

①2 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 09.02.95.

③0 Priorité : 11.02.94 FR 9401573.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : 18.08.95 Bulletin 95/33.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été
établi à la date de publication de la demande.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : *COGIA Forme Juridique: Société
Anonyme — FR.*

⑦2 Inventeur(s) : Deblay Philippe et Carron Didier.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Cabinet Regimbeau.

⑤4 Procédé de préparation d'une composition cosmétique ou alimentaire apte à être conservée, dispositif et composition de longue conservation.

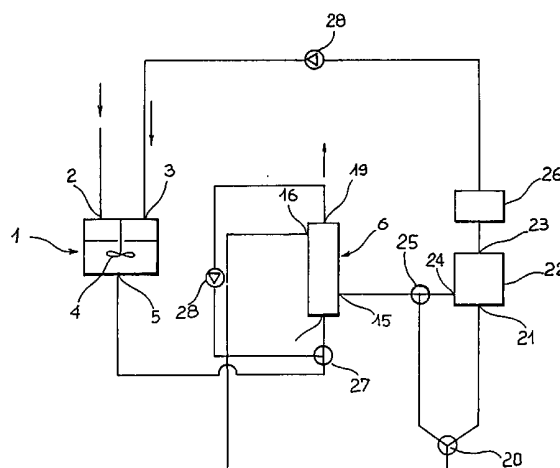
⑤7 La présente invention concerne un procédé de préparation d'une composition cosmétique ou alimentaire apte à être conservée, qui comprend les étapes suivantes:

a) addition à un volume déterminé de ladite composition, d'une quantité d'alcool suffisante pour inactiver substantiellement les microorganismes notamment les germes bactériens,

b) extraction de l'alcool de la composition alcoolisée obtenue à l'étape a) par mise en contact de ladite composition avec une phase réceptrice aqueuse, par l'intermédiaire d'une membrane hydrophobe microporeuse pendant une durée de temps appropriée,

c) récupération de la composition pratiquement désalcoolisée et dépourvue substantiellement de microorganismes actifs.

L'invention a également pour objet la composition cosmétique ou alimentaire récupérée et un dispositif pour mettre en œuvre le procédé.



La présente invention a pour objet un procédé de préparation de compositions liquides d'intérêt aptes à être conservées, notamment des compositions alimentaires en particulier des jus de fruits et des compositions cosmétiques, ainsi qu'un dispositif pour la mise en oeuvre du procédé.

5 La présente invention a également pour objet les compositions de longue conservation, telles qu'elles peuvent être obtenues par ledit procédé, notamment les compositions alimentaires telles que les jus de fruits, les compositions cosmétiques.

10 La présente invention concerne également un procédé de conservation de compositions liquides d'intérêt notamment alimentaires, tels que les jus de fruits, ou à usage cosmétique, visant à limiter considérablement la présence de germes actifs, tels que les bactéries et plus généralement les microorganismes.

15 Il existe de nombreux procédés de préparation de jus de fruits de longue conservation. Par l'expression "jus de fruits" on entendra dans le cadre du présent exposé les dispersions aqueuses résultant du broyage par tous moyens appropriés de la matière présente à l'intérieur des fruits.

20 Une liste des procédés de conservation des jus de fruits est par exemple indiquée dans Encyclopaedia Universalis, édition de 1980, volume 1, pages 673-674, édition Encyclopaedia Universalis France.

On peut distinguer d'une part les procédés chimiques et d'autre part les procédés physiques de conservation.

25 Les procédés chimiques consistent à ajouter dans l'aliment un additif doté d'une action spécifique. L'inconvénient de ces procédés est l'assimilation métabolique souvent difficile de ces additifs et leur usage est de plus en plus réglementé et restreint.

Parmi les procédés physiques, on distingue la pasteurisation, la stérilisation par la chaleur, la conservation au froid ou sous vide, et les radiations ionisantes.

30 - La pasteurisation consiste à chauffer de quelques secondes à quelques minutes le jus à une température typiquement comprise entre 60°C et 95°C. Une grande partie des bactéries et des microorganismes sont ainsi détruits, mais il subsiste cependant des germes vivants, ce qui oblige ensuite à un entreposage permanent au froid (typiquement à environ 4°C). La
35 pasteurisation a pour autre inconvénient une dégradation des qualités organoleptiques des jus traités.

- La stérilisation par la chaleur ou appertisation fait appel à des

températures supérieures à 110°C, pendant plusieurs dizaines de minutes et vise à obtenir une stérilité biologique presque totale. Si la stérilisation permet ensuite une longue conservation, elle présente cependant deux inconvénients majeurs, à savoir une perte de la valeur alimentaire (vitamines, protéines, etc), et une très sensible baisse des qualités organoleptiques.

- La réfrigération, la congélation et la surgélation sont des procédés couramment employés. L'entreposage des aliments constamment au froid, en dessous de 4°C, et jusqu'à - 45°C pour la congélation, est cependant une contrainte lourde.

- La conservation sous vide est utilisée pour éviter l'action oxydante de l'air qui favorise la dégradation des produits biologiques. Ce procédé a comme principal inconvénient d'avoir une efficacité limitée dans le temps.

- Les radiations ionisantes constituent un procédé encore peu utilisé et limité à un nombre restreint d'aliments, car leurs conséquences sur les aliments traités restent encore mal connues.

Les compositions cosmétiques doivent être également préparées de façon à pouvoir les conserver dans des conditions de stérilité satisfaisantes. Les procédés de conservation des compositions cosmétiques sont de même nature (addition de conservateur chimique, stockage au froid, ...) que les procédés de conservation des compositions alimentaires. Ils présentent par conséquent les mêmes inconvénients.

L'invention a pour but de pallier les inconvénients des techniques précitées tant au niveau de la rentabilité du procédé qu'au niveau des propriétés de conservation et de préservation propres aux compositions d'intérêt, notamment les qualités organoleptiques des jus de fruits, les qualités hygiéniques et de soins des compositions cosmétiques.

Par l'expression "compositions d'intérêt", on entend toute composition utile dans l'industrie et qui de plus, requiert d'être préservée des microorganismes pour être conservée pendant une longue durée. Il s'agit principalement d'une composition à usage cosmétique ou alimentaire.

Par l'expression "compositions alimentaires", on entend les liquides naturels (jus de fruits) ou reconstitués (soupes, breuvages divers etc.) et en général tous les liquides qui peuvent être consommés.

Par l'expression "jus de fruits", on entend également outre les jus de fruits proprement dit du type jus d'orange, les jus de légume tels que les

jus de tomate, mais également des compositions de même type, boissons d'effort ou infusions par exemple.

Par composition cosmétique on entend toutes les préparations non médicamenteuses destinées aux soins du corps, à la toilette et à la beauté.

5 Parmi les compositions cosmétiques, on peut citer à titre indicatif et non limitatif les huiles essentielles, les produits extraits par les solvants (oléorésines, concrètes, absolues), les extraits naturels végétaux ou animaux, les substances actives d'origine biotechnologique (fermentation ou réaction enzymatique).

10 En conséquence, un objet de la présente invention est de proposer un procédé de préparation d'une composition d'intérêt à usage cosmétique ou alimentaire, notamment de jus de fruits, apte à être conservée à température ambiante, ledit procédé permettant à la fois une destruction ou une inactivation presque totale des microorganismes, tels que les bactéries,
15 présents initialement, tout en préservant les qualités organoleptiques, la valeur alimentaire ou hygiénique et les propriétés desdites compositions.

 L'invention a également pour objet de proposer un procédé de préparation de compositions alimentaires telles que jus de fruits de longue conservation dont le coût est suffisamment faible pour rendre son utilisation
20 industrielle particulièrement attrayante.

 Un autre objet de la présente invention est de proposer des compositions alimentaires autorisant une longue conservation à température ambiante qui possèdent des qualités organoleptiques et alimentaires sensiblement identiques à celles des compositions alimentaires de départ,
25 même après plusieurs semaines de conservation.

 Un autre objet de la présente invention est de proposer des jus de fruits de longue conservation à température ambiante qui possèdent des qualités organoleptiques nutritives, rafraichissantes et/ou alimentaires sensiblement identiques à celles du jus de fruits fraîchement pressé, même
30 après plusieurs semaines de conservation.

 Un autre objet de la présente invention est de proposer des compositions cosmétiques liquides de longue conservation à température ambiante qui possèdent les propriétés sensiblement identiques à celles des compositions cosmétiques de départ, même après plusieurs semaines de
35 conservation.

 Enfin, un autre objet de la présente invention est de proposer un dispositif permettant de mettre en oeuvre ledit procédé.

D'autres avantages de l'invention apparaîtront au cours de la description qui va suivre.

L'invention, en premier lieu, concerne un procédé de préparation de compositions liquides d'intérêt aptes à être conservées, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- a) addition, à un volume déterminé de ladite composition d'intérêt, d'une quantité d'alcool suffisante pour inactiver substantiellement les microorganismes, notamment les germes bactériens,
- b) extraction de l'alcool de la composition alcoolisée obtenue à l'étape a) par mise en contact de ladite composition avec une phase réceptrice aqueuse, sensiblement exempte dudit alcool, par l'intermédiaire d'une membrane hydrophobe microporeuse pendant une durée appropriée,
- c) récupération de la composition pratiquement désalcoolisée dépourvue substantiellement de microorganismes.

La composition peut ensuite être conservée dans des conditions de stérilité appropriée (emballage, container etc.)

Par l'expression "aptées à être conservées", on entend que ces compositions peuvent être laissées à température ambiante dans des emballages fermés dans les conditions communément utilisées pour ce type de conservation, pendant plusieurs semaines.

Par l'expression "désalcoolisée", on entend que ladite composition récupérée contient une quantité d'alcool faible à très faible, c'est-à-dire de l'ordre de grandeur de celle présente usuellement dans les compositions pour justifier de la dénomination.

Par l'expression "mise en contact", on entend que la composition alcoolisée subit l'influence de la phase réceptrice par différence de la pression osmotique notamment sans qu'il y ait substantiellement de contact physique entre les deux phases liquides.

Les compositions de départ sont généralement celles issues des procédés industriels de fabrication.

Il est bien clair que toutes les étapes du procédé selon l'invention sont effectuées dans des conditions de stérilité requises par les normes en vigueur.

Les compositions liquides sont en général des solutions, des suspensions ou des émulsions.

De façon connue, ces compositions présentent une teneur en solide variant de 20 à 200 g pour 1 litre de composition.

L'invention concerne également un procédé de préparation de compositions alimentaires ou cosmétiques liquides aptes à être conservées
5 selon le procédé indiqué précédemment.

L'invention, en particulier, concerne un procédé de préparation de jus de fruits aptes à être conservés, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 10 a) addition à un volume déterminé de jus de fruits d'une quantité d'alcool suffisante pour inactiver substantiellement les microorganismes, notamment les germes bactériens,
- b) extraction de l'alcool du jus de fruits alcoolisé obtenu à l'étape a) par mise en contact dudit jus avec une phase réceptrice aqueuse, sensiblement exempte dudit alcool, par
15 l'intermédiaire d'une membrane hydrophobe microporeuse pendant une durée appropriée,
- c) récupération du jus de fruits pratiquement désalcoolisé et dépourvu substantiellement de microorganismes actifs.

Par l'expression "aptés à être conservés", on entend que ces jus
20 de fruits peuvent être laissés à température ambiante dans des emballages fermés dans les conditions communément utilisées pour ce type de conservation, pendant plusieurs semaines.

Par l'expression "désalcoolisée", on entend que le jus de fruits récupéré contient une quantité d'alcool faible ou très faible, c'est-à-dire de
25 l'ordre de grandeur de celle présente naturellement dans les jus de fruits.

Les jus de fruits peuvent être aussi bien des jus fraîchement pressés et proviennent d'une unité de broyage ou de pressage des fruits, telle que cela est bien connu dans l'art considéré ou bien être des jus reconstitués proprement dit.

30 L'invention outre les jus de fruits, s'étend à d'autres boissons de même type, notamment boissons d'effort, boissons calmantes telles que les tisanes que l'on désignera aussi bien par l'expression de boissons de confort.

Ces jus de fruits ou autres boissons de confort présentent une teneur en solide variant de 30 à 120 g pour 1 litre de jus. Ces jus comprennent
35 également dissous dans la phase aqueuse les vitamines, les composés organoleptiques et en général tous les composés solubles issus du broyage.

L'invention concerne de plus un procédé de préparation de

compositions cosmétiques liquides aptes à être conservées, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 5 a) addition, à un volume déterminé de ladite composition liquide cosmétique, d'une quantité d'alcool suffisante pour inactiver substantiellement les microorganismes, notamment les germes bactériens,
- 10 b) extraction de l'alcool de la composition alcoolisée obtenue à l'étape a) par mise en contact de ladite composition avec une phase réceptrice aqueuse, sensiblement exempte dudit alcool, par l'intermédiaire d'une membrane hydrophobe microporeuse pendant une durée appropriée,
- c) récupération de ladite composition pratiquement désalcoolisée et dépourvue substantiellement de microorganismes actifs.

15 Les compositions cosmétiques de départ proviennent généralement d'une unité de fabrication de ces compositions, comme cela est bien connu dans l'art considéré.

Il est bien clair que toutes les étapes du procédé selon l'invention sont effectuées dans des conditions de stérilité requises par les normes en vigueur.

20 De façon connue, ces compositions présentent une teneur en solide variant de 20 à 200 g pour 1 litre de composition. Ces compositions comprennent également dissous dans la phase aqueuse les vitamines, les composés organoleptiques, hygiéniques et en général tous les composés solubles issus du procédé de fabrication.

25 Dans le cas des compositions cosmétiques, on peut citer à titre non limitatif les compositions suivantes :

- les huiles essentielles,
- les oléorésines,
- les concrètes, les absolues (extraits à partir de solvant),
- 30 - les extraits naturels animaux ou végétaux, tels qu'un extrait de genévrier,
- les substances actives, d'origine biotechnologique (fermentation ou réaction enzymatique).

35 L'alcool est bien connu pour inactiver les germes qui se trouvent à son contact. L'alcool est, de préférence, utilisé tel quel (alcool à 90° par exemple) afin de ne pas ajouter d'eau ou d'autres substances qui modifieraient la composition d'intérêt notamment la teneur et le goût du jus

de fruits ou de la boisson de confort ou la qualité de la composition cosmétique.

Par "alcool", on entend tout alcool dont l'absorption à faible dose par l'organisme humain ou l'application topique sur l'organisme humain ne
5 présente aucun problème de toxicité. Ainsi, on utilise préférentiellement, l'alcool éthylique qui présente en outre l'avantage d'être peu onéreux. Enfin, de nombreuses compositions alimentaires, notamment les jus de fruits contiennent déjà à l'état naturel une faible concentration d'alcool éthylique, et donc l'élimination de l'alcool au moyen de la seconde phase du procédé
10 peut éventuellement être arrêtée dès que la concentration en alcool est redescendue à la concentration "naturelle".

En général, il est possible d'ajouter l'alcool dans le récipient final de conservation, ou bien mélanger l'alcool et la composition avant de l'introduire dans ledit récipient de conservation.

15 La quantité d'alcool à ajouter pour s'assurer d'une efficacité maximale dépend bien évidemment de la quantité et de la nature des microorganismes présente initialement et de la nature de la composition.

Par l'expression "inactiver substantiellement les microorganismes, on entendra que, au moins, 90 % de celles-ci seront définitivement détruites.

20 Un procédé permettant de déterminer la quantité d'alcool nécessaire à l'inactivation de la plupart des germes consistera à tester des échantillons de compositions sur boîte de Pétri.

La quantité d'alcool normalement nécessaire pour une telle inactivation est généralement comprise entre 5 et 25 % en volume par
25 rapport au volume de composition. Il est évidemment possible d'ajouter une quantité d'alcool supérieure, mais on a noté que des quantités supplémentaires n'apportaient pas de destruction ou d'inactivation substantiellement supérieure de ces germes. Par contre, un ajout d'au moins 5 % en volume est généralement nécessaire pour assurer une inactivation
30 suffisante.

Toutes les compositions cosmétiques liquides peuvent être traitées au moyen du procédé objet de la présente invention.

De même, toutes les compositions alimentaires et notamment tous les jus de fruits peuvent être traités au moyen du procédé, objet de la présente
35 invention.

L'invention s'est révélée particulièrement appropriée pour la plupart des jus d'importance économique : jus d'orange, de pamplemousse, de

pomme, de raisin, d'ananas et de tomate.

Du fait du contact entre la composition liquide d'intérêt notamment alimentaire ou cosmétique alcoolisée et la phase réceptrice, cette dernière va s'enrichir en alcool extrait, notamment l'éthanol. Cette
5 concentration en alcool devra toutefois rester toujours inférieure à celle existante dans la composition alcoolisée de façon à maintenir un gradient de pression de vapeur en alcool élevé.

Le flux d'alcool, notamment d'éthanol, à travers la membrane peut varier selon la nature de celle-ci et les différences de concentration
10 d'éthanol entre la composition alcoolisée et la phase réceptrice.

Néanmoins, afin d'éviter une désalcoolisation trop faible qui nuirait à l'exploitation industrielle du procédé, il est préférable que la phase réceptrice ne contienne pas une quantité d'alcool extrait, telle qu'elle puisse diminuer considérablement le flux d'extraction d'alcool. De ce fait,
15 avantageusement, le flux variera entre 10^{-2} l/h.m² et 10 l/h.m², de préférence entre 10^{-1} l/h.m² et 2 l/h.m².

Par l'expression "phase réceptrice aqueuse", on entend une solution aqueuse, c'est-à-dire qui ne comprend sensiblement pas de substances organiques dissoutes, à part l'alcool provenant de la composition
20 alcoolisée. Il s'agit donc généralement d'eau dans laquelle un ou plusieurs sels minéraux modifiant l'activité de l'eau peuvent être ajoutés. De façon générale dans le présent exposé, la phase aqueuse comprendra au moins 50 % en poids d'eau, le restant étant éventuellement constitué en majeure partie de sels minéraux.

25 Selon une première variante du procédé de l'invention, il faudra veiller à ce que cette eau ne comprenne sensiblement pas de soluté susceptible d'augmenter de façon notable la pression osmotique de la solution, tel qu'un sel minéral comme un chlorure par exemple, qui pourrait provoquer également le transfert de molécules d'eau à travers la membrane,
30 et ainsi déshydrater la composition cosmétique.

Dans ce cas, l'activité de l'eau doit en effet être à peu près égale des deux côtés de la membrane, de façon qu'il n'y ait sensiblement pas de transfert d'eau à travers la membrane (l'eau pourrait également passer sous
forme de vapeur d'eau). Ainsi, la phase réceptrice ne doit pas sensiblement
35 abaisser l'activité de l'eau afin d'éviter précisément cette déshydratation.

Selon une seconde variante du procédé, on pourra ajouter volontairement à l'eau au moins un sel minéral, permettant d'obtenir une

pression osmotique de la phase réceptrice supérieure à celle de la composition liquide, de manière à déshydrater la composition liquide simultanément à la désalcoolisation. Cette solution aqueuse ne devra pas contenir plus de 50 % en poids dudit soluté. Le sel minéral est
5 préférentiellement un chlorure tel que le chlorure de calcium, mais il peut être également le chlorure de sodium ou le chlorure de magnésium ou un autre sel dans le cas où l'on ne souhaite qu'une déshydratation mineure.

En ce qui concerne les jus de fruits, du fait du contact entre le jus de fruits alcoolisé et la phase réceptrice, cette dernière va s'enrichir en
10 alcool extrait, notamment l'éthanol. Cette concentration en alcool devra toutefois rester toujours inférieure à celle existante dans le jus de fruits alcoolisé de façon à maintenir un gradient de pression de vapeur en alcool élevé.

Le flux d'alcool, notamment d'éthanol, à travers la membrane peut
15 varier selon la nature de celle-ci et les différences de concentration d'éthanol entre le jus de fruits alcoolisé et la phase réceptrice. Néanmoins, afin d'éviter une désalcoolisation trop faible qui nuierait à l'exploitation industrielle du procédé, il est préférable que la phase réceptrice ne contienne pas une quantité d'alcool extrait, telle qu'elle puisse diminuer
20 considérablement le flux d'extraction d'alcool. De ce fait, avantageusement, le flux variera entre 10^{-2} l/h.m² et 10 l/h.m², de préférence entre 10^{-1} l/h.m² et 2 l/h.m².

Il en est de même en ce qui concerne la concentration d'alcool de la phase réceptrice aqueuse, pour toutes les compositions mises en oeuvre par
25 le procédé selon l'invention.

Par "membrane hydrophobe microporeuse", on désigne ici des membranes comprenant des pores non visibles à l'oeil nu mais détectables au microscope optique ou électronique. Plusieurs critères peuvent être retenus pour choisir ce type de membrane. En effet, si le diamètre moyen des pores
30 est un paramètre essentiel, la porosité volumique, c'est-à-dire le pourcentage en volume des pores par rapport au volume total du matériau doit être également pris en compte. Avantageusement, le diamètre moyen des pores est compris entre 0,01 et 5 microns, et encore plus avantageusement entre 0,05 et 1 micron. La porosité volumique sera de préférence supérieure à 40 %,
35 avantageusement supérieure à 70 %.

De manière générale, les membranes hydrophobes sont formées de matériaux polymères qui ne comportent essentiellement pas de groupes

hydrophiles dans leur réseau. Elles sont donc essentiellement constituées de polymères obtenus à partir d'hydrocarbures tels que les polyoléfines. Parmi ces polyoléfines, on citera avantageusement les polyéthylènes, polypropylènes, polyisopropylènes, polyvinylidènes, ou un mélange de ces différents polymères. Ces polyoléfines peuvent être éventuellement fluorées
5 telles que les polytétrafluoroéthylènes ou les polyfluorovinylidènes. C'est un trait néanmoins essentiel de l'invention que la membrane ait un caractère hydrophobe. Ces membranes sont présentées habituellement sous forme planes ou de fibres creuses.

10 Du fait de l'hydrophobicité de la membrane, la composition alcoolisée jusqu'à 25 % d'alcool ne mouille pas la membrane, et ne peut donc la traverser. La différence de concentration en alcool entre, d'une part la composition à traiter et d'autre part l'eau, provoque un gradient de pression de vapeur en alcool entre les deux faces de la membrane. Du fait de ce
15 gradient, l'alcool de la composition s'évapore le long de la membrane, traverse la membrane, et se dissout dans l'eau de l'autre côté de la membrane.

Les particules non volatiles en solution dans la composition restent donc intégralement en solution dans la composition, ce qui permet une excellente préservation de ses qualités, notamment hygiéniques,
20 organoleptiques.

La composition récupérée, la composition alimentaire, notamment le jus désalcoolisé ou la composition cosmétique, peut être immédiatement utilisé, consommé ou conditionné sans aucune opération supplémentaire et notamment sans ajout d'eau.

25 Le procédé de préparation selon une variante avantageuse est caractérisé en ce qu'un courant de composition d'intérêt est mis en contact avec une phase réceptrice aqueuse mobile formée d'eau, par l'intermédiaire d'une membrane hydrophobe microporeuse, telle que décrite ci-dessus.

L'eau ayant ainsi été mise en contact avec la composition est
30 avantageusement traitée de façon à en extraire l'alcool, notamment par distillation, l'alcool étant éventuellement recyclé à l'étape a).

L'eau recevant l'alcool en provenance de la composition après son passage dans la membrane s'enrichit donc en alcool au cours du temps. La concentration en alcool de l'eau croît, et provoque une diminution du
35 gradient de pression de vapeur en alcool entre les deux faces de la membrane.

Afin de maintenir ce gradient dans un intervalle de valeur acceptable, on a trouvé avantageux de mettre en oeuvre l'une des variantes

suivantes :

- faire circuler de l'eau en boucle ouverte,
- disposer d'un volume d'eau suffisant pour que ce gradient ne s'annule que lorsque la concentration en alcool dans la composition devient
5 très faible. Ce volume est ensuite soit renouvelé, soit distillé pour l'élimination de l'alcool,

- faire circuler en boucle fermée, en éliminant soit périodiquement soit en continu l'alcool en solution dans l'eau. Par exemple, une dérivation peut être installée, qui conduit une partie de l'eau vers un
10 appareil de distillation, l'eau libérée d'alcool en sortie de cet appareil étant refroidie puis réinjectée dans la boucle de circulation. Le retraitement de l'eau pour en réextraire l'alcool permet de récupérer l'alcool, qui peut être réutilisé pour la première étape du procédé, et éviter ainsi presque toute consommation d'alcool.

15 Très généralement, la composition, notamment le jus de fruits, le plus souvent n'est pas désalcoolisé en un passage. Une circulation en circuit fermé est donc appropriée.

Le procédé peut être mis en oeuvre à toute température supérieure à 0°C. Une température supérieure à environ 50°C n'est cependant pas à
20 conseiller, car le chauffage préalable de la composition à cette température provoquerait une dégradation de ses qualités essentielles organoleptiques et autres. La mise en oeuvre la plus simple, et qui est tout à fait satisfaisante quant aux performances de l'extraction d'alcool, est de procéder à température ambiante. Une différence éventuelle de température entre la
25 composition à traiter et l'eau servant à l'extraction de l'alcool ne perturbe pas le bon fonctionnement du procédé, tant qu'elle reste de l'ordre de quelques degrés.

L'invention a également pour objet une composition d'intérêt liquide, sensiblement dépourvue de microorganismes, apte à être conservée à
30 température ambiante, telle qu'elle peut être obtenue par le procédé ci-dessus.

L'invention a également pour objet une composition cosmétique liquide, sensiblement dépourvue de microorganismes, apte à être conservée à
35 température ambiante, telle qu'elle peut être obtenue par le procédé ci-dessus.

L'invention a également pour objet une composition alimentaire, sensiblement dépourvue de microorganismes, apte à être conservée à

température ambiante, telle qu'elle peut être obtenue par le procédé ci-dessus.

L'invention a également pour objet un jus de fruit sensiblement dépourvu de microorganismes, apte à être conservé à température ambiante, tel qu'il peut être obtenu par le procédé décrit ci-dessus.

L'invention a également pour objet un dispositif pour la mise en oeuvre du procédé décrit précédemment caractérisé en ce qu'il est constitué d'une chambre comportant un ou plusieurs compartiments munis d'une entrée de compositions alcoolisées, notamment compositions alimentaires telles jus de fruits ou compositions cosmétiques et d'une sortie de composition, lesdits compartiments étant séparés, par une membrane hydrophobe, d'un ou plusieurs conduits pourvus d'une entrée d'une phase aqueuse réceptrice, notamment d'eau, et d'une sortie d'eau alcoolisée.

Selon une variante avantageuse, ladite entrée de compositions alcoolisées est reliée à un mélangeur pourvu d'une entrée de compositions à traiter et d'une entrée d'alcool. Un mélangeur statique recevant d'une part la composition à traiter et d'autre part l'alcool est ainsi tout à fait adapté.

Selon une autre variante avantageuse, la sortie d'eau alcoolisée est reliée à l'entrée d'eau par l'intermédiaire d'une dérivation comportant sur une branche, en série un appareil à distiller l'alcool et un réfrigérant, l'évacuation de l'alcool étant, éventuellement, reliée à l'entrée d'alcool du mélangeur.

Dans ce dernier cas, il s'agit d'un dispositif permettant de recycler l'eau ainsi que l'alcool.

De tels dispositifs sont notamment décrits dans la demande de brevet EP-A-539 280.

Le dispositif selon l'invention va maintenant être décrit selon une variante particulière non limitative, illustrée par les figures 1 et 2, en annexe.

- La figure 1 est une vue schématique d'un dispositif selon l'invention pourvu d'un circuit de recyclage.

- La figure 2 est une vue en coupe du dispositif d'extraction d'alcool. Cet extracteur est identique au module décrit à la figure 2 de la demande de brevet EP-A-0 539 280.

Selon la figure 1, un mélangeur 1 comporte une entrée de compositions à traiter 2, une entrée d'alcool 3 et une évacuation 5, ce mélangeur étant pourvu d'un agitateur 4.

La sortie 5 du mélangeur est reliée à l'entrée 12 de l'extracteur 6 qui va être décrit en liaison avec la figure 2.

L'extracteur 6 est formé d'une structure tubulaire 7 fermée à proximité de ces deux extrémités par deux bouchons 8 délimitant d'une part un tube interne 9 et de part et d'autre de ce tube interne, deux extrémités tubulaires 10. Un module de fibres creuses 11 est placé co-axialement dans ledit tube interne. Ce module constitué d'une multiplicité de fibres creuses accolées 17 est fixé à ses extrémités aux bouchons 8, de telle manière que l'intérieur des fibres 18 puisse au moyen de cavités ménagées dans lesdits bouchons communiquer avec les extrémités externes de la structure tubulaire. Lesdites extrémités tubulaires sont reliées à des tubes 12, 19 de façon étanche, au moyen de joints 13, l'un des tubes permettant d'alimenter les fibres en composition alcoolisée, et l'autre tube permettant de récupérer la composition désalcoolisée. Le volume extérieur aux fibres est rempli d'une phase réceptrice aqueuse 14 préférentiellement de l'eau. Avantageusement, cette phase réceptrice est mobile et dans ce cas, les fibres sont alimentées au moyen d'une entrée 15 située à l'une des extrémités du tube interne, et récupérées à l'autre extrémité par une sortie 16.

La phase réceptrice entrant par l'entrée 15 est évacuée par la sortie 16 jusqu'à une vanne à trois voies 20 qui permet soit le retour vers l'entrée 15 par l'intermédiaire de la connection 25, soit le passage vers l'entrée 21 d'un distillateur 22. Ce distillateur 22 permet de séparer, d'une part l'alcool qui est évacué par la sortie 23 et, d'autre part l'eau qui est recyclée en sortant par l'évacuation 24 reliée à l'entrée 15 par l'intermédiaire de la connection 25. L'alcool évacué par la sortie 23 est refroidi dans un échangeur 26 et réintroduit dans le mélangeur par l'entrée 3.

Selon une variante, la composition circule en circuit fermé, la sortie 19 étant reliée par l'intermédiaire d'une vanne à trois voies 27 à l'entrée 12. Des pompes 28 assurent la circulation du jus de fruits et de l'eau.

L'invention est maintenant illustrée par deux exemples de réalisation.

Le premier exemple a concerné le traitement d'un jus de raisin. Pour l'expérience décrite ci-après, on a utilisé du jus de raisin noir limpide. La concentration en sucres (principalement saccharose) était de 147 g/l, l'acidité totale de 4,6 g/l (exprimé en acide sulfurique), et le pH de 3,6. La masse volumique initiale était de 1043 g/l.

La première étape du procédé consiste à ajouter à ce jus, 64 g d'alcool éthylique à hauteur de 16 % en volume, de façon à former un volume final de 500 millilitres. L'ajout a été réalisé en exposant le moins possible le jus de raisin à l'air, de façon à éviter toute oxydation du jus.

5 Le mélange placé dans un bécher a ensuite été agité pendant quinze minutes au moyen d'un barreau aimanté tournant, puis laissé au repos pendant deux heures.

Pour la seconde étape du procédé, on a utilisé un module de microfiltration de marque "Microdyn-Enka", composé de 40 tubes capillaires
10 en membrane microporeuse, en polypropylène, d'un diamètre intérieur de 1,8 mm, présentant une surface membranaire totale de 0,1 m². L'épaisseur des parois membranaires est de 400 microns, et le diamètre moyen des pores est de 0,2 micron.

Au moyen d'une pompe centrifuge, on a fait circuler les 500 ml de
15 jus de raisin à l'intérieur des tubes, à une vitesse de l'ordre de 0,3 m/s. A l'extérieur des tubes, on a fait circuler de l'eau du robinet au moyen d'une pompe centrifuge à partir d'un volume initial égal à 25 litres.

Le jus circulant vers le module à partir d'une éprouvette graduée de 10 en 10 ml, la diminution de volume du jus a été enregistrée en fonction
20 du temps.

De nouveau, tout contact entre le jus et l'air a été minimisé pour éviter toute oxydation du jus de raisin.

La cinétique suivante a été enregistrée :

	<u>TEMPS</u>	<u>DIMINUTION CUMULEE DE VOLUME</u>
25	t = 0	0 ml
	t = 1 h	30 ml
	t = 2 h	60 ml
	t = 3 h	80 ml
	t = 4 h	80 ml

30 Au bout de 4 heures, la seconde étape a été arrêtée. La quantité résiduelle d'alcool a alors été mesurée et a été trouvée inférieure à 0,2 % en volume, valeur tout à fait acceptable pour une consommation future du jus.

L'invention est également illustrée par un second exemple de réalisation.

35 Cet exemple a concerné le traitement d'un extrait hydroglycolique de genévrier (*Juniperus communis*). Cet extrait à l'aspect d'un liquide marron clair, de pH voisin de 5, et constitué de 5 % de matière sèche dans un

mélange eau propylène glycol (1/1). La masse volumique initiale était de 1048 g/l à 20°C.

La première étape du procédé consiste à ajouter à cet extrait, 80 g d'alcool éthylique à hauteur de 10 % en volume, de façon à former un volume final de 1000 millilitres. L'ajout a été réalisé en exposant le moins possible l'extrait de genévrier à l'air de façon à éviter toute oxydation.

Le mélange placé dans un bécher a ensuite été agité pendant quinze minutes au moyen d'un barreau aimanté tournant, puis laissé au repos pendant deux heures.

Pour la seconde étape du procédé, on a utilisé un module de microfiltration de marque "Microdyn-Enka", composé de 40 tubes capillaires en membrane microporeuse, en polypropylène, d'un diamètre intérieur de 1,8 mm, présentant une surface membranaire totale de 0,1 m². L'épaisseur des parois membranaires est de 400 microns, et le diamètre moyen des pores est de 0,2 micron.

Au moyen d'une pompe centrifuge, on a fait circuler les 1000 ml d'extrait de genévrier à l'intérieur des tubes, à une vitesse de l'ordre de 0,3 m/s. A l'extérieur des tubes, on a fait circuler de l'eau du robinet au moyen d'une pompe centrifuge à partir d'un volume initial égal à 10 litres.

L'extrait de genévrier circulant vers le module à partir d'une éprouvette graduée de 10 en 10 ml, la diminution de volume a été enregistrée en fonction du temps.

De nouveau, tout contact entre l'extrait de genévrier et l'air a été minimisé pour éviter toute oxydation.

La cinétique suivante a été enregistrée :

	<u>TEMPS</u>	<u>DIMINUTION CUMULEE DE VOLUME</u>
	t = 0	0 ml
	t = 2 h	50 ml
	t = 4 h	78 ml
	t = 5 h	85 ml
	t = 6 h	90 ml

Au bout de 6 heures, la seconde étape a été arrêtée. La quantité résiduelle d'alcool a alors été mesurée et a été trouvée inférieure à 1 % en volume, valeur tout à fait acceptable pour une utilisation de l'extrait de genévrier dans le domaine cosmétologique.

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation d'une composition liquide d'intérêt apte à être conservée, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 5 a) addition, à un volume déterminé de ladite composition, d'une quantité d'alcool suffisante pour inactiver substantiellement les microorganismes, notamment les germes bactériens,
- b) extraction de l'alcool de la composition alcoolisée obtenue à l'étape a) par mise en contact de ladite composition avec une phase réceptrice aqueuse, sensiblement exempte dudit alcool,
- 10 par l'intermédiaire d'une membrane hydrophobe microporeuse pendant une période de temps appropriée,
- c) récupération de la composition pratiquement désalcoolisée dépourvue substantiellement de microorganismes actifs.

2. Procédé de préparation selon la revendication 1, caractérisé en
15 ce que l'alcool est l'alcool éthylique.

3. Procédé de préparation selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la quantité d'alcool est supérieure à 5 % en volume.

4. Procédé de préparation selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la membrane microporeuse présente une porosité
20 volumique supérieure à 40 %, avantageusement supérieure à 70 %, et en ce que la taille moyenne des pores est comprise entre 0,01 et 5 microns.

5. Procédé de préparation selon la revendication 4, caractérisé en ce que la membrane hydrophobe est choisie dans le groupe constitué par les polyoléfines éventuellement fluorées.

6. Procédé de préparation selon la revendication 1, caractérisé en
25 ce que la phase réceptrice aqueuse est substantiellement formée d'eau.

7. Procédé de préparation selon la revendication 1, caractérisé en ce que la phase réceptrice est une solution aqueuse d'au moins un sel minéral permettant d'abaisser l'activité de l'eau, de façon à concentrer par
30 déshydratation la composition simultanément à sa désalcoolisation.

8. Procédé de préparation selon la revendication 7, caractérisé en ce que le sel minéral est choisi parmi le chlorure de calcium, le chlorure de sodium, le chlorure de magnésium.

9. Procédé de préparation selon la revendication 1, caractérisé en
35 ce qu'un courant de composition est mis en contact avec une phase réceptrice aqueuse mobile, par l'intermédiaire d'une membrane hydrophobe microporeuse.

10. Procédé de préparation selon la revendication 9, caractérisé en ce que la phase réceptrice aqueuse, après qu'elle ait été mise en contact avec la composition, est traitée de façon à en extraire l'alcool, notamment par distillation, l'alcool étant éventuellement recyclé pour effectuer l'étape a).

5 11. Procédé de préparation selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la composition d'intérêt est choisie dans le groupe constitué par les solutions, les suspensions, les émulsions.

12. Procédé de préparation selon la revendication 11, caractérisé en ce que la composition d'intérêt est à usage alimentaire ou cosmétique.

10 13. Procédé de préparation selon la revendication 12, caractérisé en ce que la composition cosmétique est choisie dans le groupe constitué par les huiles essentielles, les produits extraits par les solvant, les extraits naturels, les substances actives d'origine biotechnologique.

15 14. Procédé de préparation selon la revendication 12, caractérisé en ce que la composition alimentaire est un jus de fruit.

15. Composition alimentaire substantiellement dépourvue de microorganismes, apte à être conservée à température ambiante telle qu'elle peut être obtenue par le procédé selon l'une des revendications 1 à 12 et 14.

20 16. Jus de fruit substantiellement dépourvu de microorganismes, apte à être conservé à température ambiante, tel qu'il peut être obtenu par le procédé selon l'une des revendications 1 à 12 et 14.

17. Composition cosmétique substantiellement dépourvue de microorganismes, apte à être conservée à température ambiante telles qu'elle peut être obtenue par le procédé selon l'une des revendications 1 à 13.

25 18. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 14, caractérisé en ce qu'il est constitué d'une chambre (7) comportant un ou plusieurs compartiments (11) munis d'une entrée (12) de composition alcoolisée et d'une sortie (19) de composition, lesdits compartiments étant séparés, par une membrane hydrophobe d'environ
30 plusieurs conduits (18) pourvus d'une entrée (15) d'une phase aqueuse réceptrice, notamment d'eau, et d'une sortie (16) d'eau alcoolisée.

19. Dispositif selon la revendication 18, caractérisé en ce que ladite entrée (12) de composition alcoolisée est reliée à un mélangeur (1) pourvu d'une entrée de composition à traiter et d'une entrée d'alcool.

20. Dispositif selon la revendication 18 ou 19, caractérisé en ce que la sortie (16) d'eau alcoolisée est reliée à l'entrée (15) de la phase réceptrice par l'intermédiaire d'un appareil à distillation d'alcool (22), l'évacuation (23) d'alcool étant éventuellement reliée à l'entrée (3) d'alcool du mélangeur.

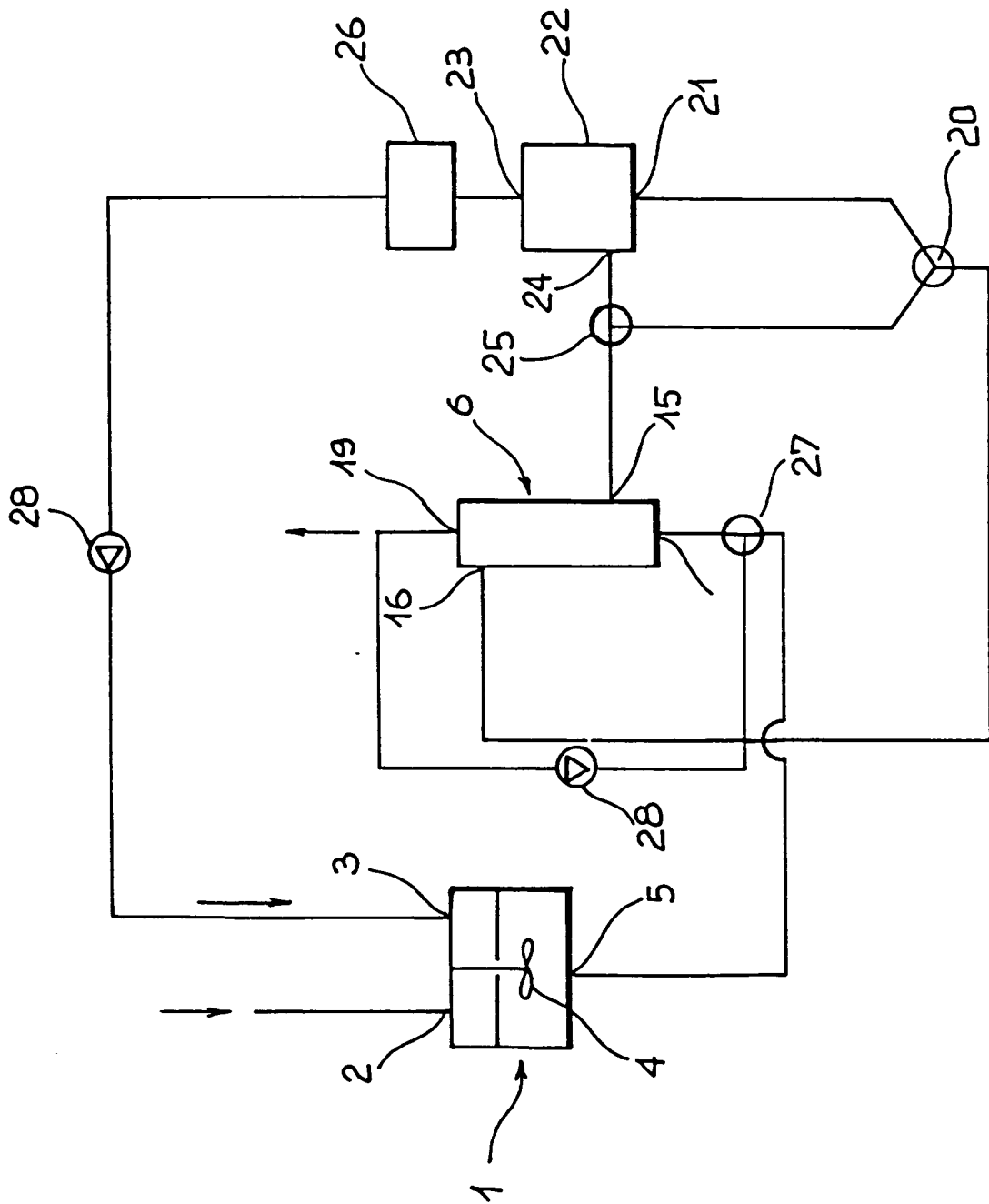
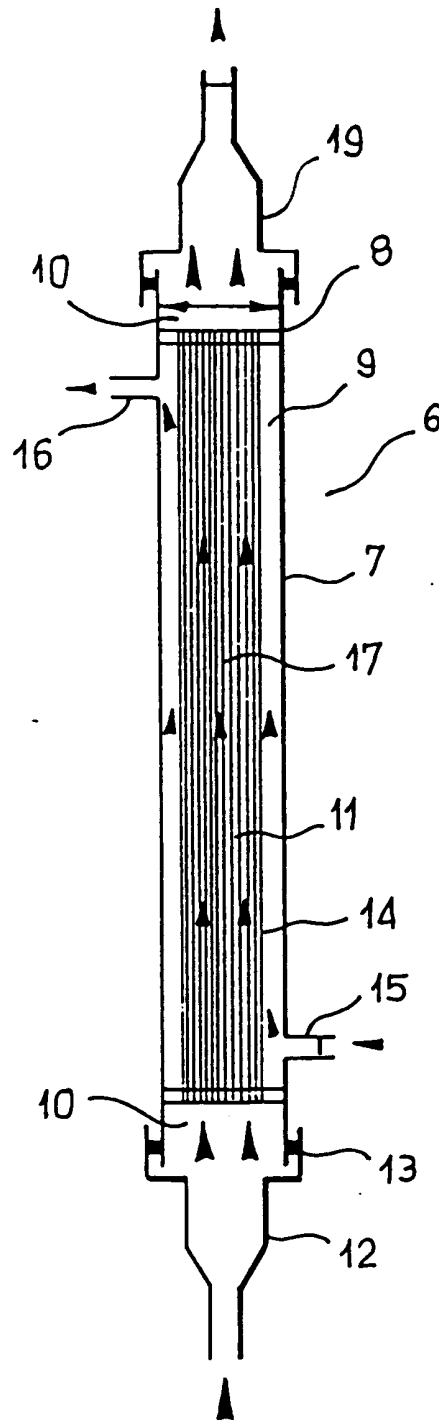


FIG. 1

2/2

FIG. 2