de jus de légumes par osmose inverse pour obtenir une composition concentrée à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes; et

on évapore sous vide ladite composition concentrée à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes pour obtenir un sirop non caramélisé.

13. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 11, dans lequel le jus de fruits, le concentré de jus de fruits, le jus de légumes, et/ou le concentré de jus de légumes est filtré avant d'être évaporé sous vide.
14. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 11, dans lequel le jus de fruits, le concentré de jus de fruits, le jus de légumes, et/ou le concentré de jus de légumes est filtré et concentré par osmose inverse avant d'être évaporé sous vide.
15. Le procédé selon la revendication 12, dans lequel le jus de fruits, le concentré de jus de fruits, le jus de légumes, et/ou le concentré de jus de légumes est filtré avant d'être et concentré par osmose inverse avant d'être évaporée sous vide.
16. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 15, dans lequel ledit sirop non caramélisé est subséquemment caramélisé de façon à obtenir un sirop caramélisé.
17. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 16, comprenant en outre une étape de séchage.
18. Le procédé selon la revendication 17, dans lequel ledit séchage est effectué par lyophilisation, par atomisation ou dans un four ou un tunnel.
19. Le procédé selon la revendication 18, dans lequel ledit séchage est effectué par lyophilisation, par atomisation ou dans un four ou un tunnel.

20. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 19, dans lequel on évapore sous vide le jus de fruits.
21. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 19, dans lequel on évapore sous vide le jus de fruits ou le concentré de jus de fruits.
22. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 21, dans lequel lesdits fruits sont sélectionnés parmi des bleuets, des canneberges, des mûres, des cassis, des aronias, des fraises, des framboises, des prunes, des pommes, des raisins, des sureaux, des camerises, des litchis, des abricots, des dattes, des cerises, de grenades, des figues, des poires, des pêches, des groseilles, des airelles, des coings, des oranges, des limes, des citrons, des mangues, et des nectarines.
23. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 21, dans lequel lesdits fruits sont sélectionnés parmi des bleuets, des canneberges, des mûres, des cassis, des aronias, des fraises, des framboises, des prunes, des pommes, des raisins, des sureaux, et des camerises.
24. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 21, dans lequel lesdits fruits sont sélectionnés parmi des bleuets, des canneberges, des mûres et des cassis.
25. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 19, dans lequel lesdites légumes sont sélectionnées parmi des artichauts, des olives, des oignons, des pommes de terre, des carottes, des échalotes, des betteraves, des choux, des maïs, des tomates, des pois, des navets, et des rhubarbes.

26. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, dans lequel ladite composition concentrée à base de sève d'érable est subséquemment diluée.
27. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 25, dans lequel ladite composition à base de jus de fruits, de concentré de jus de fruits, de jus de légumes, et/ou de concentré de jus de légumes est subséquemment diluée.
28. Utilisation d'une composition obtenue par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 27 à titre de rehausseur de saveur ou d'arôme.

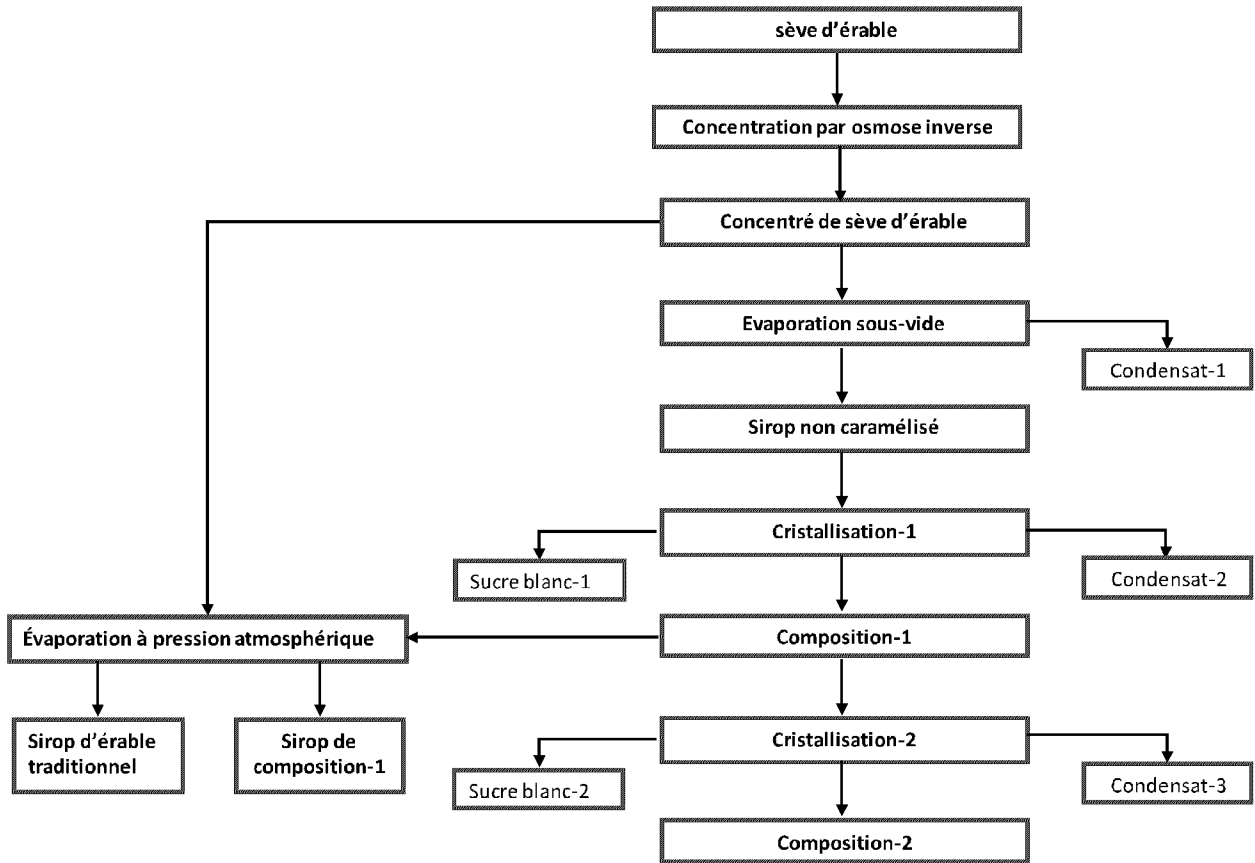


Fig. 1

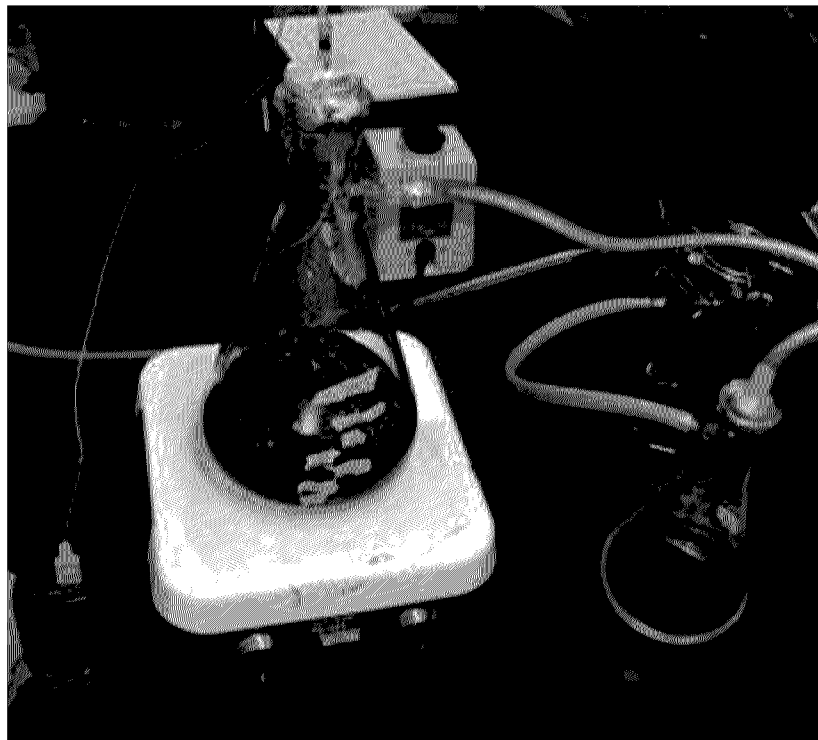


Fig. 2

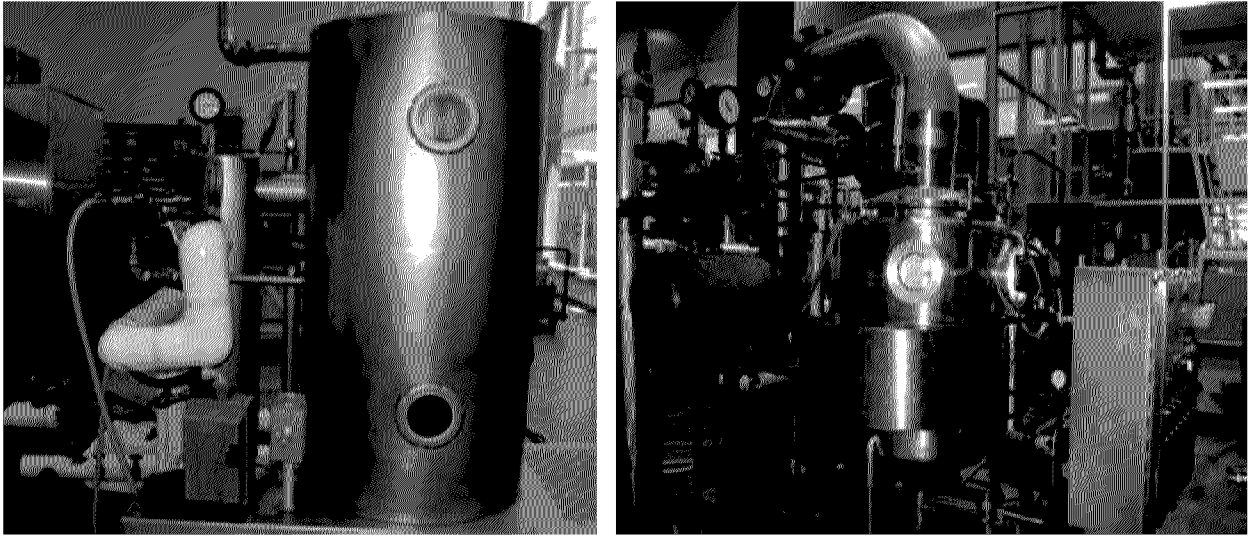


Fig. 3

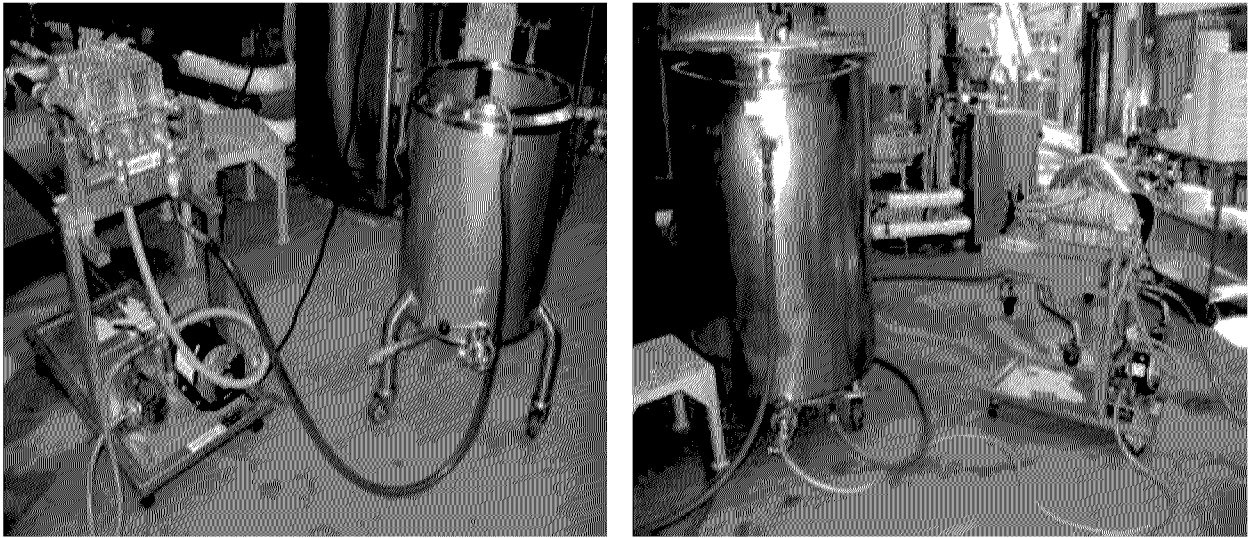


Fig. 4

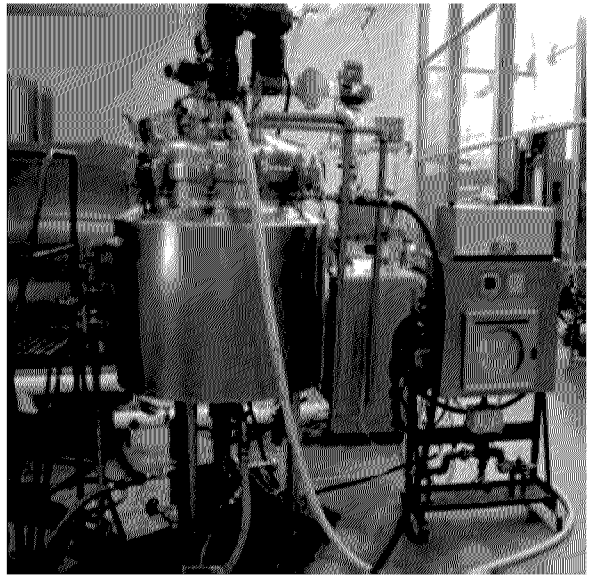
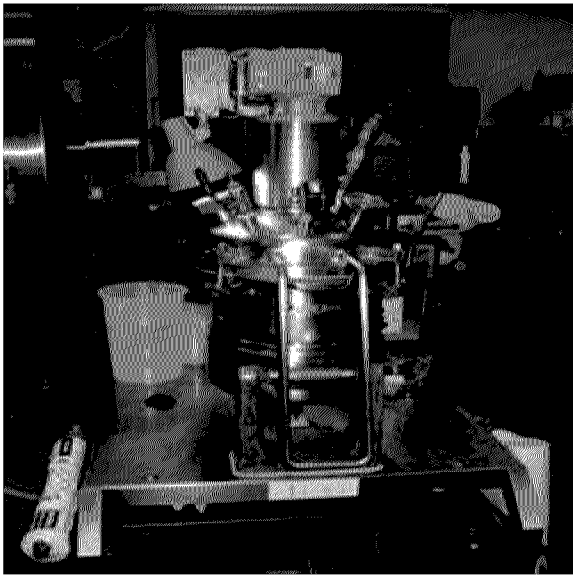


Fig. 5

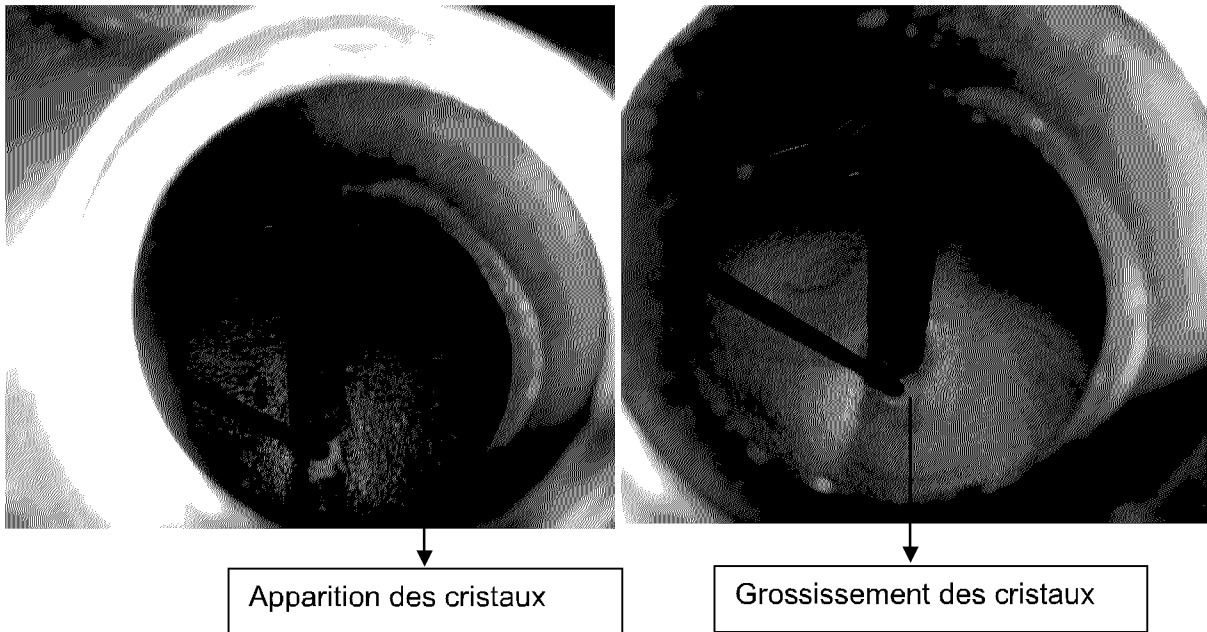


Fig. 6

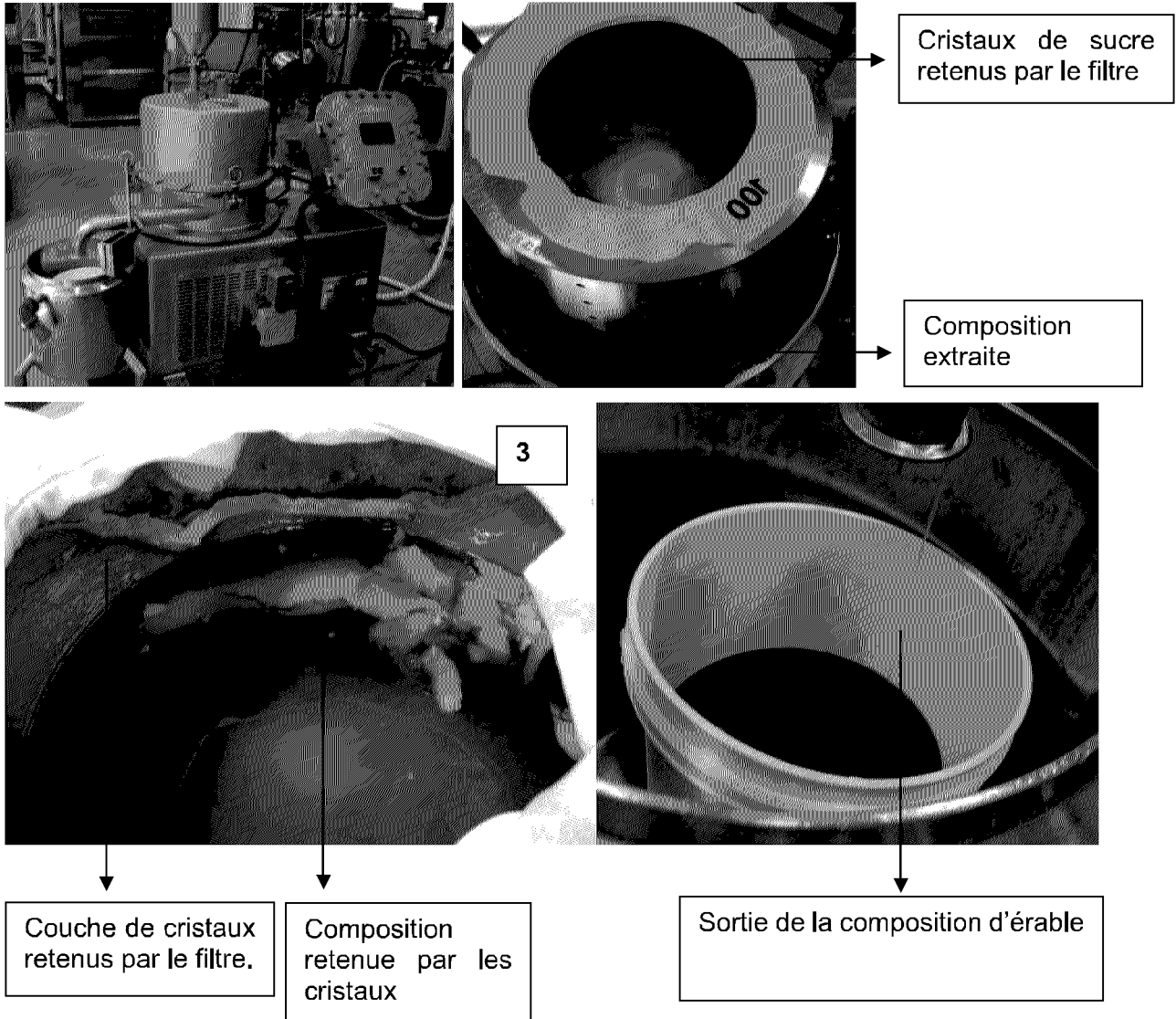


Fig. 7

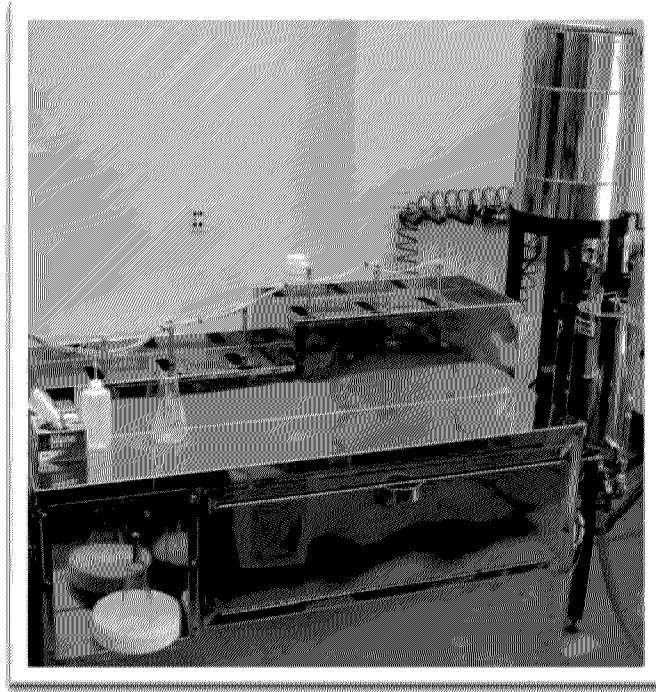
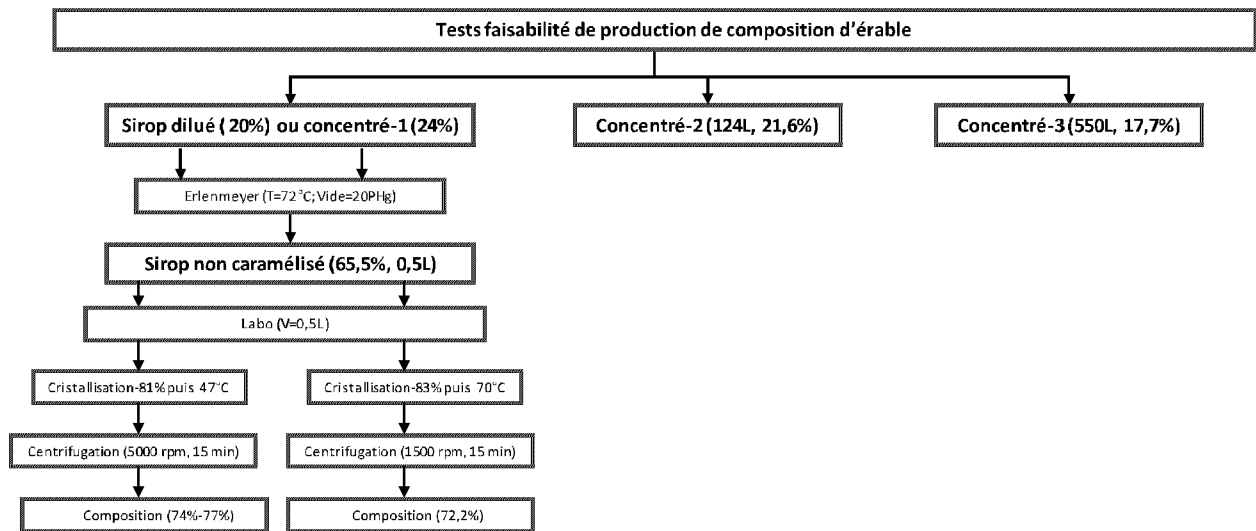


Fig. 8



Préliminaire de cristallisation par sursaturation thermique à petite échelle avec matière première (sirop dilué): établissement des conditions primaires de cristallisation.

Fig. 9

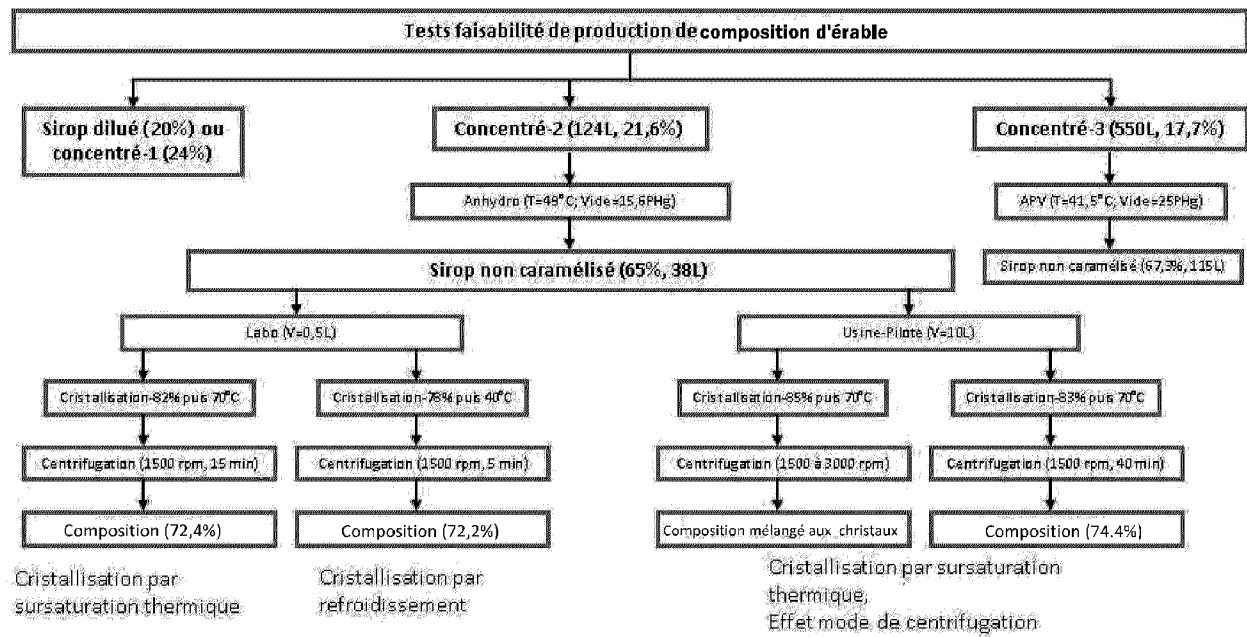


Fig. 10

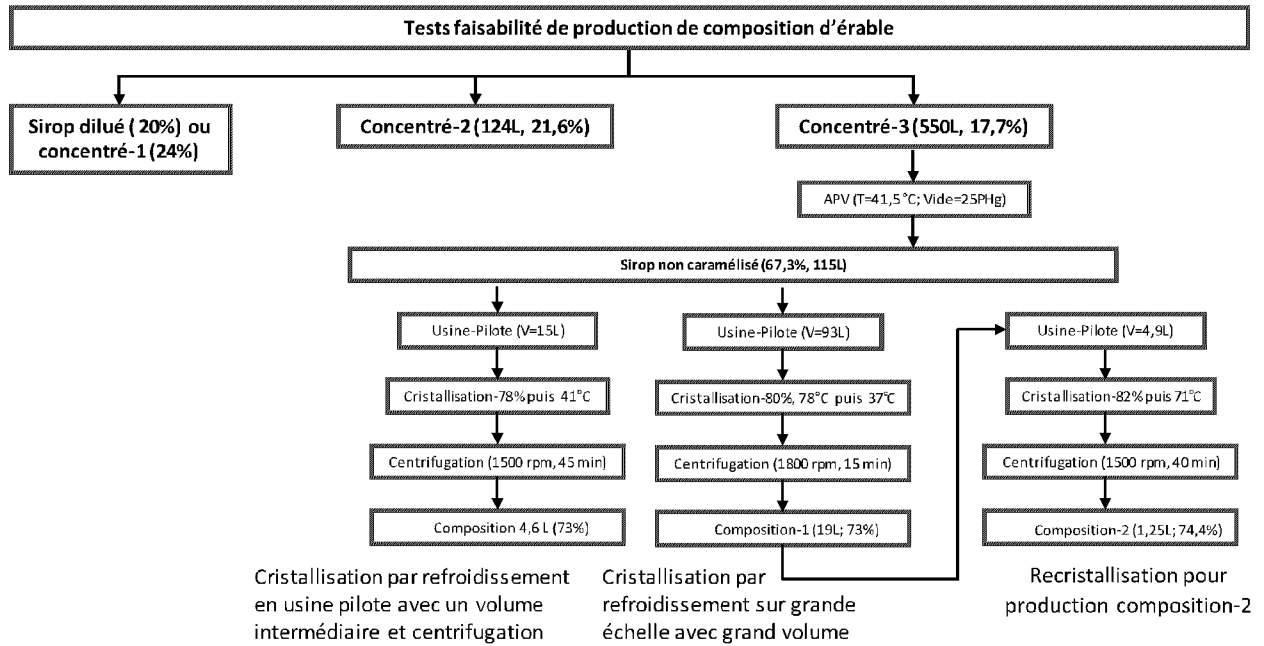


Fig. 11

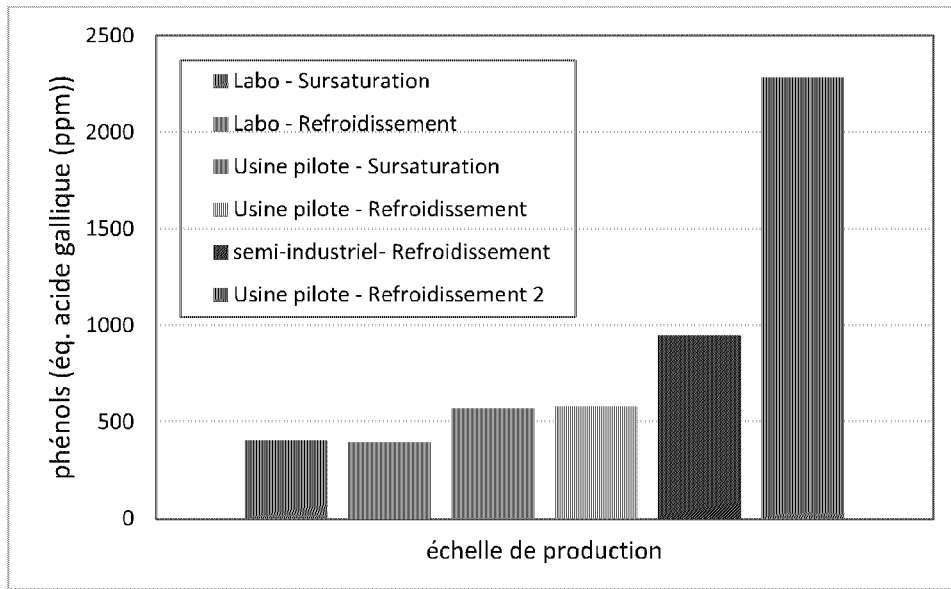


Fig. 12

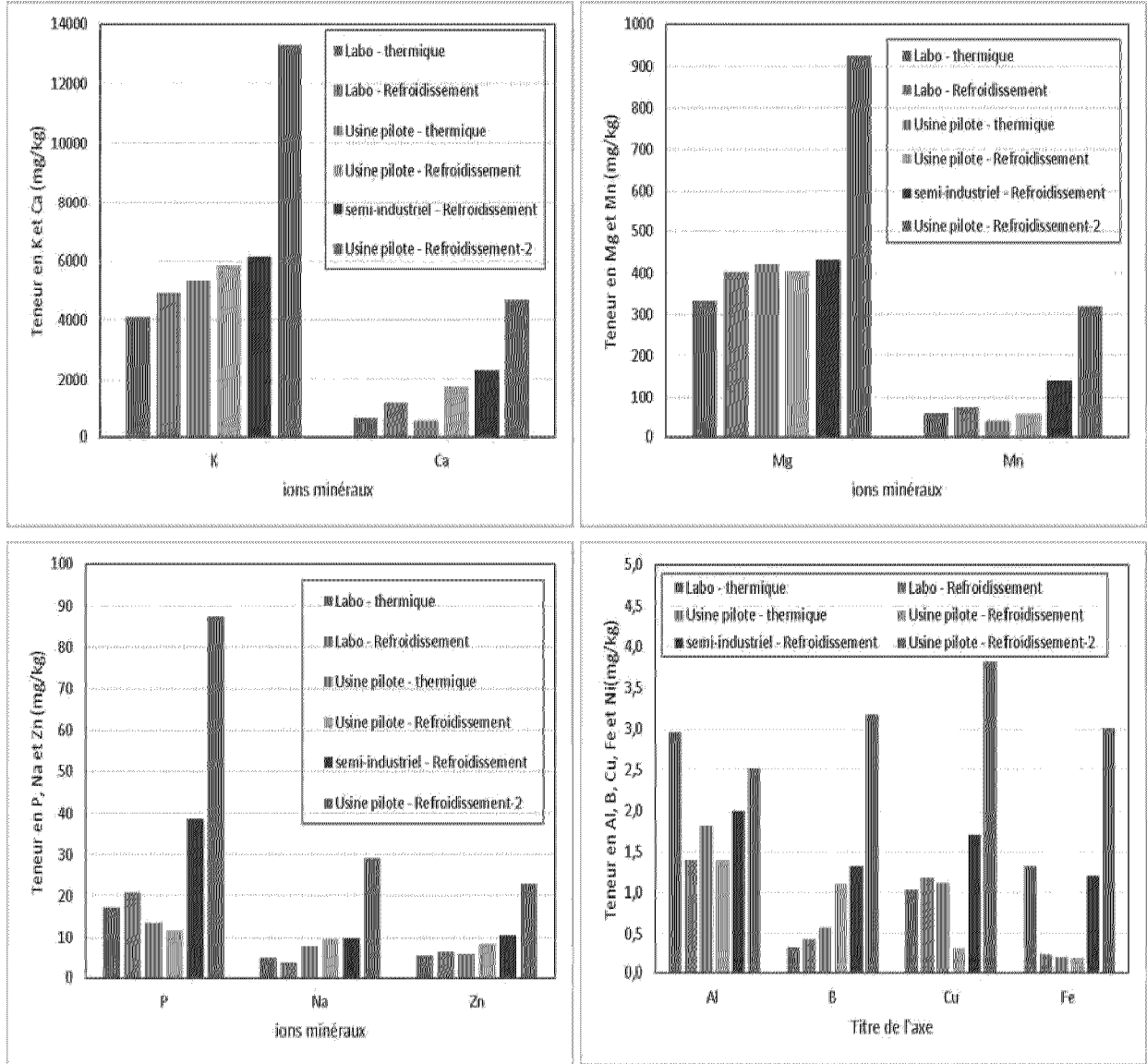


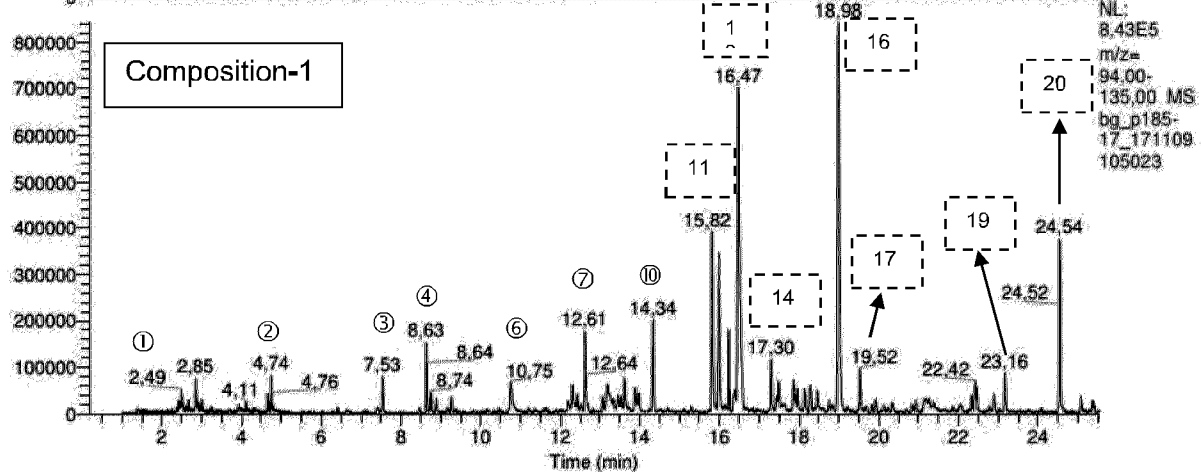
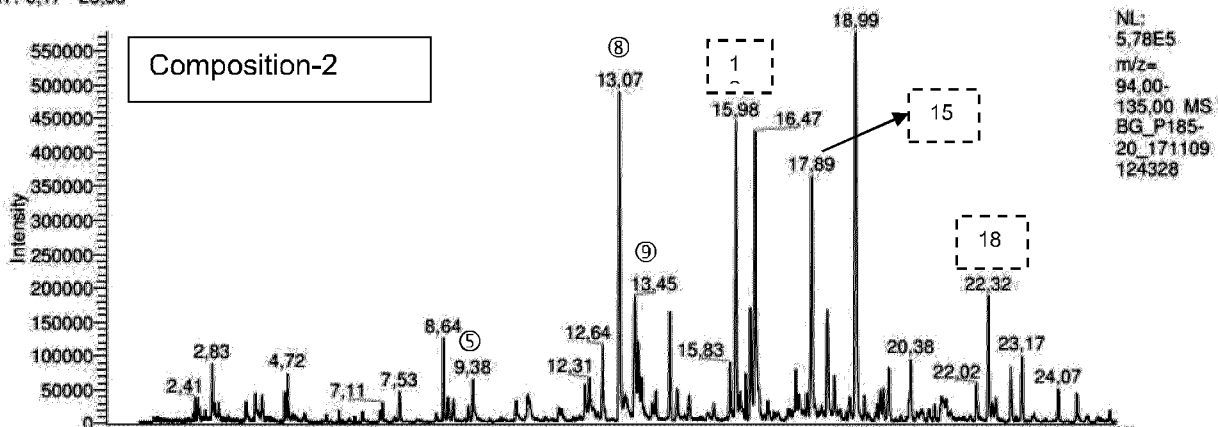
Fig. 13

BG_P185-20_171109124328

2017-12-13 14:31:22

Background subtracted file

RT: 0.17 - 25.53



BG_P185-16_171109095348

2017-11-30 11:41:56

Background subtracted file

RT: 0.00 - 25.03

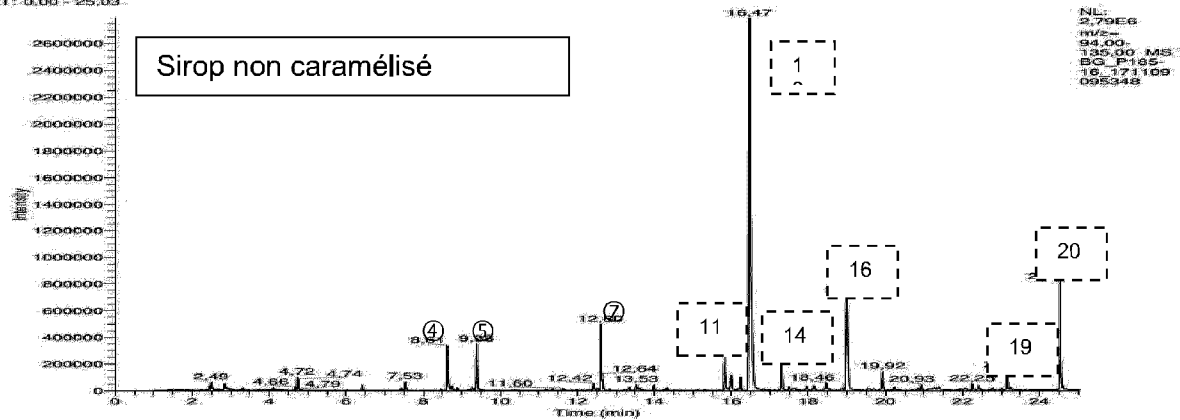


Fig. 14

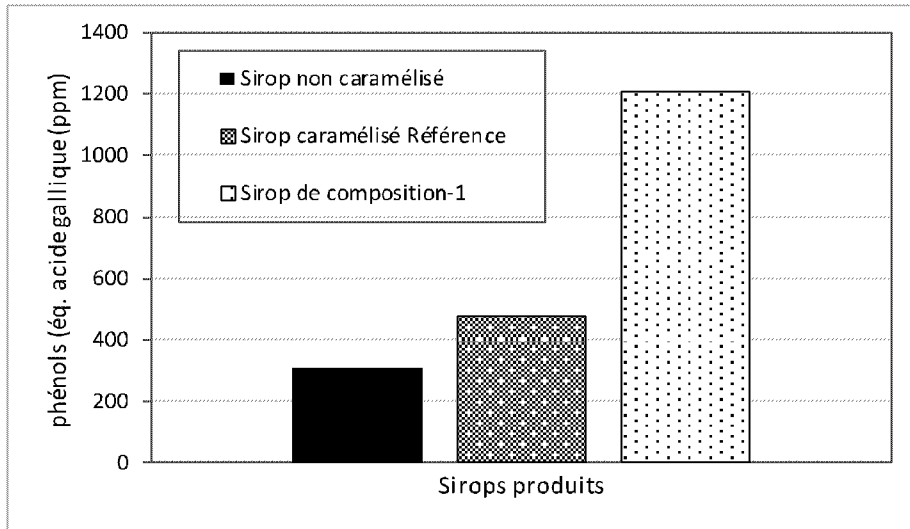


Fig. 15A

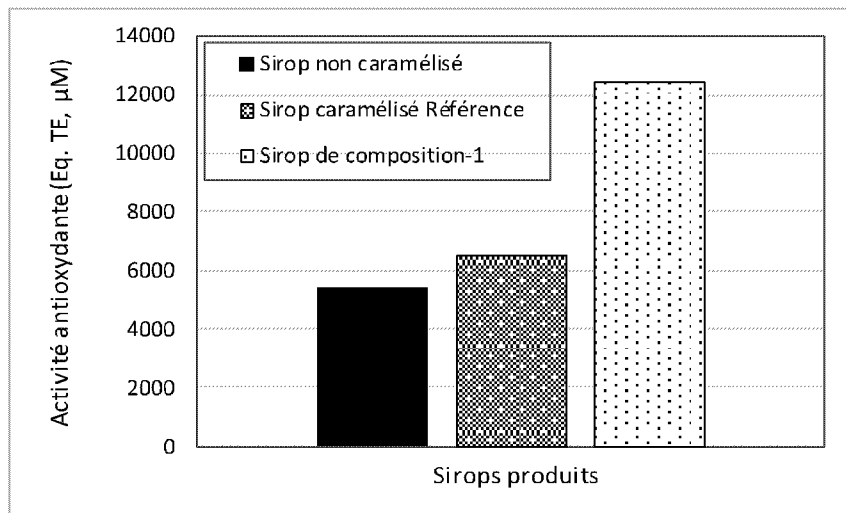


Fig. 15B

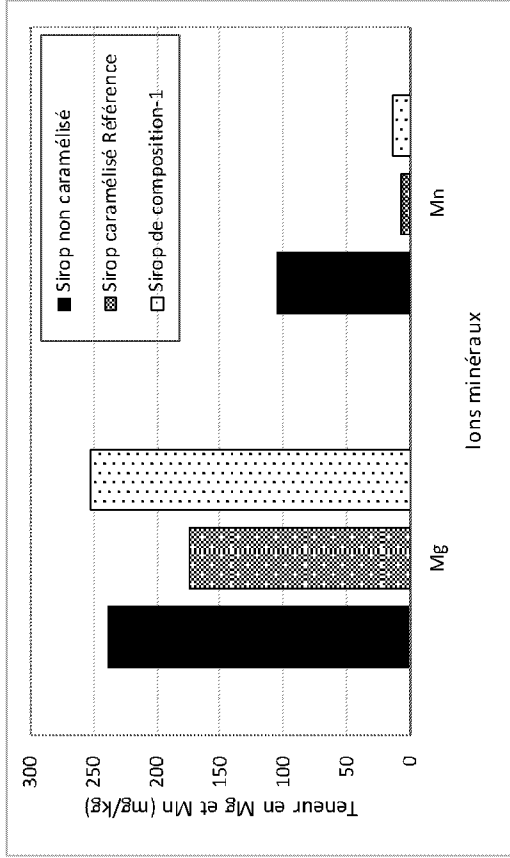
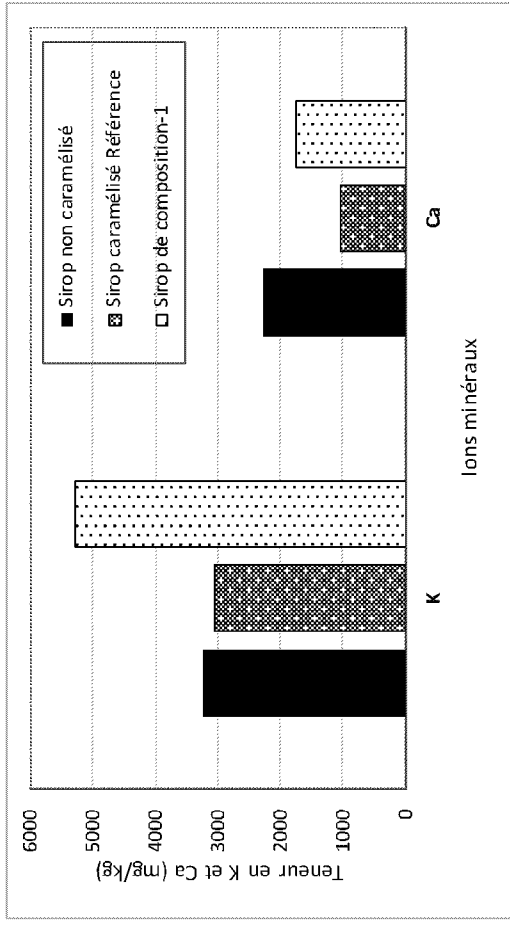


Fig. 16A

Fig. 16B

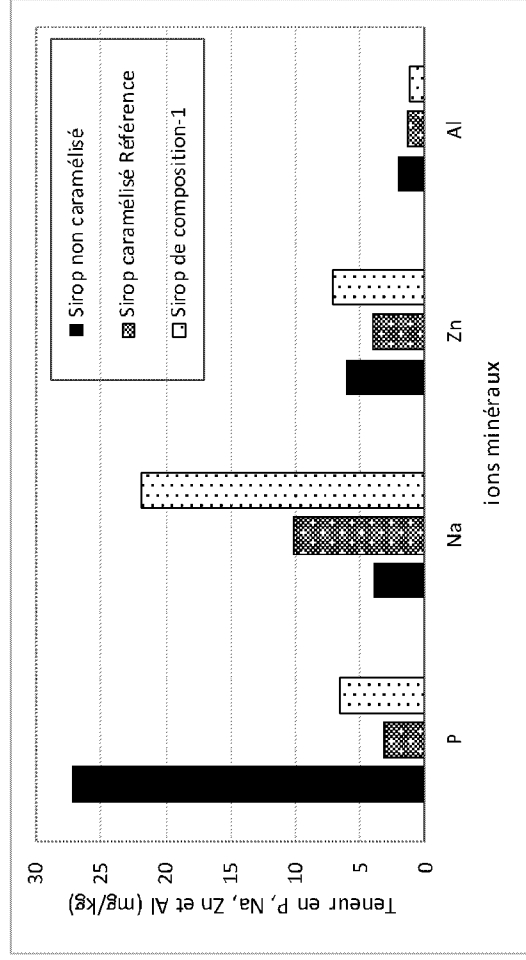


Fig. 16C

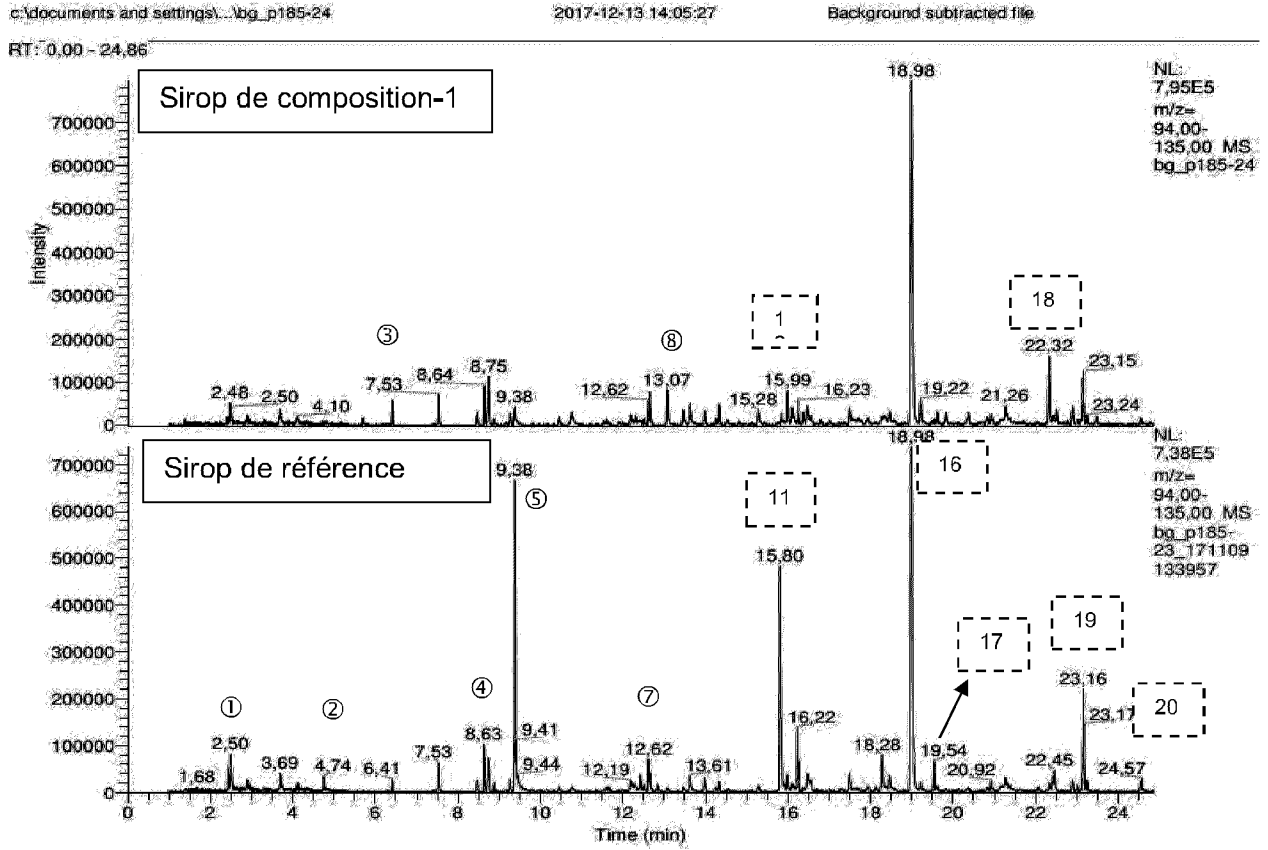


Fig. 17

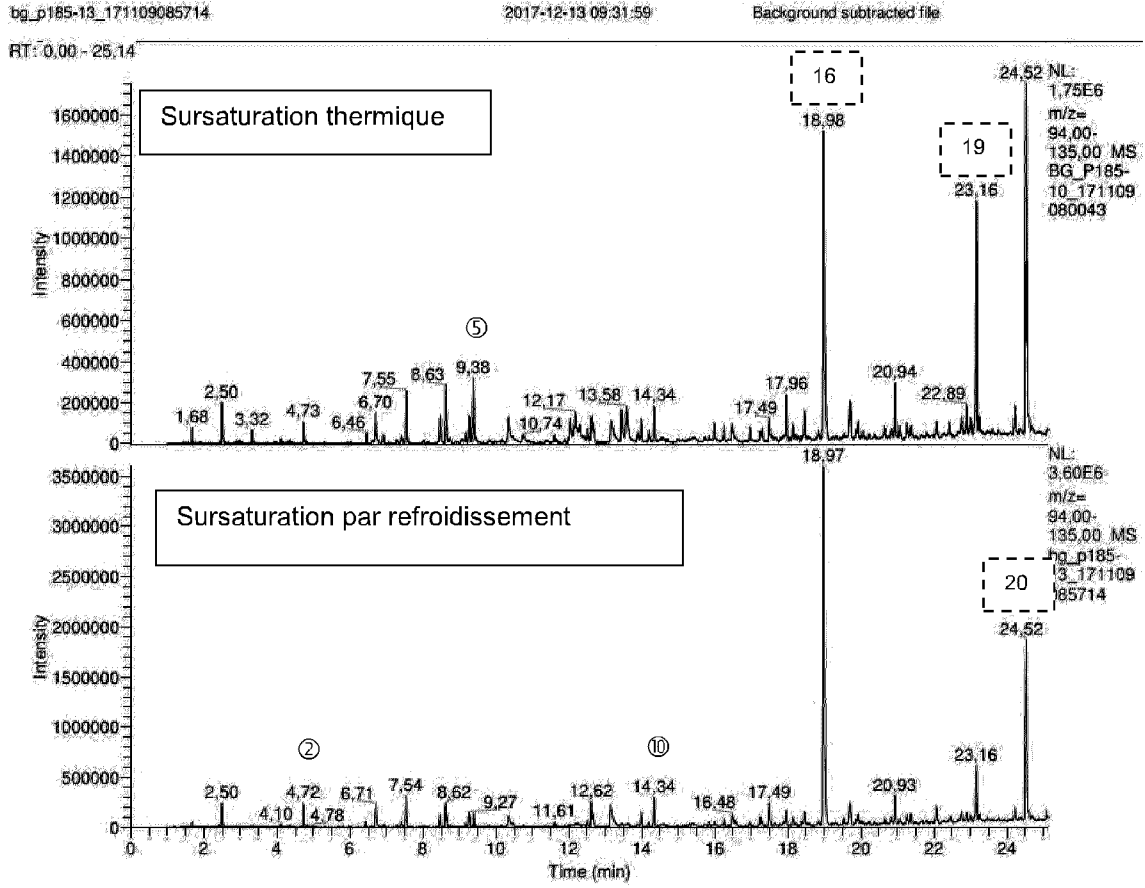


Fig. 18

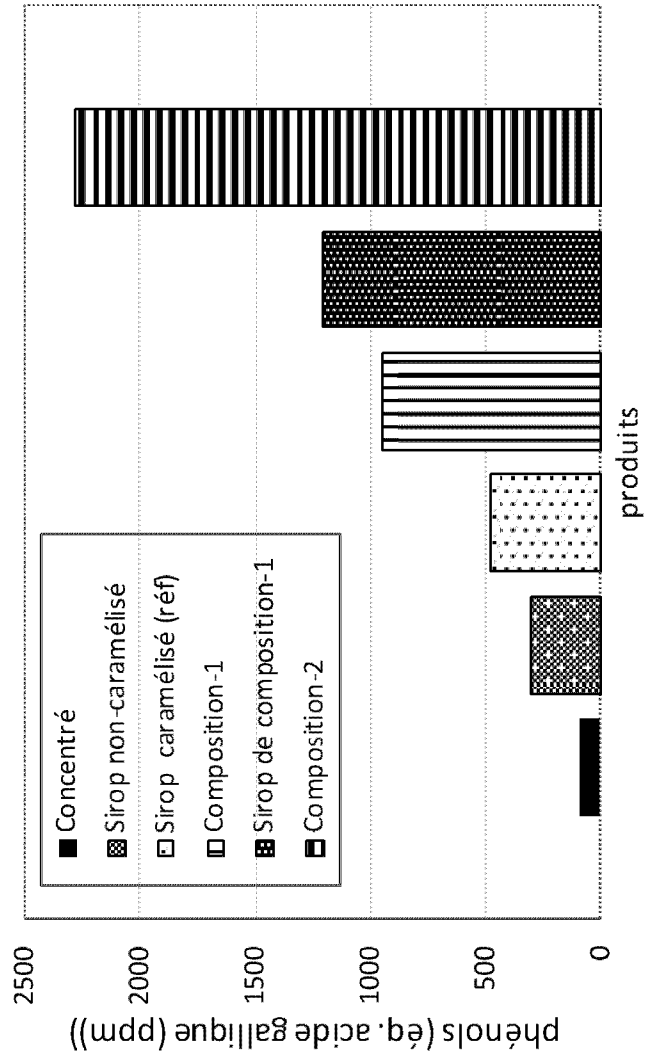


Fig. 19

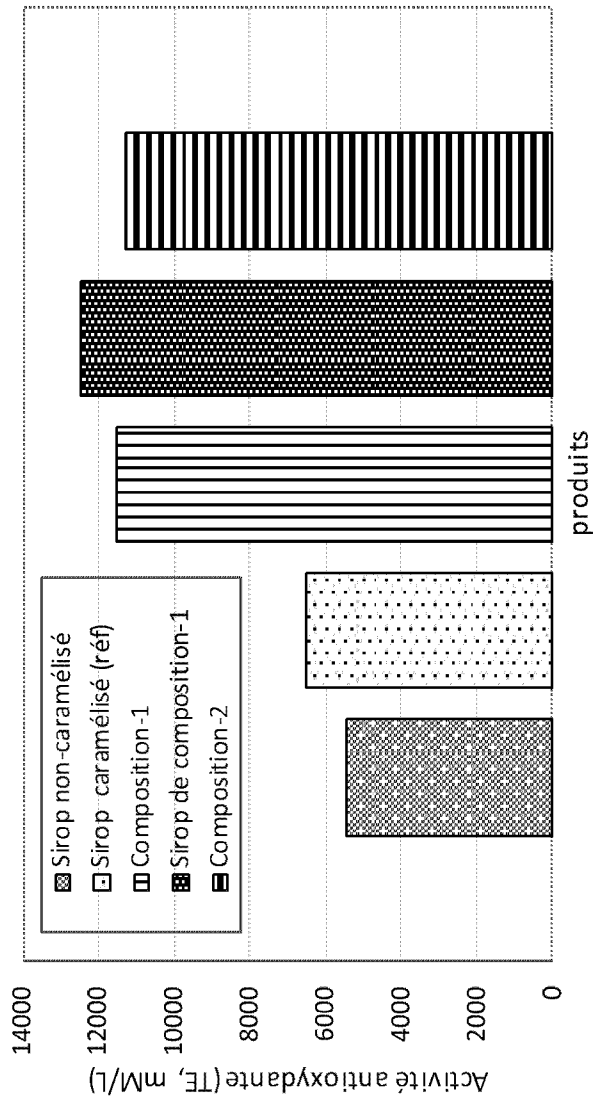


Fig. 20

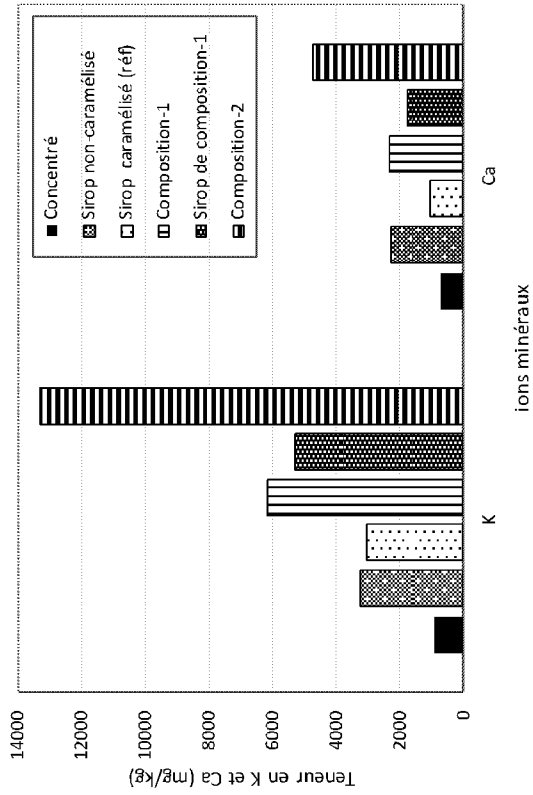


Fig. 21A

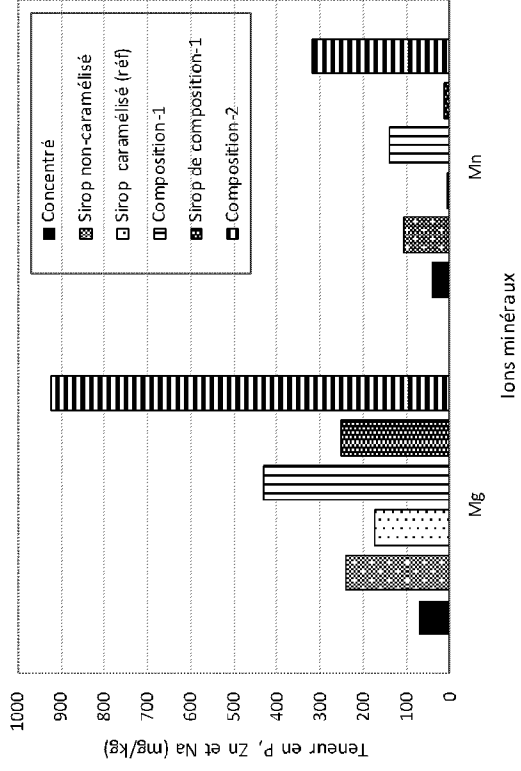


Fig. 21B

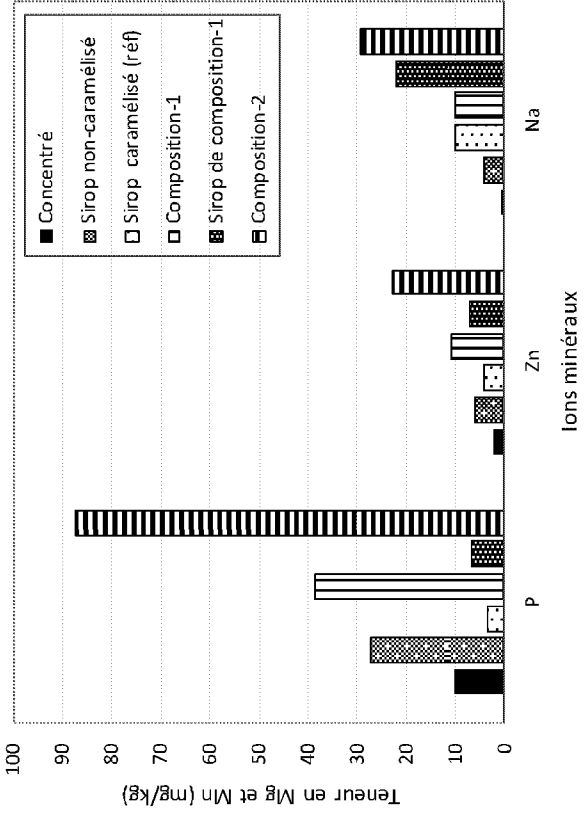


Fig. 21C

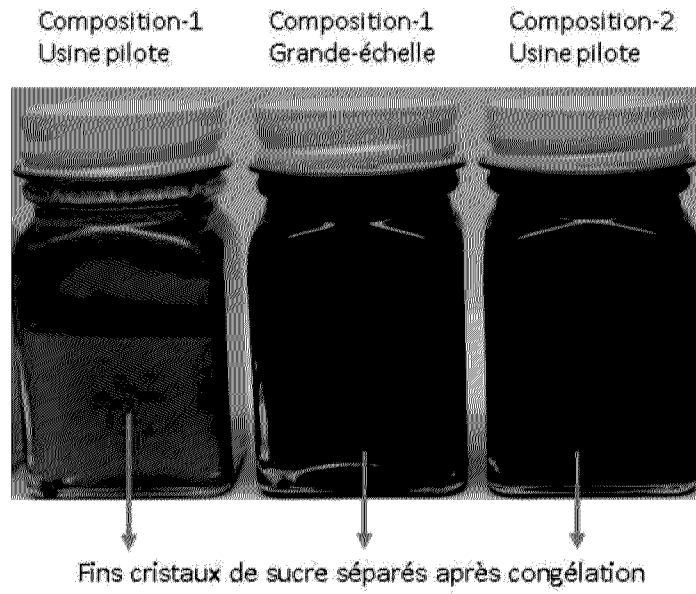


Fig. 22

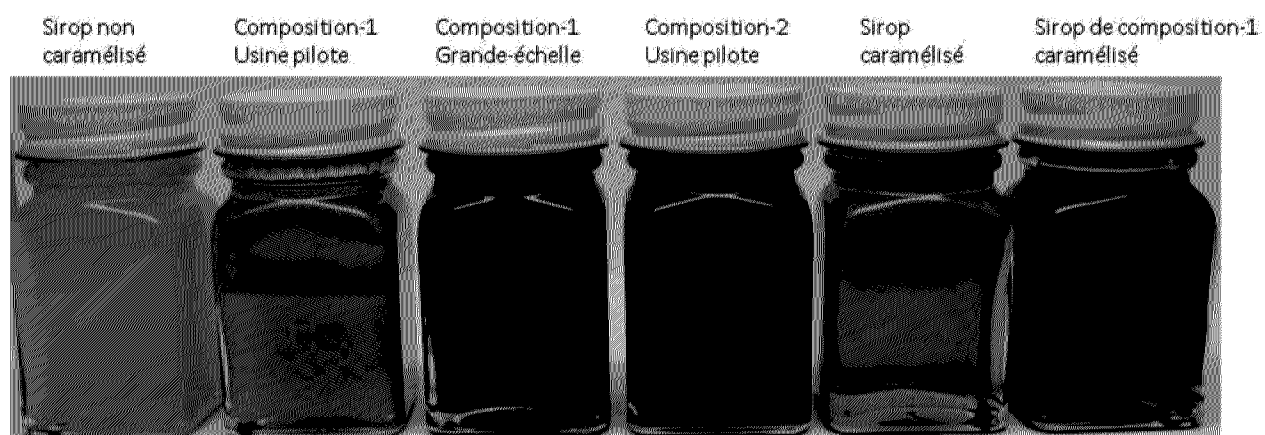
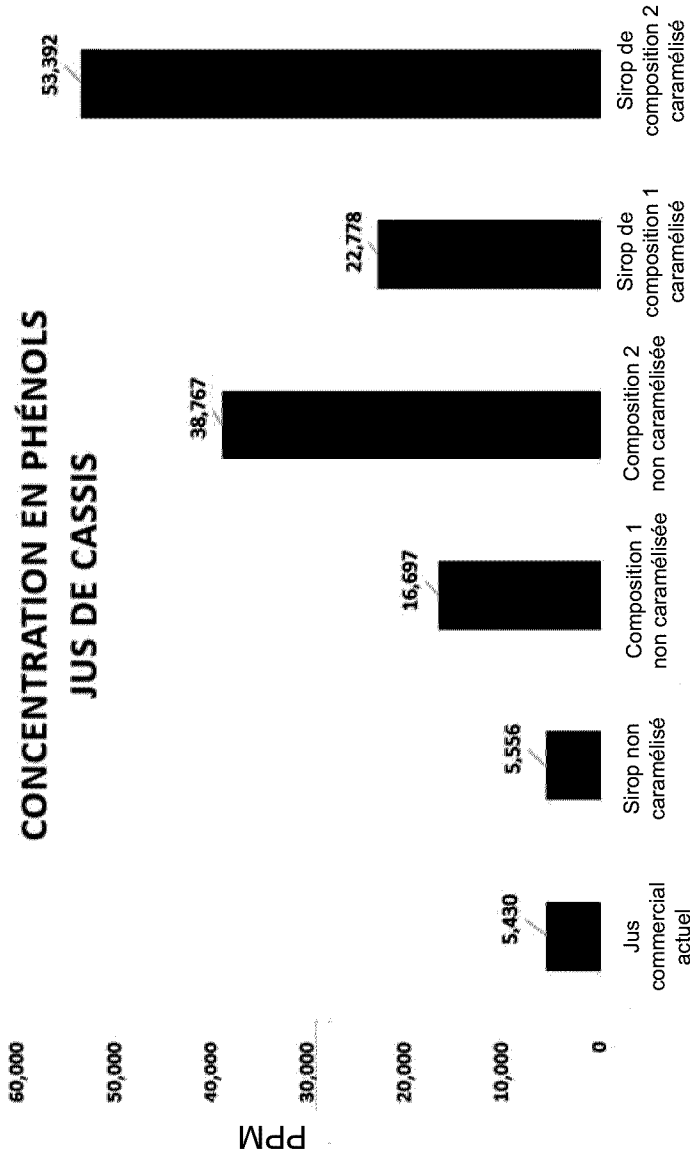


Fig. 23



ÉTAT DU PRODUIT

FIG. 24