



**NORGE**

(19) [NO]

STYRET FOR DET  
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) **NR. 155912**

(51) Int. Cl.<sup>4</sup> A 23 L 2/06, 2/12, 2/14

(21) Patentsøknad nr. **812518**

(22) Inngivelsesdag **22.07.81**

(24) Løpedag **22.07.81**

(62) Avdel/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver **THE PROCTER & GAMBLE COMPANY,**  
301 East Sixth Street,  
Cincinnati, OH,  
USA.

(86) Internasjonal søknad nr. -

(86) Internasjonal inngivelsesdag -

(85) Videreføringsdag -

(41) Alment tilgjengelig fra **25.01.82**

(44) Utlegningsdag **16.03.87**

(72) Oppfinner **RUDOLF GOTTFRIED KARL STROBEL,**  
Cincinnati, OH, USA.

(74) Fullmektig **Siv.ing. Audun Kristensen,**  
J.K. Thorsens Patentbureau A/S, Oslo.

(30) Prioritet begjært **22.07.80, 16.07.81, USA,**  
nr 171056, 283762.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **FREMANGSMÅTE FOR FREMSTILLING AV ET**  
**KONSENTRERT, NATURLIG CITRUSSAFT-**  
**PRODUKT.**

(57) Sammendrag

En fremgangsmåte for fremstilling av konsentrert naturlig citrusfruktsaft fremstilt fra naturlige fruktbestanddeler idet fruktsaftkonsentratet har i det minste 35% faststoffer inklusive pulpandelene (i citrussaftene), ikke-flyktige forbindelser, pektin og flyktige forbindelser. Fruktsaft-konsentratet har i det minste 65% av de flyktige lukt- og smaks-forbindelser i den naturlige saft. Fruktsaftkonsentratet fremstilles ved å separere naturlig fruktsaft i en partikkelformet faststoffandel (som pektin og pulp) og en serumandel og serumandelen som omfatter 7 til 20% faststoffer og fra 80 til 93% vann konsentreres ved hjelp av fjernelse av hovedsakelig rent vann. Konsentreringstrinnet kan også gjennomføres ved frysekonsentrering eller ved sublimeringskonsentrering. Når sublimeringskonsentrering anvendes behøver ikke de partikkelformede faststoffer separeres fra serumet. Omtrent 100% av de ikke-flyktige faststoffer blir tilbake i produktet. Videre er produktet hovedsakelig fritt for oksydative nedbrytningsprodukter.

(56) Antførte publikasjoner **Durr et al, Alimenta, bind 14, 1975, s. 107-113.**

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av et konsentert, naturlig citrussaft-produkt, og det særegne ved oppfinnelsen er at enten

1) fruktsaften ekstraheres fra frukt, idet fruktsaften omfatter en partikkelformet faststoffandel og en serumandel, omfattende ikke-flyktige og flyktige forbindelser,

2) saften føres til en separeringssone med en inert atmosfære, hvori den partikkelformede faststoffandel separeres og gjenvinnes og danner derved en serumandel omfattende fra 7 til 20% ikke-vandige forbindelser og 80 til 93% vann, idet den ikke-vandige forbindelsesandel omfatter ikke-flyktige forbindelser og flyktige forbindelser,

3) serumandelen, som inneholder suspenderte faststoffer med størrelse under 80 mikrometer, føres til en konsentreringssone hvori under en inert atmosfære det dannes en konsentrert fruktsaft, idet konsentreringssonen enten er en frysekonsentreringssone hvori hovedsakelig rene iskrystaller dannes og isoleres eller er en sublimerings-konsentreringssone hvori hovedsakelig ren vanddamp fjernes, idet det fremstilles et naturlig, konsentrert fruktsaft-produkt omfattende hovedsakelig 100% av de nevnte ikke-flyktige forbindelser og i det minste 65% av de nevnte flyktige forbindelser, idet den konsentrerte fruktsaft fra frysekonsentreringssonen omfatter 30 - 60% ikke-vandige forbindelser og 40 - 70% vann, og den konsentrerte fruktsaft fra sublimerings-konsentreringssonen omfatter 30 - 87% ikke-vandige forbindelser og 13 - 70% vann, og

4) den konsentrerte fruktsaft fra trinn 3 rekombineres med fra 30 - 100% av de partikkelformede faststoffer separert i trinn 2, eller

1) fruktsaften ekstraheres fra frukten, idet fruktsaften omfatter en partikkelformet faststoffandel og en serumandel omfattende ikke-flyktige og flyktige

155912

2

forbindelser,

2) saften føres til en sublimerings-konsentreringssone hvori hovedsakelig rent vann fjernes,

slik at det derved fremstilles et konsentrert, naturlig fruktsaft-produkt omfattende hovedsakelig 100% av de nevnte ikke-flyktige forbindelser, i det minste 65% av de nevnte flyktige forbindelser og hovedsakelig 100% av de partikkelformede faststoffer opprinnelige tilstede i fruktsaften, idet i det minste 0,1% av de totale nevnte flyktige forbindelser er etylbutyrat, og mengdene av de to flyktige forbindelser, etylbutyrat og limonen, skal være slik at forholdet mellom etylbutyrat og limonen er i området fra 0,0015:1 til 0,6:1, idet mengdene og forholdene av de nevnte flyktige forbindelser bestemmes ved hjelp av en gasskromatografisk analyse av de flyktige bestanddeler som slippes ut i rommet over en prøve av citrusfruktsaft, idet prøven har en temperatur på 40°C.

Disse og andre trekk ved oppfinnelsen fremgår av patentkravene.

Den teknologi som er beskrevet i det etterfølgende er anvendbar for citrusfruktsafter, men appelsinsaft er utvalgt som prototype.

Appelsiner har i likhet med de fleste frukter og grønnsaker spesifikke dyrkingssesonger, idet de bare dyrkes under visse klimatiske betingelser som forekommer i områder av Florida, Arizona, California, Texas, Brasil, Spania, Italia, Israel og Egypt og er bare tilgjengelige i begrensede tidsperioder i løpet av året. Visse appelsiner kan således periodevis ha begrenset tilførsel. F.eks. er Florida-Valencia-appelsiner som anvendes i de fleste kommersielle appelsinsafter, tilgjengelige bare fra april og ut august. For å ha appelsinsaft med god kvalitet tilgjengelig året rundt må appelsinsaften behandles for

lagring og fordeling.

I den etterfølgende drøftelse refereres til lukt- og smaksbestanddeler tilstede i appelsinsaft og appelsinsaft-konsentrater. Det er kjent at organoleptiske bestanddeler i alle kommersielle drikkevarer er viktig for forbrukerens akseptering, men slike bestanddeler er av helt spesiell stor betydning med hensyn til å godta appelsinsaft. Betegnelsen organoleptiske bestanddeler defineres her som bestanddeler som "påvirker eller engasjerer ett eller flere av de spesielle sanseorganer", dvs. smak, lukt etc.

Utfordringen med å fremstille et appelsinsaftprodukt som er aksepterbart for de fleste forbrukere går ut på å fremstille et spesielt produkt med tålbar smak, distinktiv lukt, delikat utseende og tilfredsstillende følelse i munnen. Lukt- og smaks-bestanddeler i appelsiner påvirker hver av disse organoleptiske egenskaper og dette er overraskende på grunn av at der er mange bestanddeler omfattet i appelsinsaften, og lukt- og smaks-bestanddelene er tilstede i forholdsvis små mengder.

Vanskeligheten med å fremstille et enhetlig appelsinsaft-konsentrat med overlegen kvalitet erkjennes når man betrakter det forhold at appelsinsaftkonsentrater har vært tilgjengelige i flere tiår og at naturlig appelsinsaft-produkter nyttes av en stor andel av befolkningen. For således å finne bred akseptering må et nytt, konsentrert appelsinsaftprodukt overvinne de smaks-preferanser som en stor andel av det appelsinsaftkonsumerende publikum har tilegnet seg.

Det er ikke dessto mindre oppnådd et viktig mål ved den foreliggende oppfinnelse at det tilveiebringes et konsentrert, naturlig appelsinsaftprodukt og en fremgangsmåte for dets fremstilling, som er helt forskjellig fra tidligere kjente appelsinsaftprodukter og prosesser. Det er overraskende at appelsinsaftkonsentratet fremstilt i samsvar

155912

4

med oppfinnelsen når det rekonstitueres er bedre enn og kan skjelnes fra nypresset appelsinsaft. Denne distinksjon gjelder både smak såvel som produktstabilitet. Disse og andre fordeler oppnås på grunn av at produktet og fremgangsmåten frembyr uventede forbedringer i praktisk talt alle de organoleptiske betydninger som er nevnt ovenfor og disse uventede forbedringer og fordeler er beskrevet og illustrert i det følgende.

Siden appelsinsaft inneholder omtrent 80 til 90% vann er den mest økonomiske måte for lagring og fordeling av saften i konsentrert form. Hovedmengden av den appelsinsaft som kommersielt behandles i USA etter 1950 har vært i form av et frosset, konsentrert appelsinsaftprodukt.

De fleste kommersielle konsentreringsprosesser anvender fordampningsteknikk for å fjerne hovedmengden av vannet fra saften. Det er imidlertid generelt kjent at fordampningsteknikk resulterer i uønsket fjernelse eller tap av flyktige duft- og smaks-forbindelser sammen med vannet og dette resulterer i en tydelig nedsettelse av kvalitet og total lukt og smak av den konsentrerte saft.

Fordampningsprosesser medfører oppvarming av saften under betingelser som fremmer oksydasjon av forbindelser i saften og dette kan bevirke at lukt- og smaks-forbindelser i appelsinsaften blir kjemisk endret. F.eks. kan lipider bli oksydert og aminosyrene og sukkerartene kan undergå en brun fargedannelsesreaksjon. Slike nedbrytningsprodukter kan bevirke smaksendringer i appelsinsaftkonsentratene.

Tallrike metoder har vært utviklet for å kompensere for tapene av duft og smak under fordampningskonsentreringsprosesser. F.eks. lærer US patentskrift nr. 3.140.187 en fremgangsmåte for å nedsette de samlede tap av lukt- og smaks-forbindelser til et minimum ved å oppsamle "essensen" av saften. Essensen er den betegnelse som anvendes for de første 15 til 20% av det vann som fjernes ved fordampning og

som inneholder en vesentlig mengde av flyktige lukt- og smaks-forbindelser. Den avdrevne essens kondenseres, lukt- og smaks-forbindelsene gjenvinnes og tilsettes på nytt til den konsentrerte saft. Denne metode er imidlertid ikke fullt ut tilfredsstillende på grunn av at bare en fraksjon av de unnvikende, flyktige lukt- og smaks-forbindelser kan samles opp og gjenvinnes. Der blir følgelig et netto tap i total lukt og smak av det endelige konsentrerte produkt.

Andre har forsøkt andre metoder for å returnere visse flyktige forbindelser og essenser til konsentrert appelsinsaft for å forbedre den samlede smak og forbrukerakseptering av saften. Ahmed et al. beskriver i J. Agri. Food Chemistry, 1978, 368-372 tilsetning av visse flyktige forbindelser og essenser til saftkonsentrat etter at dette er fjernet fra evaporatoren og hensikten var å etterligne den lukt og smak som finnes i frisk appelsinsaft.

Det er ganske alminnelig erkjent at mens fordampnings-konsentreringsprosesser er nyttige og ganske effektive, opptrer det fremdeles et betraktelig tap av lukt- og smaks-forbindelser.

Fryse-konsentreringsutstyr frembyr et alternativ til bruken av evaporatorer og i frysekonsentreringsinnretninger er formålet å fjerne vannet i form av iskrystaller.

US patentskrift nr. 2.187.572 beskriver et appelsinsaft-konsentrat fremstilt ved ekstraksjon av saften, sentrifugering av saften for å fjerne en pulpandel og tilveiebringe et flytende sentrifugat, frysekonsentrering av sentrifugatet, og fornyet tilsetning av pulpandelen til den konsentrerte saft. Det antydes at det resulterende saftprodukt ved rekonstitusjon med vann nærmer seg smaken av utgangssaften. Spesifikke konsentrasjoner av flyktige lukt- og smaks-forbindelser, og identifisering av nøkkel-

forbindelsene tilbakeholdt i dette produkt er imidlertid ikke beskrevet. Med det her anvendte uttrykk "pulp" menes de partikkelformede faststoffandeler av saften. I Chem. Microbiol. Technol. Lebensm., 6, 78 - 83 (1979) analyseres oppførselen av flyktige luktforbindelser under fryse-konsentrasjon av appelsinsaft. Under frysekonsentreringen ble lukt- og smaks-forbindelser analysert ved hjelp av gasskromatografering og kvantitativt bestemt i de suksessive saftkonsentrater såvel som i den suksessivt separerte is. Betraktelige mengder av lukt- og smaks-forbindelser ble funnet å bli fjernet i separert is. Gjennomsnittlig tap av lukt- og smaks-forbindelser i isen underhver påfølgende konsentrering ble bedømt til omtrent 12%. Det er også klart at et tap av samlet kvalitet oppsto på grunn av et antall oksydasjonsprodukter som ble dannet under denne fryse-konsentreringsprosess, som f.eks. nootkaton, carvon, geraniol og alfa-terpineol. Dannelsen av disse oksydasjonsprodukter og lignende forbindelser kan resultere i et saftprodukt med en merkbar smaksendring.

Selv om den ovennevnte publikasjon anvendte en fryse-konsentreringsprosess, viser analysedata at betraktelige tap av flyktige forbindelser forekom. Videre, på grunn av den åpne behandling anvendt i de to siste publikasjoner frembringes oksydasjonsprodukter. Ideelt bør ved fryse-konsentrering bare ren is fjernes uten å fjerne noe av lukt- og smaks-forbindelsene tilstede i den opprinnelige saft. Hvis den is som fjernes inneholder okkluderte lukt- og smaks-forbindelser, frembringes et saftkonsentrat med dårligere kvalitet.

Fra den foregående drøftelse kan det sees at en generalisert metode for fremstilling av et appelsinsaft-konsentrat går ut på først å ekstrahere saften fra appelsinene og separere saften fra siktrester og kjerne-material. Saften kan separeres til en pulpanandel og en serumandel. Pulpan delen kan behandles videre for å separere den nyttige pulp fra eventuelle små kjerner og om ønsket

å endre mengden og størrelsen av pulpen. Eventuelt rekombineres pulpen med behandlet serum.

Serum konsentreres ved fjernelse av vann for å frembringe et konsentrert serum. Noen serum-konsentrasjonsprosesser gjøres i nærvær av pulp. Typisk kan et siste trinn innbefatte blanding av konsentratet med en ønsket mengde pulp til å frembringe et endelig konsentrert produkt som kan pakkes og fordeles.

Serumet, som er tilbake etter at pulp, siktresten og kjerner er separert, er kjent å inneholde vesentlig vann og de forbindelser som er ansvarlig for den distinkte appelsinlukt og smak. Det er imidlertid et faktum at det antagelig ikke er mulig kategorisk å henføre en spesiell funksjon til noen gitt bestanddel. En kjemisk forbindelse som bidrar til appelsinlukten kan således f.eks. også bidra til appelsin smaken.

En fremgangsmåte for fremstilling av et appelsinsaft-konsentrat som kan være et pasteurisert produkt og som har omtrent 100% innhold av de ikke-flyktige forbindelser som opprinnelig var tilstede i serumet og i det minste 65% av de flyktige lukt- og smaks-forbindelser er meget ønskelig og hvis en slik fremgangsmåte videre ikke bevirker oksyderende nedbrytning av faststoffene i saften ville en slik prosess frembringe et konsentrat som ved fortykning ville smake like så godt som eller bedre enn den opprinnelige saft.

Det er et formål for den foreliggende oppfinnelse å frembringe et naturlig appelsinsaftkonsentrat med minst 35% faststoffinnhold. Faststoffene omfatter pulp, ikkeflyktige forbindelser og minst 65% av de flyktige lukt- og smaks-forbindelser som var tilstede i appelsin-saften. Det antas at et slik konsentrert appelsinsaftprodukt aldri tidligere er blitt fremstilt. Disse tilbakeholdte flyktige og ikke-flyktige forbindelser er



155912

8

selve de forbindelser som i viktig grad bidrar til den behagelige smak og lukt av produktet.

Et viktig bidrag til den fruktaktige karakter av appelsinsaft-lukt og -smak er etyl-butyrat. I det minste omtrent 0,1% av de flyktige lukt- og smaks-forbindelser som er tilstede i appelsinsaftekonsentrat frembragt i henhold til oppfinnelsen er etyl-butyrat og en annen viktig flyktig forbindelse, limonen, tilbakeholdes også.

Det er et ytterligere formål for oppfinnelsen å tilveiebringe et appelsinsaftekonsentrat som etter rekonstituering smaker så godt som eller bedre enn utgangssaften.

Det er også et formål for oppfinnelsen å fremstille et fruktsaftekonsentrat som etter rekonstituering smaker like godt som eller bedre enn utgangssaften.

Det er et ytterligere formål for oppfinnelsen å tilveiebringe et fruktsaftekonsentrat som kan anvendes som et smaksmiddel i leskedrikker, inklusive kullsyrede leskedrikker, tørrblandinger og alkoholiske leskedrikker, konfekt, bakervarer og delikatesser.

Et foretrukket formål for oppfinnelsen er å fremstille et fruktsaftekonsentrat som inneholder mindre enn organoleptisk påvisbare mengder av hydrogensulfid og som er hovedsakelig fritt for mikro-organismer, enzymaktivitet og oksydative nedbrytningsprodukter.

Disse og andre formål for oppfinnelsen vil fremgå av den etterfølgende beskrivelse hvori alle prosentangivelser er på vektbasis med mindre annet er angitt.

Den vedføyde fig. 1 er et skjema for prosessen anvendt for fremstilling av appelsinsaft-konsentrat. Appelsiner legges inn i en saftekstraktor, skallene fjernes og saften

føres gjennom en sikt som fjerner rester inklusive kjernene. Saften separeres i en pulpandel og en serumandel og serumet føres gjennom en konsentrator som kan være en frysekonsentrator eller en frysetørker anvendt for sublimeringskonsentrering, eller en kombinasjon av disse. Vannet separeres fra serumet som ren is i frysekonsentratoren og som ren vanddamp ved sublimeringskonsentreringen. Det konsentrerte serum og pulp blandes så til å danne et naturlig appelsinsaftkonsentrat.

De vedføyde figurer 2 - 6 er komparative gasskromatogrammer for appelsinsaft og appelsinsaftkonsentrater.

For nærmere omtale av oppfinnelsen nevnes at et naturlig fruktsaftkonsentrat fremstilt fra fruktsaft i henhold til oppfinnelsen omfatter en partikkelformet faststoffandel og en serumandel og serumandelen omfatter omtrent 80 til 93% vann og omtrent 7 til 20% andre forbindelser. Disse inkluderer både oppløselige og suspenderte faststoffer, f.eks. ikke-flyktige og flyktige lukt- og smaks-forbindelser. De flyktige forbindelser omfatter en lavere-kokende fraksjon og en høyere-kokende fraksjon og for appelsinsaft inneholder den lavere-kokende fraksjon etylbutyrat og den høyere-kokende fraksjon inneholder limonen.

Det naturlige appelsinsaftkonsentrat omfatter:

- (1) i det minste 35% totalt faststoffinnhold omfattende pulp,  
  
ikke-flyktige og flyktige smaks- og lukt-forbindelser, idet to av de flyktige forbindelser er etylbutyrat og limonen,
- (2) idet i det minste 0,1% av de nevnte flyktige forbindelser er etylbutyrat,
- (3) forholdet mellom etylbutyrat og limonen er i området fra 0,0015:1 til 0,6:1, idet mengdene og forholdene

155912

10

av de nevnte flyktige forbindelser bestemmes ved gasskromatografisk analyse av de avdestillerte flyktige forbindelser frigitt fra en prøve, idet prøven har en temperatur på 40°C.

I det minste 65% av de flyktige smaks- og lukt-forbindelser opprinnelig tilstede i saften er tilstede i fruktsaft-konsentratet.

Det er mulig å gjennomføre prosessen ved at saft, serum, partikkelformede faststoffer eller konsentrat pasteuriseres ved 80 til 95°C på fra 3 til 15 sekunder i et lukket system.

En kombinasjon av frysekonsentrering og sublimasjons-konsentrering kan også anvendes.

Det naturlige fruktsaftkonsentrat fremstilles fra fruktsaft i samsvar med oppfinnelsen. Saften omfatter en partikkelformet faststoffandel og en serumandel og saften kan være nypresset, pasteurisert eller frossen saft.

Som anvendt heri inkluderer den partikkelformede faststoffandel primært pulp og kan inkludere saftsekkene, saftlipider, cellulose, hemicellulose, pektin og proteinholdig material. Noe serum vil alltid foreligge sammen med den partikkelformede faststoffandel. Det meste av kromatoforene, dvs. fargeforbindelsene i saften, forefinnes også i den partikkelformede faststoffandel.

Serumandelen omfatter 80 til 93% vann og fra 7 til omtrent 20% andre eller ikke-vandige forbindelser. De ikke-vandige forbindelser i serumet er både oppløselige og suspenderte faststoffer og omfatter ikke-flyktige forbindelser og flyktige forbindelser.

De ikke-flyktige forbindelser er karbohydrater, karbohydratderivater, spiselige syrer, enzymer, lipider, mineraler,

flavonoider, karotener, vitaminer, etc. Karbohydratene er primært sukrose, fruktose og glukose. De spiselige syrer omfatter sitronsyre, isositronsyre, askorbinsyre, eplesyre, fumarsyre, oksalsyre og aminosyrene.

De flyktige forbindelser er de forbindelser som strippest fra en fruktsaftprøve, nemlig et konsentrat rekonstituert til enkel saftstyrke (fra 7 til 20% faststoffer) som følger: 50 ml nitrogen pr. min. føres gjennom prøven i 5 min. for å fjerne de flyktige forbindelser. Under denne strippeoperasjon holdes temperaturen i prøven ved  $40 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ . De flyktige forbindelser oppsamles så ved temperaturer for flytende nitrogen og måles gasskromatografisk ved hjelp av den metode som er beskrevet heri.

De flyktige forbindelser inkluderer en lavere-kokende fraksjon, dvs. den sterkt flyktige andel, og en høyere-kokende fraksjon, dvs. en mindre flyktig fraksjon.

De lavere-kokende fraksjonsforbindelser elueres først fra den kapillære gasskromatografiske kolonne som er beskrevet detaljert senere. For appelsinsaft er disse forbindelser karakterisert ved at de har et kokepunkt under  $131^{\circ}\text{C}$ . De lavere-kokende forbindelser inkluderer, men er ikke begrenset til acetaldehyd, metanol, etanol, butanol, heksanal, etylbutyrat, etc.

Den høyere-kokende fraksjon er de forbindelser som elueres etter de lavt-kokende forbindelser. I appelsinsaft har disse forbindelser et kokepunkt over  $131^{\circ}\text{C}$  og disse mindre flyktige forbindelser inkluderer, men er ikke begrenset til linalool, limonen, beta-pinen, alfa-pinen, myrcen, geranial, oktanal, dekanal, etc.

Den lavere-kokende fraksjon i forhold til den høyere-kokende fraksjon bestemmes ved å dividere de totale gasskromatografiske mengder av de lavere-kokende forbindelser med den totale gasskromatografiske mengde av

155912

12

de høyere-kokende forbindelser eksklusive de mengder som skyldes limonen. Gasskromatografiske mengder er de automatisk bestemte integrerte topparealer i gasskromatografapparatet og er direkte forbundet med konsentrasjonen av hver av forbindelsene tilstede i den flyktige blanding.

Forholdet mellom etylbutyrat og limonen bestemmes ved hjelp av det følgende forhold:

Mengde av etylbutyrat bestemt ved hjelp av GC i forhold til mengde av limonen bestemt ved hjelp av GC

"Praktisk 100% av de ikke-flyktige faststoffer" betyr at i det minste 99% av disse forbindelser er tilstede i konsentratet i en form som er hovedsakelig uendret.

Enzymene kan deaktiveres hvis produktet pasteuriseres.

"Praktisk fri for" betyr at mindre enn 1% av forbindelsen er tilstede i konsentratet.

#### Detaljert beskrivelse av oppfinnelsen

Sammensetningen av det naturlige fruktsaftkonsentrat oppnås fra et helt naturlig produkt, dvs. fullstendig fra frukt. Selv om den etterfølgende beskrivelse av fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen beskrives med spesiell henvisning til å fremstille et appelsinsaftkonsentrat, forstås det at fremgangsmåten ikke er begrenset dertil. Fremgangsmåten er således like godt anvendelig for andre citrusfrukter, som f.eks. grapefrukt.

Appelsinsaftkonsentrat fremstilles i første rekke fra fire typer appelsiner, nemlig typene Pineapple, Hamlin, Parson Brown og i første rekke Valencia-appelsiner. Tangeriner, mandariner, blodappelsiner og såkalte "navle"-appelsiner kan også anvendes. Saftene fra disse appelsiner

kan anvendes alene eller blandes til å fremstille optimale smaksegenskaper.

En grunn til å blande de forskjellige typer av appelsiner er å regulere forholdet mellom sukker og syre for appelsinene. Forholdet mellom sukker og syre er forholdet mellom totale oppløselige faststoffer til total surhet i appelsinsaften. Forholdet sukker til syre er nær forbundet med spisekvaliteten av appelsinene. Umodne appelsiner har et lavt forhold sukker til syre. Etersom appelsinen modnes og nærmer seg god spisekvalitet øker forholdet sukker til syre og et forhold sukker til syre på 8:1 til 20:1 anses som brukbart. Et foretrukket forhold sukker til syre er heri fra 12:1 til 16:1 og mest foretrukket 14:1 til 16:1.

For å fremstille det overlegne naturlige appelsinsaft-konsentrat som svarer til oppfinnelsen må appelsinsaften behandles med en minimum eksponering for oksygen og en minimum eksponering for temperaturer over 0°C. Appelsinene vaskes først med en desinfiserende oppløsning, foretrukket en hypoklorittoppløsning. Appelsinene renses deretter grundig med vann før de underkastes saftekstraksjon.

Saftekstraksjon kan gjennomføres ved hjelp av hvilke som helst av de automatiske saftemaskiner, eller ved håndpressing av appelsinene. Den type utstyr som anvendes for å ekstrahere saften er ikke kritisk, men det foretrekkes en type som nedsetter ekstraksjon av appelsinskallolje til et minimum. Skalloljeinnhold i saften bør være under 0,05%, foretrukket mellom 0,01 og 0,03%.

Skallolje bidrar til en bitter smak i appelsinsaften og konsentrasjonen i sluttproduktet bør helst ikke overstige 0,035%. Skallolje finnes både i serum og separert pulp. Pulpen kan absorbere skalloljen og konsentrasjonen av skallolje i pulpandelen kan enkelte ganger være større enn

155912

14

i serumandelen. Skalloljeinnholdet i pulpen må tas i betraktning når man beregner skalloljeinnholdet i det endelige konsentrat.

Den rå saft som kommer ut fra ekstraktoren eller presseinnretningen inneholder pulp, separerbare siktrestene og kjerner. Siktrestene og kjernene separeres fra saften og pulpen i en siktinnretning og størrelsen av maskevidden i sikten i denne innretning styrer både mengden og størrelsen av pulpen som ønskes i saften.

Maskevidden i sikten kan variere fra omtrent 0,5 mm til omtrent 2,5 mm og når maskevidden i sikten er over 2,5 mm kan små kjerner forurense saften.

For å opprettholde kvalitet, friskhet og å bibeholde lukt- og smaks-forbindelser bør appelsinsaften med en gang avkjøles til en temperatur under omtrent 30°C, foretrukket under 5°C etter at den er fjernet fra ekstraktoren og siktinnretningen.

Saften inneholder fra omtrent 4% til omtrent 25% pulp og fra omtrent 7 til omtrent 20% oppløselige faststoffer, idet resten av saften er vann.

Saften separeres så til en pulpandel (partikkelformede faststoffer) og en serumandel. Separeringen gjennomføres under en inert atmosfære. Den inerte atmosfære kan etableres ved å anvende et nitrogenteppes over separeringsenheten eller en annen ikke-reaktiv, ikke-oksyderende gass som f.eks. helium eller argon. Det er viktig at denne separering gjennomføres i fravær av oksygen.

En separator som gir en skarpt separert pulpandel og serumandel foretrekkes for separeringstrinnet. Serumandelen bør inneholde suspenderte faststoffer med en partikkelstørrelse mindre enn 80 mikrometer. En sentrifuge med høy hastighet foretrekkes for denne separering. Den sentrifuge

som foretrekkes er en Westfalia sentrifuge av såkalt dyp skåltype som arbeider med 8000 til 9500 omdr. pr. min.

Pulpan delen lagres separert i lukkede beholdere beskyttet mot lyset, ved temperaturer under omtrent 0°C for senere tilsetning til det konsentrerte serum. Denne andel inneholder pulpen, suspenderte faststoffer og de faststoffer som er oppløselige i, adsorbent til, eller er forbundet med pulpen.

Serumandelen omfatter omtrent 80 til 93% vann og omtrent 7 til omtrent 20% ikke-vandige forbindelser som er oppløselige faststoffer og suspenderte faststoffer mindre enn 80 mikrometer i størrelse. De oppløselige faststoffer omfatter både flyktige og ikke-flyktige forbindelser.

Serumandelen konsentreres ved frysekonsentrering eller sublimerings-konsentrering. Frysekonsentreringen gjennomføres på en måte hvor vannet fjernes som hovedsakelig eller overveidende rene iskrystaller. Medfølgende faststoffer eller økluderte faste forbindelser er ikke tilstede i isen og fjernes derfor ikke sammen med isen.

Systemet bør være lukket og under en inert atmosfære. Bruken av et lukket system forhindrer tap av lavt-kokende lukt- og smaks-forbindelser. Den inerte atmosfære forhindrer oksydasjon av de flyktige og ikke-flyktige forbindelser.

En meget foretrukket utførelsesform går ut på en fryse-konsentrator som har en varmeveksler med vegg som skrapes forbundet til en adiabatisk omkrystalliseringstank. Denne adiabatisk tank tillater krystallene å omkrystallisere og vokse i størrelse under betingelser slik at hovedsakelig ren is dannes. Et filter ved utløpet av tanken holder tilbake alle krystaller som er større enn 100 mikrometer store. Dette sikrer at de fleste iskjerner holdes tilbake for omkrystallisering. Den omkrystalliserte is separeres ved



bruk av en vaskekolonne fra den konsentrerte saft. Vaskekolonnen renser alt medfølgende konsentrat fra iskrystallene og påskynder fjernelse av hovedsakelig ren is fra frysekonsentratoren.

Et foretrukket apparat for anvendelse ved fryse-konsentreringen er Grenco fryse-konsentrasjonsenheten. Denne enhet er beskrevet i US patentskrift nr. 3.777.892, US patentskrift nr. 3.872.009 og US patentskrift nr. 4.004.896.

Sublimeringskonsentrasjonen er en alternativ konsentrasjonsmetode. Sublimeringskonsentrasjon anvender et konvensjonelt frysetørke- apparat som fjerner vann som ren damp.

Appelsinsaften som eventuelt kan inneholde pulp fryses til fast tilstand. Dette gjøres foretrukket under omrøring i et lukket system under en inert atmosfære og omrøringen bevirker vekst av store krystaller.

Den frosne saft holdes så under den eutektiske temperatur for saften. Den eutektiske temperatur er smelte/fryse-punktet for saften eller serumet. For frisk saft med 12% faststoff-konsentrasjon er denne omtrent  $-2,5^{\circ}\text{C}$  ved vanlig trykk. For en saft med 35% faststoff-konsentrasjon er den omtrent  $-25^{\circ}\text{C}$ .

Ettersom vannet fjernes fra saften må temperaturen nøye opprettholdes for å holde den frosne saft i en fast tilstand idet dette er viktig for å tilbakeholde den maksimale mengde av de flyktige forbindelser.

Andre metoder for fjernelse av vannet fra serumet som hovedsakelig rent vann omfatter et fryse-konsentreringstrinn til omtrent 25 til omtrent 35% faststoffinnhold etterfulgt av et sublimerings-konsentreringstrinn til å konsentrere til fra omtrent 40 til omtrent 87% faststoffer. Sublimasjonstrinnet må i dette tilfelle gjennomføres slik at overflatetemperaturen av 30% faststoffopløsningen

initialt ikke overstiger omtrent  $-30^{\circ}\text{C}$  til omtrent  $-25^{\circ}\text{C}$  og et vakuum på mindre enn 100 mikrometer anvendes.

Vannfjernelsestrinnet, sublumasjonskonsentrering, eller frysekonsentrering etterfulgt av sublumasjonskonsentrering må gjennomføres under betingelser som hovedsakelig unngår enhver oksydativ nedbrytning av faststoffene tilstede i serumet. Frysekonsentreringssystemet må således være lukket og saften som går inn i konsentratoren bør foretrukket være under et teppe av inert gass som nitrogen, argon eller helium.

Det konsentrerte serum som resulterer fra sublumasjonskonsentreringen eller en kombinasjon av frysekonsentrering og sublumasjonskonsentrering inneholder i det minste 35% faststoffer og opp til 87% faststoffer. Hovedsakelig alle de ikke-flyktige forbindelser som opprinnelig var tilstede i den oppløselige faststoffandel av serumet er i det konsentrerte serum. Således tilbakeholdes minst 99% av de ikke-flyktige forbindelser. I det minste 65% av de flyktige forbindelser opprinnelig tilstede i saften tilbakeholdes også i dette konsentrerte serum.

Pulpinneholdet og størrelsen av pulp-bestanddelene avhenger av metoden og apparaturen for pressing av saften og separering av pulpandelen fra saften før konsentrering.

Størrelsen av pulpen påvirker "følelsen" av mengden av pulp i saften. Et appelsinsaft-konsentrat inneholdende 10% pulp med 0,5 mm størrelse oppfattes som å ha et meget lite pulpinnehold sammenlignet med en saft med 10% pulp med 10 mm størrelse. Således er ikke bare mengden av tilstedeværende pulp viktig ved fremstilling av et forbrukerakseptert produkt, men også størrelsen av pulpen. Det er funnet at en konsentrasjon av pulp i området fra 5 til 19% (volum/volum) er en brukbar konsentrasjon i et appelsinsaftkonsentrat. Pulp-prosentandelen måles ved hjelp av sentrifugering. Størrelsen av pulpen bør være mellom

155912

18

0,1 mm og omtrent 10 mm. Mengden av pulp bør foretrukket være 6% til 12% (volum/volum) med en størrelse på 0,50 til 5 mm.

Det konsentrerte serum inneholder fra omtrent 35 til 87% faststoffer. Dette konsentrerte serum blandes med fra 30 til 100% av pulpfraksjonen til å frembringe et appelsinsaftkonsentrat med fra omtrent 5 til omtrent 15% (volum/volum) av pulpandelen og 85 til 95% av det konsentrerte serum. Foretrukket vil blandingen ha fra 7 til 12% pulp (volum/volum).

Saftkonsentratet pakkes nå i kanner, foliekartonger, flasker etc. For å sikre langvarig oksydativ stabilitet skal emballasjematerialene være impermeable overfor oksygen. Eventuelt kan konsentratet pakkes under nitrogen.

Produket lagres ved 0°C eller derunder for langvarig lagring og fortrinnsvis lagres det ved -20 til -80°C.

Det naturlige appelsinsaftkonsentrat som fremstilles i henhold til oppfinnelsen er enestående med hensyn til retensjonen av i det minste 65% av de flyktige forbindelser som opprinnelig er tilstede i appelsinsaften. Gass-kromatografisk analyse av den flyktige andel av serumet indikerer at der er i det minste 250 forbindelser og sannsynligvis betraktelig flere tilstede i den flyktige andel av serumet. Fullstendig identifisering av disse flyktige forbindelser er ennå ikke oppnådd, men de flyktige forbindelser som er ansvarlig for den luktmessige og smaksmessige karakter av konsentratet er sammensatt av alkoholer, karbonylforbindelser, syrer, estere, terpener og andre flyktige hydrokarboner. Den lavere-kokende fraksjon, som tidligere beskrevet, inneholder store mengder av etanol og acetaldehyd. Andre vesentlige lavere-kokende forbindelser er etylbutyrat, metanol, butanol, heksanal, etc. Retensjonen av etylbutyratet i en mengde på 0,1% av de flyktige forbindelser, dvs. i det minste omtrent 60% av

det etylbutyrat som opprinnelig er tilstede i saften, er enestående ved den foreliggende oppfinnelse.

Etylbutyrat er delvis ansvarlig for den fruktaktige karakter av appelsinsaft. Dets nærvær alene, endog i nærvær av etanol, acetaldehyd og heksanal, frembringer imidlertid ikke den totale appelsinlukt og smak. Dets tilbakeholdelse, sammen med retensjonen av i det minste 65% av de totale flyktige forbindelser, tyder på retensjon av forbindelser som er tilstede i enda mindre mengder.

Den høyere-kokende fraksjon, dvs. de forbindelser med kokepunkter over  $131^{\circ}\text{C}$ , inneholder limonen, alfa-pinen, beta-pinen, myrcen og geranial og andre mindre flyktige forbindelser. Limonen, i lavere mengdeinnhold, er en viktig bestanddel av appelsinlukt og appelsinsmak. Mengden av limonen som bør være tilstede i appelsinsaftkonsentratet er fra omtrent 40 til omtrent 98% av de totale flyktige forbindelser i konsentratet og mer foretrukne blandinger inneholder fra omtrent 50 til omtrent 80% limonen.

Mengden av etyl-butyrat i forhold til limonen skal være i området fra 0,0015:1 til 0,6:1 og foretrukket er dette området 0,004:1 til 0,4:1. Dette forhold representerer en foretrukket sammensetning med hensyn til lukt og smak.

Forholdet mellom lavt-kokende fraksjon og høyt-kokende fraksjon bør minst være 4:1 og dette forhold kan være så høyt som 17:1. De foretrukne blandinger har et forhold mellom lavt-kokende fraksjon og høyt-kokende fraksjon i området 6:1 til 12:1. Som bemerket ovenfor anvendes ikke limonenkonsentrasjonen ved beregningen av det gass-kromatografisk bestemte innhold av den høyt-kokende fraksjon for å definere dette forhold.

Mange friske safter inneholder flyktige svovelforbindelser. En av disse forbindelser er hydrogensulfid. Hydrogensulfidet gir et tydelig utslag for lukt og smak av

appelsinsaft eller et appelsinsaftkonsentrat. Enkelte safter kan inneholde så mye som 200 til 500 deler pr. milliard hydrogensulfid. Saften må stå i flere timer for at dette hydrogensulfid skal dampe av.

De appelsinsaftkonsentrater som oppnås i samsvar med oppfinnelsen har mindre enn organoleptisk påvisbare mengder av hydrogensulfid og hydrogensulfidinnholdet er således mindre enn omtrent 20 deler pr. milliard.

Det eventuelle pasteuriseringstrinn er viktig for å opprettholde lagringsstabiliteten for appelsinsaftkonsentratet. Pasteurisering styrer konsentrasjonen av bakterier og andre mikrober slik at produktet ikke ødelegges ved lagring eller ødelegges etter rekonstitusjon etter en rimelig tidsperiode.

Pasteurisering reduserer videre aktiviteten av pektinesteraseenzym. Pektinesterase antas å være ansvarlig for demetylering av pektinet og ødelegger således den uklare karakter av appelsinsaften. Pektinesterase er noe aktiv endog ved 0°C. De mest foretrukne preparater vil således inneholde et minimumsinnhold av pektinesteraseenzym og en pektinesteraseaktivitet på under  $1,5 (PE)_U \times 10^4$ , foretrukket en aktivitet under  $0,5 (PE)_U \times 10^4$  oppnås ved pasteurisering.

Det konsentrerte produkt pasteuriseres eventuelt ved å anvende en teknikk ved høy temperatur og kort oppholdstid. Saften, pulpen eller konsentratet oppvarmes til en temperatur på fra omtrent 80 til omtrent 95°C fra omtrent 3 til omtrent 12 sek. Saften eller konsentratet avkjøles så hurtig til en temperatur på omtrent -10 til omtrent 5°C. Det system som anvendes for å pasteurisere saften må være lukket og gjennomføres på en måte slik at saften ikke utsettes for en oksyderende atmosfære.

Pasteuriseringstrinnet kan være et hvilket som helst trinn

ved behandlingen.

Konsentratet må rekonstitueres ved fortynning med vann for fremstilling av en appelsinsaft-leskedrikk. Et konsentrat med 41,8 til 44,8% faststoff fortynnes med 3 deler vann til 1 del konsentrat. Et 73,2 til 78,4% konsentrat fortynnes med 6 deler vann til en del konsentrat. Kullsyret vann kan anvendes til å danne en kullsyret leskedrikk.

Det konsentrerte serum, med eller uten den tilsatte pulp, kan også anvendes som et smaksmiddel i leskedrikker, bakervarer, delikatesser, konfekt, sukkertøy, salatdressinger og andre fødevarer.

Oppfinnelsen er bare beskrevet med henvisning til appelsinsaft og appelsinsaftkonsentrat, men er ikke begrenset dertil, idet den er like anvendelig for fremstilling av saftkonsentrater fra andre sitrusfrukter.

#### Analytiske metoder

##### Fremstilling av pulpinhold

Pulpinnholdet bestemmes i henhold til USDA standard som godkjent av Florida Citrus Code, Part 16. Pulpen bestemmes ved sentrifugering av saften ved 367,3 g i 10 min. Prosent pulp beregnes så på volummessig basis (volum/volum).

##### Gasskromatografisk analyse - Metode 1

##### Prøvetagningssystem

Prøvetagningssystemet omfatter en sylindrisk glassbeholder med åpninger på begge ender forbundet ved hjelp av et teflonrør til treveisventiler. En ventil (ventil A) er forbundet til en heliumkilde og den annen ventil (ventil B)

155912

22

er forbundet til en samlekeveil neddykket i flytende nitrogen. Samlekveilen er forbundet ved hjelp av en tredje ventil til innløpsåpningen i en standard gasskromatograf utstyrt med en flamme-ioniseringsdetektor. Den sylindriske gjennomgangsbeholder er anbragt horisontalt i et vannbad med konstant temperatur.

#### Metode

25 g av en appelsinsaftprøve anbringes i gjennomstrømningsbeholderen. Prøven er frisk saft eller et konsentrat fortynnet til en konsentrasjon på 10 til 15% faststoffer. Gjennomstrømningsbeholderen har et romfang på 626 ml og har en 5 cm indre diameter og en lengde på 27,5 cm. Beholderen suspenderes i et bad med 40°C konstant temperatur under anvendelse av en Burrell Wrist-Action risteinnretning innstilt på den laveste ristehastighet med 276 svingninger pr. min. 15 min. etter at gjennomstrømningsbeholderen er anbragt i badet og risteinnretningen startet føres en heliumstrøm regulert ved 50 ml/min. (målt på en Gilmont strømningsmåler med størrelse nr. "10") gjennom beholderen og inn i den rustfrie stål-samlekveil neddykket i flytende nitrogen. Den utvendige diameter av kveilen er omtrent 3 mm og lengden av kveilen er omtrent 34 cm. Kveilen har utløp til atmosfæren. Strømmen av helium gjennom gjennomstrømningsbeholderen fortsettes i 5 min.

Etter denne 5 minutters periode stenges alle ventiler og det flytende nitrogenbad fjernes fra oppsamlingskveilen. Oppsamlingskveilen oppvarmes så til 200°C med en varmeinnretning, mens samtidig de tilstøtende ledninger, glassbeholderen til ledningen for oppsamlingskveilen og oppsamlingskveilen til ledningen til gasskromatografen oppvarmes til omtrent 105°C med et varmebånd. Når kveilen oppnår 200°C igangsettes gasskromatografen. Ventilene A og B åpnes for å rette heliumstrømmen inn i kveilen gjennom en ledning som går utenom gjennomstrømnings-

beholderen. Ventilen på kveilen innstilles slik at strømmen av helium rettes inn i gasskromatografen.

Det anvendes en Hewlett Packard 5880 gasskromatograf utstyrt med en Hewlett Packard 5880A terminal. Detektoren er en flamme-ioniseringstype. Glass-kapillarkolonnen er 150 m lang og har en 0,5 mm indre diameter. Kapillarkolonnen er belagt med metylsilikonfluid "SF-96" erholdt fra Chromepack, Inc.

Gasskromatografen holdes på en kolonne-gjennomstrømningstakt på 2,5 ml/min. Initial ovnstemperatur er 25°C med en initial ovnstid på 12 min. Kromatografen programmeres til automatisk endring av temperaturen i ovnen i en takt på 3°C/min. til en endelig ovnstemperatur på 180°C og holdes ved denne temperatur i en 16 min. periode. Injektor-temperaturen er 250°C og detektortemperaturen er 300°C. Det delte utløp innstilles ved 250 ml/min. med et delingsforhold på 1:100. Den ekstra hjelpestrøm innstilles til 40 ml/min. Etter hver periode holdes ovnen ved en temperatur på 180°C i ytterligere 10 min.

Integratoren innstilles på en terskelverdi på 1 med en toppbredde på 0,02 sek. og en fortykning på 2 x 2.

En gasskromatografisk oppfølging av en typisk appelsinsaft (ananas-type) er vist i fig. 6.

Opptegningsapparatet er av en lineær type som ikke endrer fortykningen i samsvar med topphøyden. Den største topp i det lavtkokende området (etanol) og den høyeste topp i det høyt kokende området (limonen) er således avflatet på toppen. En representativ integrering av arealene av noen av disse topper er gitt i det etterfølgende.



Figur 6 (appelsinsaft)

<u>Forbindelse</u>	<u>Retensjons- tid (min.)</u>	<u>Areal (%)</u>	<u>Areal (integrert)</u>
Acetylaldehyd	15,9	1,26	693,2
metanol	16,03	0,58	319,0
etanol	17,37	16,96	9344,5
etyl-butyrat	41,93	0,79	437,2
heksanal	42,27	0,13	73,58
alfa-pinen	54,1	0,52	284,7
myrcen	57,5	1,73	952,22
beta-pinen	56,2	0,31	170,7
limonen	60,73	76,4	42080,4

Total GC-integrerte arealer 55081,9.

Gasskromatografisk analyse (Metode 2)

En sylindrisk glassbeholder med en høyde 15,2 cm, diameter 7,52 cm og med et totalt volum på 350 ml anvendes. Glassbeholderen lukkes med et glasslokk tilpasset beholderen med en O-ring. Beholderlokket har et innløpsrør som når 15 cm inn i glassbeholderen, men ikke under overflaten av væsken og et utløpsrør og begge disse rør er fremstilt av glassrør med diameter omtrent 6 mm.

10 ml av saftprøven anbringes i glassbeholderen. Gjennomstrømningsbeholderen er utstyrt med en teflonbelagt rørestav (3 x 1 cm) for å holde prøven grundig blandet under gjennomstrømningen. 50 ml nitrogen/min. anvendes i 5 min. for gjennomstrømningen. I denne tid neddykkes beholderen i et vannbad med konstant temperatur  $40^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ .

Nitrogen slippes ut fra beholderen og oppsamles i en glassforet rustfri stål-kondenseringskveil med lengde omtrent

7,5 cm med utvendig diameter omtrent 3 mm. Kondenseringskveilen er neddykket i et flytende nitrogenbad.

Kondenseringskveilen ble forbundet til en Perkin-Elmer Modell nr. 99 gasskromatograf. Gasskromatografen er utstyrt med en lukteåpning, en flamme-ioniseringsdetektor og en svoveldetektor. Utstrømningen fordeles mellom disse åpninger i forholdet 3:1:1. Manifoldtemperaturen er omtrent 195°C. Fortynningsinnstillingen på flamme-ioniseringsdetektoren var "2" og området innstilles til "1". Toppene som resulterer fra de eluerende forbindelser måles under anvendelse av en Spectra-Physics, Inc. autolab system 1 computer-integrator og oppteigningsanordningen er en Hewlett Packard Modell 3138-A to-punkt oppteigningsanordning.

Den gasskromatografiske temperaturprofil ble programmert som følger: Ovnstemperatur 25°C i 12 min., en 3°C økning pr. min. i 51 min., deretter isotermisk ved 180°C i ytterligere 16 min.

Forbindelse ble identifisert ved retensjonstid for kjente standarder, kombinasjon av gasskromatograf med masse-spektroskopi, og behandling av saftene med esterase.

Denne fremgangsmåte ble anvendt for å oppnå gasskromatografiene for en typisk appelsinsaft (fig. 2), et konsentrat fremstilt som i eksempel 1 (fig. 3), et konsentrat fremstilt ved å anvende frysekonsentrasjonsmetoden i henhold til såkalt "Contherm"-teknikk (fig. 4) og en kommersiell inndampet saft som antas å være tilsatt såkalt essens og frisk saft (fig. 5).

Den oppteigningsinnretning som ble anvendt for å fremstille disse kromatogrammer endret fortynningen i samsvar med topphøyden for å holde topparealene innenfor det grafiske fremstillingspapir. Instrumentet integrerte automatisk topparealene. Noen av de representative forbindelser er

155912

26

identifisert for hvert spektrum.

Figur 2 (appelsinsaft)

<u>Forbindelse</u>	<u>Retensjons- tid (min.)</u>	<u>Areal (%)</u>	<u>Areal (integrert)</u>
Acetaldehyd	14,1	3,17	202,700
metanol	14,9	1,67	106,588
etanol	16,0	41,19	2631,878
heksanal	32,5	0,18	11,761
etyl-butyrat	33,0	3,59	229,349
alfa-pinen	42,1	0,27	17,299
myrcen,			
beta-pinen	45,3	1,25	79,768
limonen	47,9	45,18	2887,156

Total GC-integrert areal 6390,213.

Figur 3 (appelsinsaftkonsentrat fremstilt  
som i eksempel 1)

<u>Forbindelse</u>	<u>Retensjons- tid (min.)</u>	<u>Areal (%)</u>	<u>Areal integrert)</u>
Acetaldehyd	15,2	1,80	157,981
metanol	15,7	1,16	101,371
etanol	17,0	24,05	2107,720
heksanal	33,2	0,07	6,179
etyl-butyrat	34,0	0,34	30,162
alfa-pinen	43,0	0,31	27,553
beta-pinen			
myrcen	46,2	1,4	123,057
limonen	49,1	69,69	6108,952

Total GC-integrert areal 8764,732.

Figur 4 (frysekonsentrert produkt  
under anvendelse av åpen  
prosess)

<u>Forbindelse</u>	<u>Retensjons- tid (min.)</u>	<u>Areal (%)</u>	<u>Areal (integrert)</u>
Acetaldehyd	14,2	1,09	211,947
metanol	14,8	3,1	602,689
etanol	16,2	59,3	11515,039
heksanal	32,1	0,04	7,529
etyl-butyrat	32,8	spor	spor
alfa-pinen	41,9	0,16	32,293
beta-pinen, myrcen	45,0	0,75	146,484
limonen	48,3	34,06	6614,322

Total GC-integrert areal 19421,625

Figur 5 (kommersiell inndampet saft)

<u>Forbindelse</u>	<u>Retensjons- tid (min.)</u>	<u>Areal (%)</u>	<u>Areal (integrert)</u>
Acetaldehyd	15,4	0,41	37,333
metanol	16,0	0,10	9,725
etanol	17,0	5,34	489,145
heksanal	34,0	0,03	2,973
etyl-butyrat	34,6	0,04	3,919
alfa-pinen	43,7	0,45	41,439
beta-pinen, myrcen	46,8	2,16	198,227
limonen	50,1	90,54	8291,948

Total GC-integrert areal 9158,604.

Det er fra disse analyser klart at naturlig appelsinsaft har varierende mengder av etyl-butytrat (0,79 og 3,59%) og av limonen (76,4% og 45,18%). Imidlertid har bare appelsinsaftekonsentratet som fremstilt i eksempel 1 i det minste 0,1% etyl-butytrat, dvs. 0,34% i sammenligning med 0,04% og spormengder for konsentrater fremstilt ved evaporeringskonsentrering henhv. åpen frysekonsentrering. Forholdet mellom etyl-butytrat og limonen i appelsinkonsentratet fremstilt i henhold til oppfinnelsen (fig. 3) er 0,005:1 i sammenligning med et forhold på 0,0005:1 for evaporeringskonsentratet og omtrent 0 for det åpne prosesskonsentrat.

Den ovenfor beskrevne metode ble også anvendt for å oppnå gasskromatografier av et grapefrukt-konsentrat fremstilt som i eksempel 5 (tabell 1), en kommersiell, konvensjonelt fremstilt saft (tabell 2) og en nypresset grapefruktsaft (tabell 3). Noen av de representative forbindelser er identifisert for hvert spektrum.

Som tabellene illustrerer bibeholder grapefruktsaftekonsentratet fremstilt ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen (tabell 1) 89% av etyl-butytratet tilstede i den nypressede saft (tabell 3). Den konvensjonelt behandlede saft inneholder bare spormengder av etyl-butytrat. Fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen tillater altså retensjon av 89% av de totale flyktige bestanddeler tilstede i den friske saft.

TABELL 1 (grapefruktsaft-konsentrat  
fremstilt som i eksempel V)

<u>Forbindelse</u>	<u>Retensjons- tid (min.)</u>	<u>Areal (%)</u>	<u>Areal (integrert)</u>
Acetaldehyd	13.67	1.447	45.824
metanol	13.87	2.757	87.330
etanol	14.63	30.948	980.215
	18.26	1.010	31.990
	18.89	.127	4.033
heksanal	25.94	.095	3.013
etyl-butyrat	26.30	.134	4.260
alfa-pinen,			
beta-pinen	31.92	.249	7.893
myrcen	33.61	1.265	40.063
limonen	35.09	58.453	1.851.337
	35.80	.708	22.431
	36.32	.036	1.144
	39.99	.046	1.454
	46.82	2.584	81.845
	47.78	.069	2.176
	47.81	.071	2.240

Total GC integrert areal: 3.167.248.

155912

30

TABELL 2 (kommersiell, konvensjonelt fremstilt saft)

<u>Forbindelse</u>	<u>Retensjons- tid (min.)</u>	<u>Areal (%)</u>	<u>Areal (integrert)</u>
Acetaldehyd	13.54	.010	1.059
	13.66	.059	6.267
	13.85	.072	7.628
metanol	14.40	.143	15.104
etanol	14.59	1.183	124.775
	18.25	.146	15.381
heksanal	26.03	.026	2.774
etyl-butyrat	*	spor	spor
alfa-pinen,			
beta-pinen	31.98	.595	62.762
	33.19	.036	3.835
myrcen	33.67	2.330	245.765
	33.98	.022	2.361
	34.03	.025	2.591
	34.12	.010	1.062
	34.16	.015	1.540
	34.22	.028	2.949
	34.25	.019	2.055
	34.50	.038	4.010
limonen	35.83	93.842	9.897.758
	36.02	.935	98.656
	36.65	.012	1.251
	36.86	.119	12.588
	37.07	.053	5.637
	39.97	.098	10.300
	46.77	.181	19.111

Total GC integrert areal: 10.547.219.

\* retensjonstiden kunne ikke bestemmes på grunn av den lille mengde etyl-butyrat i prøven.

TABELL 3 (nypresset grapefrukt-saft)

<u>Forbindelse</u>	<u>Retensjons- tid (min.)</u>	<u>Areal (%)</u>	<u>Areal (integrert)</u>
Acetaldehyd	13.31	.160	5.766
	13.52	1.272	45.907
	13.77	1.887	68.091
metanol	14.23	2.484	89.600
etanol	14.52	20.279	731.568
	15.08	.092	3.323
	17.98	.174	6.270
	18.14	.533	19.216
heksanal	25.90	.069	2.484
etyl-butyrat	26.25	.151	5.466
	30.89	.081	2.937
alfa-pinen,			
beta-pinen	31.90	.268	9.654
	33.14	.080	2.902
myrcen	33.60	1.540	55.563
limonen	35.09	68.141	2.458.179
	35.68	.511	18.443
	35.82	.429	15.471
	39.97	.030	1.085
	46.77	1.817	65.536

Total GC integrert areal: 3.607.461.

#### Hydrogen-sulfid-analyse

En Perkin-Elmer Sigma 1 gasskromatograf med flammefotometrisk detektor ble anvendt. Det var nødvendig med et fullstendig teflon-system på grunn av tendensen i glass- og metall-kolonnene til å adsorbere hydrogensulfid og andre lignende forbindelser. En teflon-kolonne omtrent 7.2 m lang med omtrent 3 mm ytre diameter ble anvendt. En 40/60 maskevidde "Chromosorb" understøttelse ble anvendt inneholdende 12% polyfenyleter-fosforsyre. Bæregass anvendt for analysen var luft og strømmingstakten 34 ml/min. En 10 ml prøve ble trukket fra et 50 ml



155912

32

romfang over saftprøven. Kalibreringer ble foretatt under anvendelse av passende standarder.

#### Identifisering av etyl-butytrat

Kokepunktene for heksanal og etyl-butytrat er nærliggende. Heksanal og etylbutytrat elueres fra kolonnene ved eller omtrent den samme retensjonstid. Nærværet av etyl-butytrat i blandingen kan derfor bestemmes ved hjelp av følgende testmetode. 10 ml av et appelsinsaft-konsentrat (44,8% faststoffer) ble fortynnet med vann (3 deler vann for hver del konsentrat ble anvendt). pH ble innstilt til 8 under anvendelse av 1N natriumhydroksyd. 3 dråper av en esteraseoppløsning (Sigma E-3128, porsjon 68C-8135, 8 mg protein/ml 120 enheter/mg protein) ble tilsatt til den alkaliske appelsinsaft. Oppløsningen ble inkubert i 30 min. ved 24°C i prøvetagningsbeholderen. Gasskromatografisk analysemetode 2 ble anvendt (kapillarkolonne belagt med FF-96-Perkin-Elmer GC) for å måle de flyktige forbindelser som var tilstede. Toppen i kromatogrammet som ble identifisert som etyl-butytrat var fraværende etter behandling med denne esteraseoppløsning. Denne topp hadde en retensjonstid på omtrent 30,5 min. Forsvinningen av etyl-butytrat etter esterasebehandling ble også bekreftet under anvendelse av kombinasjoner av gasskromatografi og massespektroskopi.

#### Eksempel I

Ananas-appelsiner med en gjennomsnittlig diameter på omtrent 7,6 cm ble vasket i en oppløsning inneholdende 100 ppm hypokloritt. Appelsinene ble rensert med friskt ledningsvann og ført inn i en saftekstraktor. Det ble anvendt en Automatic Machinery Equipment ekstraktor, modell nr. 400, som kutter opp appelsinene i halvdeler og deretter presser hver halvdel. Gapinnstillingen mellom presseinnretningen og holdeskålene var omtrent 5 mm.

En siktinnretning som anvendte en 0,238 cm sikt ble anvendt for å separere siktrester og kjerner fra saften.

Saften inneholdt 12,6% faststoffer (ikke-vandige forbindelser) og 0,031% skallolje.

Saften ble separert i en sentrifuge av skåltypen (Westfalia Corp., modell nr. SB-7-06-576) som arbeidet med en hastighet på 9500 omdr./min. Nitrogenet ble ført inn i skålen av sentrifugen under separasjonen. Det separerte serum ble helt ut i en avkjølt forsyningstank og holdt ved 0°C og utstyrt med et 90 mikrometer filter ved utløpet. Tanken ble beskyttet mot lyset. Et nitrogen-gassteppe ble kontinuerlig opprettholdt i forsyningstanken.

Pulpen hadde størrelse fra 0,1 til 5 mm og ble lagret beskyttet mot lyset ved 0°C.

En Grenco fryse-konsentreringsenhet, modell W8, fikk tilførsel fra den avkjølte forsyningstank. Grenco-systemet er et lukket system.

Avkjølingsenheten og resirkulasjonspumpen som sirkulerte saften fra omkrystalliseringsinnretningen gjennom varmeveksleren hvor veggene ble skrapet, ble igangsatt og saften ble avkjølt til -2°C. Avkjøling av saften til -2°C og dannelse av omkrystallisert is ble oppnådd etter 2,5 timer hvor også fjernelse av isen via vaskekolonnen ble igangsatt. Etter fjernelse av isen fra enheten begynte saftkonsentrasjonen å øke jevnt til å nå en konsentrasjon på 50% etter en 46 timers periode. Med hvert isfjernelsestrinn ble en ekvivalent mengde frisk saft pumpet inn i frysekonsentratoren. Etter at 50% konsentrasjon var nådd hadde temperaturen i omkrystallisatoren falt til omtrent -10,2°C og ved dette punkt ble fjernelse av den konsentrerte appelsinsaft igangsatt.

Den konsentrerte appelsinsaft ble lagret ved  $-10^{\circ}\text{C}$  inntil den ble blandet med pulpen ved slutten av forsøket. Varigheten av dette spesielle forsøk var 201 timer. Omtrent 6 liter is ble fjernet pr. time etter at 50% konsentrasjon var oppnådd. Totalt 295,7 liter av en 50% konsentrert appelsinsaft ble fremstilt. Omtrent 1200 liter appelsinsaftserum ble anvendt for fremstillingen av konsentratet.

Den konsentrerte appelsinsaft ble så blandet med omtrent 10% pulp (volum/volum) som var blitt fjernet fra saften før frysekonsentreringstrinnet.

Etter blanding av pulpen med den konsentrerte saft ble blandingen så fylt inn i 170 g bokser forsynt med opprivingslokk og lagret ved  $-20^{\circ}\text{C}$  inntil testing. Konsentrasjonen av sluttproduktet var 46,8% faststoffer.

Gasskromatogrammet viste 93,0% retensjon av flyktige forbindelser. Etyl-butytrat-retensjonen var 89,7% og dette var tilstede i 0,34% av flyktige forbindelser. Forholdet etyl-butytrat til limonen var 0,009:1. Forholdet lavtkokende forbindelser til høytkokende forbindelser er 10:1. Hydrogensulfidinnholdet i konsentratet var mindre enn 20 deler pr. milliard.

Appelsinsaftkonsentratet fremstilt ved hjelp av den ovennevnte metode ble smakstestet i en par-sammenligningstest ved tilfeldig utvalgte paneldeltagere. Appelsinsaftkonsentratet ble foretrukket av 62% av paneldeltagerne i sammenligning med utgangssaften.

Ved testing mot en evaporerings-konsentrert prøve av den samme utgangssaft var appelsinsaft-konsentratet fra eksempel 1 foretrukket av 72% av paneldeltagerne. Den evaporerte prøve inneholdt det første kondensat (essensen) såvel som 30% frisk saft (tilført ubehandlet saft).

Tilsetningen av disse materialer ble foretatt som en anstrengelse for å simulere den beste evaporerings-konsentreringsteknikk.

En Crepaco pasteuriseringsenhet anvendes for å pasteurisere det konsentrerte serum fremstilt i eksempel I. Pasteuriseringsinnretningen er et lukket system bestående av tre varmevekslere med overflate som holdes ren. Den første anvender omtrent  $2,1 \text{ kg/cm}^2$  damp ved omtrent  $129^\circ\text{C}$  for oppvarming av serumet til omtrent  $88^\circ\text{C}$  i løpet av den 7 sekunders periode som serumet befinner seg i varmeveksleren. Det oppvarmede serum passerer så gjennom etterfølgende rensede overflate-varmevekslere ved omtrent  $4^\circ\text{C}$  for hurtig avkjøling av det konsentrerte serum.

Bakterieanalyse viser et bakterie-platetall på mindre enn 300 og en muggsopp-telling på mindre enn 100. Pektin-esterase-aktiviteten er redusert til under  $1,0 (\text{PE})_u \times 10^4$  og skalloljeinnholdet er omtrent 0,025%. Omtrent 90% av de flyktige forbindelser tilstede i utgangskonsentratet var bibeholdt, inklusive etyl-butyratet.

#### Eksempel II

##### Sublimerings-konsentrasjon

Omtrent 1,9 liter av appelsinsaftkonsentratet som fremstilt i eksempel I inneholdende omtrent 10% pulp og med en konsentrasjon på omtrent 35% faststoff ble avkjølt til  $-7^\circ\text{C}$ . Saften ble avkjølt i en hermetisk forseglet plastpose anbragt i en beholder som målte omtrent  $51 \times 37 \times 2 \text{ cm}$ . Tykkelsen av saftlaget var omtrent 1 cm.

Skålen ble festet til en vibrator og ble vibrert i 2 timer ved omtrent  $-7^\circ\text{C}$  for å oppnå kontinuerlig blanding av iskrystallene for oppnåelse av omkrystallisering og vekst av store iskrystaller.

Etter vibreringsperioden ble temperaturen redusert til  $-60^{\circ}\text{C}$  i løpet av et tidsrom på omtrent 2 timer. Under denne avkjølingsperiode størknet den grøtlignende blanding av is og konsentrat til en hård, frossen masse. Den frosne masse ble så malt på en mølle av fabrikat Buss-Condux og separert under anvendelse av en kontinuerlig sikteinnetning av fabrikat Sweco. Partikler fra 800 til 1500 mikrometer ble utvalgt og disse partikler ble så underkastet sublimeringskonsentrasjon. Partiklene ble anbragt i en standard frysetørke med en is-kondensasjonskapasitet på omtrent 10 liter. Et fast temperatur- og vakuum-program ble gjennomført for å hindre partiklene fra å smelte. For de første 30 til 45 min. ble partiklene holdt ved  $-30^{\circ}\text{C}$  under et vakuum på 20 mikrometer. Temperaturen ble så regulert til omtrent  $-10^{\circ}\text{C}$  og holdt i 30 min. ved denne temperatur under et vakuum på 20 mikrometer. Temperaturen ble så innstilt til  $10^{\circ}\text{C}$  og på nytt opprettholdt i 30 min. Temperaturen ble så øket en tredje gang til omtrent  $30^{\circ}\text{C}$ . Etter en total sublimeringstid på 2,5 timer ble appelsinsaft-konsentratet tatt bort fra skålen mens det fremdeles var i frosset tilstand og ble anbragt i en krukke forsynt med lokk.

Gasskromatografisk analyse av den sublimeringskonsentrerte prøve etter fortykning til en 12,6% faststoffkonsentrasjon viste en retensjon av 96,3% av de flyktige forbindelser tilstede i den opprinnelige saft. Den endelige faststoffkonsentrasjon i appelsinsaften var 60%.

Etyl-butytratmengden i de flyktige forbindelser var 0,37% og forholdet butytrat til limonen var 0,005:1.

#### Eksempel III

Et 35% appelsinsaftkonsentrat som fremstilt i eksempel I inneholdende 10% pulp ble hurtig frosset ved  $-40^{\circ}\text{C}$ . Omtrent 500 ml konsentrat ble frosset i en skål 51 x 37 x 2 cm.

Sublimeringskonsentrasjonen ble gjennomført under anvendelse av samme utstyr som i eksempel II.

Sublimasjonsprosessen ble gjennomført under isotermiske betingelser ved  $-30^{\circ}\text{C}$  i 16,5 timer ved et vakuum på 20 mikrometer. Klumpen av frosset appelsinsaftkonsentrat smeltet ikke under sublimeringskonsentrasjonen og endelig konsentrasjon var 67% faststoffinnhold.

Det konsentrert produkt ble fortynnet med 5 deler vann til 1 del konsentrat og ekspert-smakskonsulenter kunne ikke skjelve det fra utgangskonsentratet.

Retensjonen av de flyktige forbindelser var 96%.

#### Eksempel IV

Når konsentreringen i eksempel II ble gjentatt under anvendelse av en isotermisk tørketemperatur på  $-25^{\circ}\text{C}$  i 17 timer ble det fremstilt et endelig konsentrat med 81% faststoffkonsentrasjon.

Retensjonen av de flyktige forbindelser var 94% av de flyktige forbindelser som var tilstede i utgangsappelsinsaften, inklusive etyl-butytrat.

#### Eksempel V

Grapefrukt med en gjennomsnittlig diameter på omtrent 12 cm ble vasket i en oppløsning inneholdende 100 deler pr. million hypokloritt. Grapefrukten ble rensset med friskt ledningsvann og passert inn i en saftekstraktor. En ekstraktor av fabrikat Automatic Machinery Equipment, modell nr. 700, som deler grapefrukten i to halvdeler og deretter presser hver halvdel, ble anvendt. Gapinnstillingen mellom presseinnretningen og holderskålene var omtrent 5 mm.

155912

38

En sikteinnretning under anvendelse av en 0,05 cm siktvidde ble anvendt for å separere kjerner og siktrester forøvrig fra saften.

Saften inneholdt 9,6% faststoffer (ikke vandige forbindelser) og 0,003% skallolje.

Saften ble så fylt i omtrent 19 liters plastkanner og frosset ved  $-18^{\circ}\text{C}$  i en uke. Beholderne ble så sendt til behandlingsstedet og forsiktig tint for å holde grapefrukt-saft-temperaturen under  $15,6^{\circ}\text{C}$ .

Ved dette tidspunkt inneholdt grapefruktsaften 9,4% faststoffer (ikke-vandige forbindelser) og 0,003% skallolje.

En pasteuriseringsenhet av fabrikat Crepaco ble anvendt for å pasteurisere saften. Pasteuriseringsinnretningen er et lukket system bestående av tre varmevekslere med rensede flater. Den første anvender omtrent  $2,1 \text{ kg/cm}^2$  damp ved omtrent  $120^{\circ}\text{C}$  for å oppvarme serumet til omtrent  $88^{\circ}\text{C}$  i 7 sek. Det oppvarmede serum passerer så gjennom påfølgende varmevekslere med rengjort overflate ved omtrent  $4^{\circ}\text{C}$  for hurtig avkjøling av saften. Bakterieanalysen av saften viste et totalt bakterieplateinnhold på mindre enn 250 og skalloljeinnholdet var omtrent 0,003%.

Pulpen ble separert fra saften først ved passering gjennom en 30 mesh sikt i en vibrerende separator. Deretter ble ytterligere pulpfjernelse og serumklaring foretatt ved hjelp av en sentrifuge av skåltypen (Westfalia Corp., modell nr. SB-7-06-576) som arbeider med en hastighet på 9500 omdr./min. Sentrifugeskålen ble dekket med nitrogen under separeringen.

Det separerte serum ble pumpet inn i en avkjølt forsyningstank holdt ved  $0^{\circ}\text{C}$  og utstyrt med et 90 mikrometer filter ved utløpet. Tanken ble beskyttet mot lyset. Et

nitrogengassteppe ble kontinuerlig opprettholdt i forsyningstanken. Tanken ble periodevis omrørt.

Pulpen hadde størrelse fra 0,1 til 5 mm og ble lagret beskyttet mot lyset ved  $-40^{\circ}\text{C}$ .

En frysekonsentreringsenhet av fabrikat Grenco modell W8 ble forsynt fra den avkjølte forsyningstank. Grenco-systemet er et lukket system.

Kjøleenheten og resirkulasjonspumpen som sirkulerte serumet fra omkrystalliseringsinnretningen gjennom varmeveksleren med rengjort vegg ble satt igang og saften ble avkjølt til  $-2^{\circ}\text{C}$ . Avkjøling av saften til  $-2^{\circ}\text{C}$  og dannelsen av omkrystallisert is ble oppnådd etter 5,1 timer ved hvilket tidspunkt også fjernelse av isen via vaskekolonnen ble igangsatt. Etter fjernelse av isen fra enheten økte saftkonsentrasjonen stadig til å nå en konsentrasjon på 49,5% etter en 31 timers periode. Etter som is ble fjernet fra konsentreringsenheten ble en ekvivalent mengde friskt serum pumpet inn i frysekonsentratoren. Etter at 49,5% konsentrasjon var oppnådd hadde temperaturen i omkrystalliseringsinnretningen falt til omtrent  $-9,5^{\circ}\text{C}$ . Ved dette punkt var fjernelsen av konsentrert serum fullført.

Det konsentrerte serum ble lagret ved  $-40^{\circ}\text{C}$  inntil det ble blandet med pulpen ved slutten av forsøket. Varigheten av dette spesielle forsøk var 38 timer. Omtrent 12,0 kg is ble fjernet pr. time etter oppnådd 49% konsentrasjon. Totalt 39,2 liter av 48,7% konsentrert grapefruktserum ble fremstilt. Omtrent 800 liter grapefruktserum var nødvendig for fremstillingen av konsentratet.

Det konsentrerte serum ble så blandet med omtrent 10% av pulp (volum/volum) som var fjernet fra saften før frysekonsentreringstrinnet.



155912

40

Etter blanding av pulpen med den konsentrerte saft ble blandingen fylt inn i omtrent 170 g bokser forsynt med opprivingsanordning og lagret ved  $-20^{\circ}\text{C}$  inntil testing. Konsentrasjonen i sluttproduktet var 43,6% faststoffer.

Konsentratet fremstilt ved hjelp av den ovennevnte metode ble smakstestet i par-sammenligningstester med tilfeldig utvalgte paneldeltagere. Det rekonstituerte konsentrat var foretrukket av fra 59 til 90% av paneldeltagerne i sammenligning med kommersielt tilgjengelige, konvensjonelt behandlede safter.

Når andre citrussafter som safter av tangerine, sitron, lime, kumquat og blandinger av disse safter konsentreres ved fremgangsmåten i samsvar med eksempel V, oppnås sammenlignbare resultater.

PATENTKRAV

1- Fremgangsmåte for fremstilling av et konsentrert, naturlig citrusfrukt-saftprodukt, karakterisert ved at enten

- 1) fruktsaften ekstraheres fra frukt, idet fruktsaften omfatter en partikkelformet faststoffandel og en serumandel, omfattende ikke-flyktige og flyktige forbindelser,
- 2) saften føres til en separeringssone med en inert atmosfære hvori den partikkelformede faststoffandel separeres og gjenvinnes og danner derved en serumandel omfattende fra 7 til 20% ikke-vandige forbindelser og 80 til 93% vann, idet den ikke-vandige forbindelsesandel omfatter ikke-flyktige forbindelser og flyktige forbindelser,
- 3) serumandelen, som inneholder suspenderte faststoffer med størrelse under 80 mikrometer føres til en konsentreringssone hvori under en inert atmosfære det dannes en konsentrert fruktsaft, idet konsentreringssonen enten er en frysekonsentreringssone hvori hovedsakelig rene iskrystaller dannes og isoleres eller er en sublimerings-konsentreringssone hvori hovedsakelig ren vanndamp fjernes, idet det fremstilles et naturlig, konsentrert fruktsaftprodukt omfattende hovedsakelig 100% av de nevnte ikke-flyktige forbindelser og i det minste 65% av de nevnte flyktige forbindelser, idet den konsentrerte fruktsaft fra frysekonsentreringssonen omfatter 30-60% ikke-vandige forbindelser og 40-70% vann, og den konsentrerte fruktsaft fra sublimerings-konsentreringssonen omfatter 30-87% ikke-vandige forbindelser og 13-70% vann, og
- 4) den konsentrerte fruktsaft fra trinn 3 rekombineres med fra 30-100% av de partikkelforende faststoffer

separert i trinn 2, eller

- 1) fruktsaften ekstraheres fra frukten, idet fruktsaften omfatter en partikkelformet faststoffandel og en serumandel omfattende ikke-flyktige og flyktige forbindelser,
- 2) saften føres til en sublimerings-konsentreringsone hvori hovedsakelig rent vann fjernes,

slik at det derved fremstilles et konsentrert, naturlig fruktsaftprodukt omfattende hovedsakelig 100% av de nevnte ikke-flyktige forbindelser, i det minste 65% av de nevnte flyktige forbindelser og hovedsakelig 100% av de partikkelformede faststoffer opprinnelig tilstede i fruktsaften, idet i det minste 0,1% av de totale nevnte flyktige forbindelser er etyl-butytrat og mengdene av de to flyktige forbindelser, etyl-butytrat og limonen, skal være slik at forholdet mellom etyl-butytrat og limonen er i området fra 0,0015:1 til 0,6:1, idet mengdene og forholdene av de nevnte flyktige forbindelser bestemmes ved hjelp av en gasskromatografisk analyse av de flyktige bestanddeler som slippes ut i rommet over en prøve av citrusfruktsaft, idet prøven har en temperatur på 40°C.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, karakterisert ved å pasteurisere den konsentrerte fruktsaft fra trinn 3 ved oppvarming i et lukket system til en temperatur i området 80 til 95°C i fra 3 til 15 sek. hvorved mikroorganismer og enzymer som er tilstede hovedsakelig inaktiveres, og den pasteuriserte, konsentrerte fruktsaft rekombineres med fra 9 til 20% (volum/volum) av de partikkelformede faststoffer separert i trinn 2.

3. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, karakterisert ved pasteurisering av fruktsaften fra trinn 1, før separeringen i trinn 2, ved

oppvarming i et lukket system til en temperatur i området fra 80 til 95°C i fra 3 til 15 sek. hvorved mikroorganismer og enzymer inaktiveres i hovedsakelig grad og den konsentrerte fruktsaft fra trinn 3 rekombineres med fra 7 til 20% (volum/volum) av de partikkelformede faststoffer separert i trinn 2.

4. Fremgangsmåte som angitt i krav 2 eller 3, karakterisert ved at de partikkelformede faststoffer separert i trinn 2 pasteuriseres ved oppvarming i et lukket system til en temperatur i området fra 80 til 95°C i fra 3 til 15 sek.

5. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, karakterisert ved at den konsentrerte fruktsaft fra trinn 3 rekombineres med fra 9 til 20% (volum/volum) av de partikkelformede faststoffer separert i trinn 2 og deretter pasteuriseres den rekombinerte konsentrerte fruktsaft ved oppvarming til en temperatur i området fra 80 til 95°C i 3 til 15 sek. i et lukket system hvorved mikroorganismer og enzymer som måtte være tilstede inaktiveres i vesentlig grad.

6. Fremgangsmåte som angitt i krav 1 - 5, karakterisert ved at separeringstrinnet 2 gjennomføres ved sentrifugering med en sentrifuge med høy hastighet, idet saften går inn i separeringstrinnet 2 foretrukket ved en temperatur under 30°C.

7. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, karakterisert ved at den initiale temperatur i den nevnte sublimerings-konsentreringssone er under den eutektiske temperatur for serumet.

8. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, karakterisert ved at serumandelen føres til frysekonsentreringssonen hvorved det dannes et konsentrert fruktserum omfattende fra 30 til 40% ikke-vandige

155912

44

forbindelser og fra 60 til 70% vann og deretter det konsentrerte fruktserum til sublimerings-konsentreringssonen hvori den initiale temperatur er under den eutektiske temperatur for det konsentrerte serum hvorved det dannes en konsentrert fruktsaft omfattende fra 60 til 87% faststoffer og fra 13 til 40% vann.

9. Fremgangsmåte som angitt i krav 7 eller 8, karakterisert ved at den konsentrerte fruktsaft fra trinn 3 rekombineres med fra 9 til 20% (volum/volum) av den partikkelformede faststoffandel separert i trinn 2.

Fig. 1

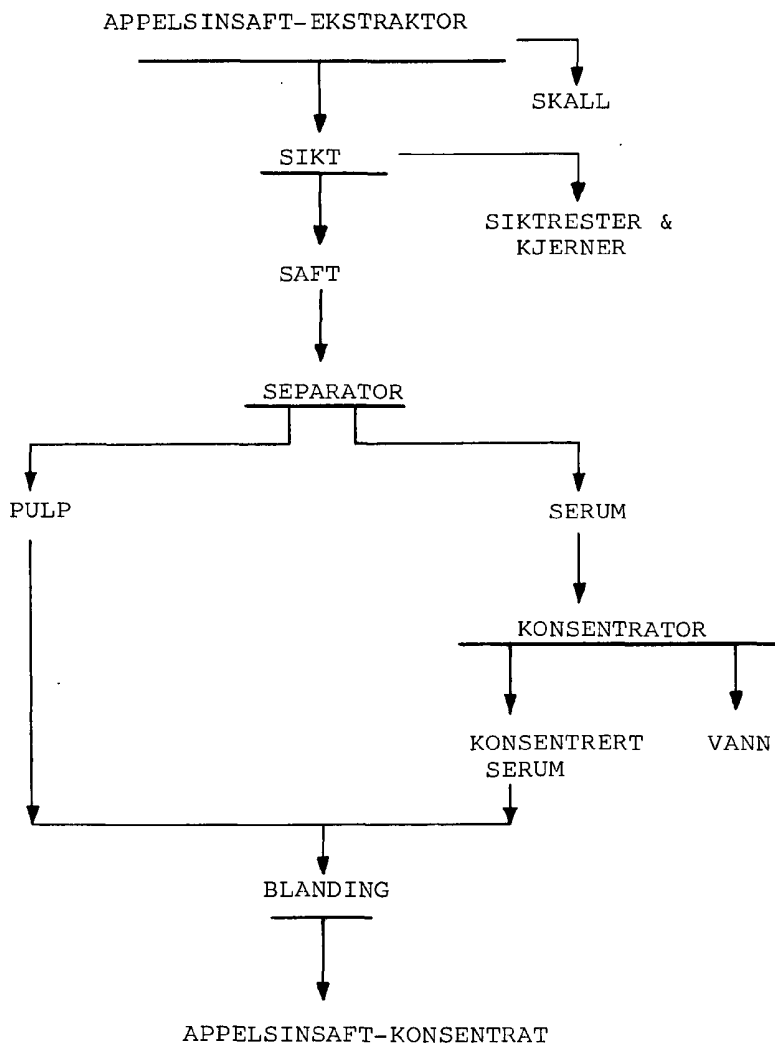
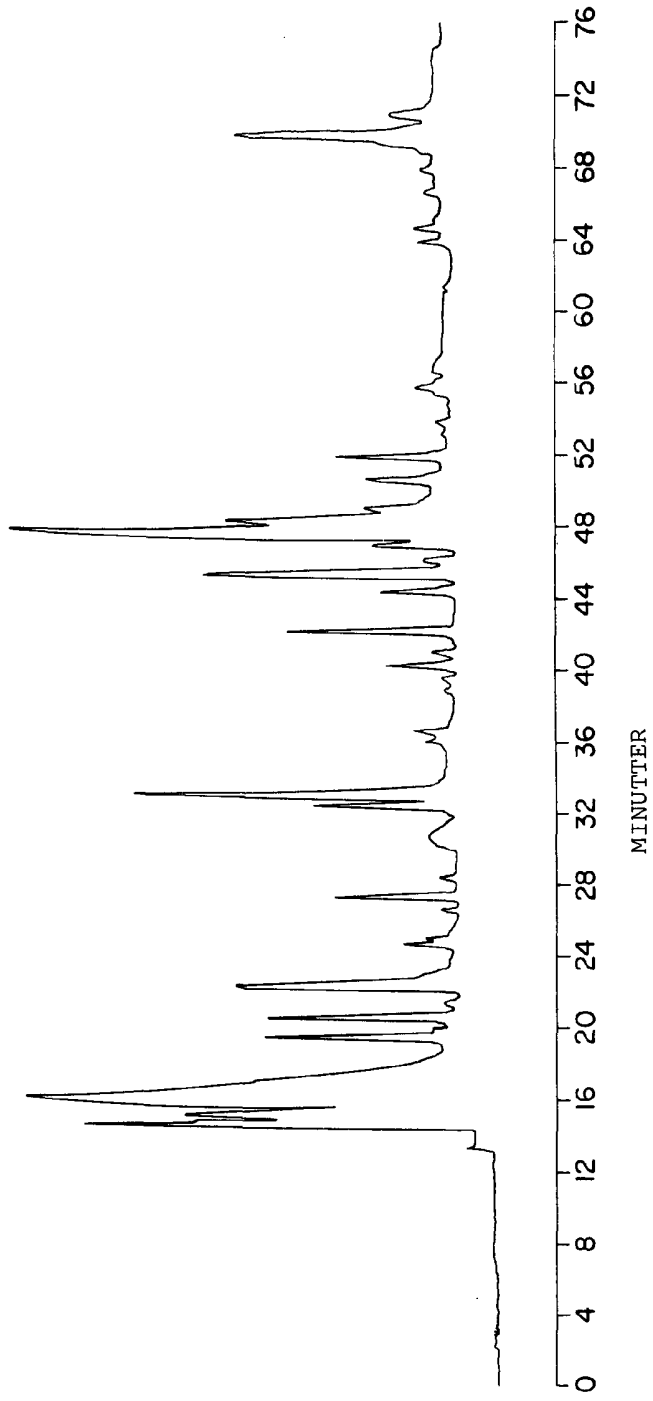
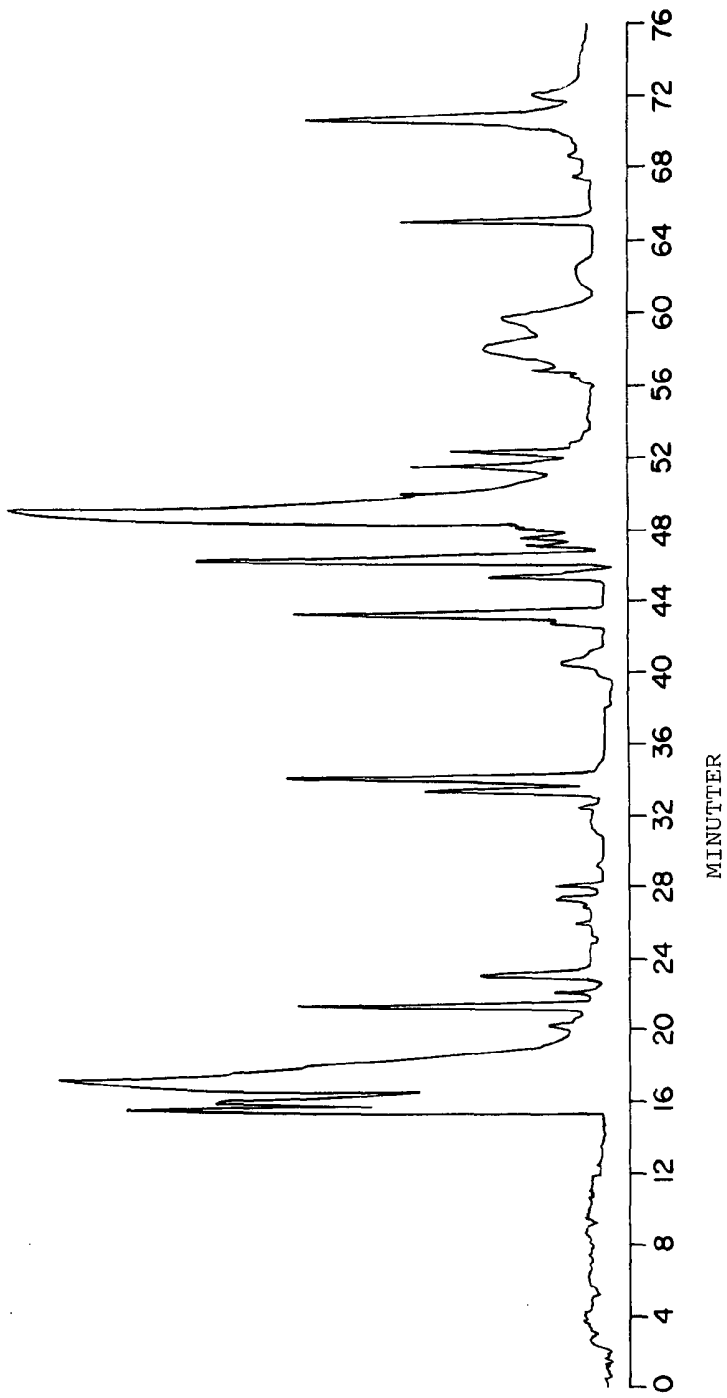


Fig. 2



155912

Fig. 3

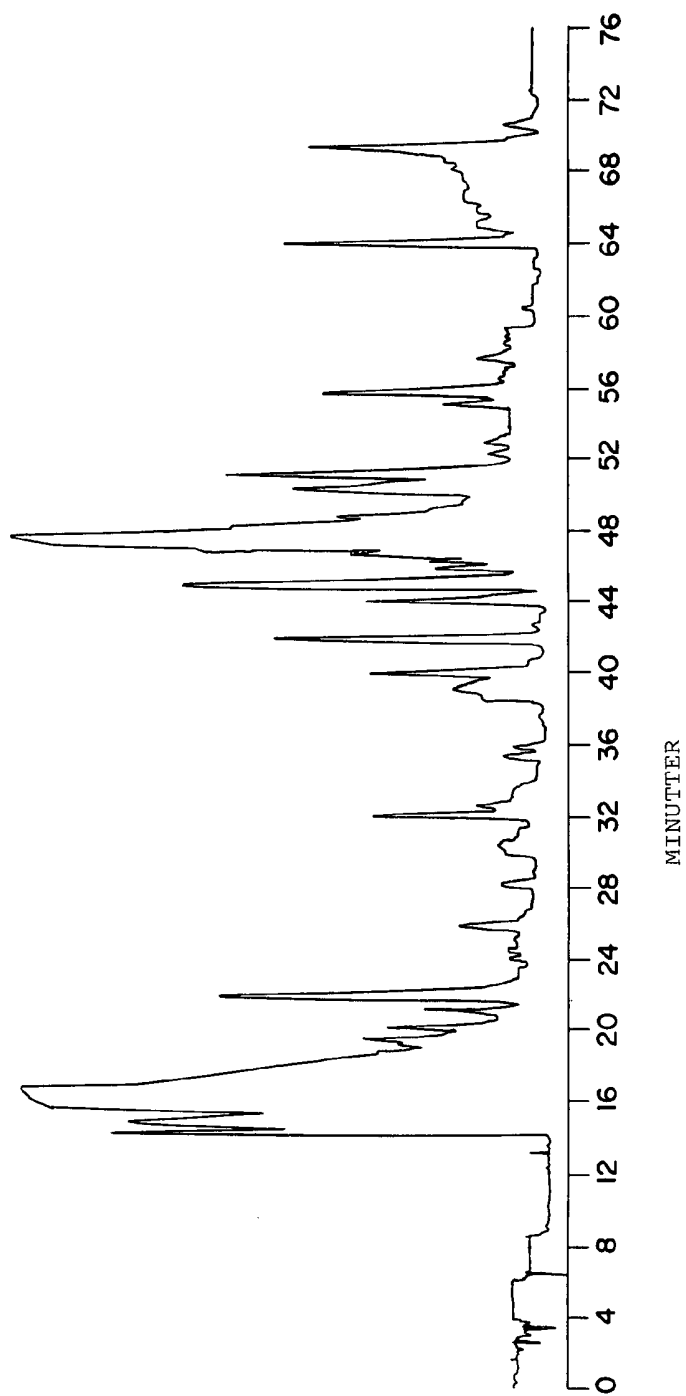


155912

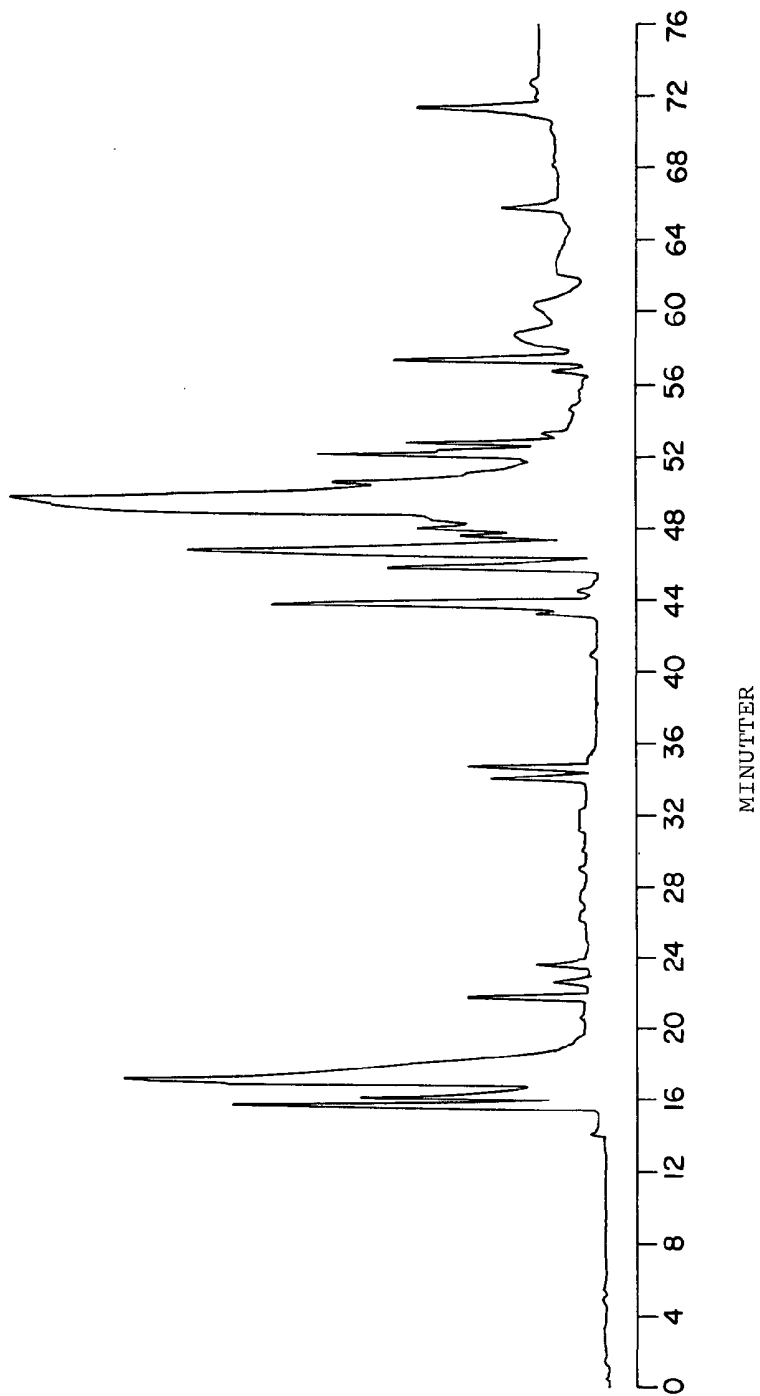


155912

Fig. 4



**Fig. 5**



155912

155912

Fig. 6

