

UNE ÉTAPE VERS LA NORMALISATION DES JUS DE FRUITS

Le Comité d'Organisation de la Production des Jus de Fruits et Légumes vient d'éditer un opuscule intitulé « Méthodes pour le prélèvement et l'analyse des jus de fruits et de légumes » (1). Ce travail a été rédigé par une équipe d'analystes et de techniciens qualifiés et comprenant, par ordre alphabétique :

MM. BONIS, Directeur du Laboratoire Central de la Répression des Fraudes.

CHEFTEL, Ingénieur-Chimiste, diplômé de l'École Polytechnique Fédérale de Zurich, Directeur du Laboratoire de Recherches des Établissements J. J. Carnaud et Forges de Basse-Indre.

CHEVALIER, Maître de Conférences à l'École Nationale d'Agriculture de Grignon, Directeur-Adjoint du Laboratoire National des Industries Laitières et de Fermentation.

DUPAIGNE, Ingénieur Agronome, Directeur du Laboratoire des Recherches du Comité d'Organisation des Jus de Fruits et de Légumes.

Le Professeur GUITONNEAU, Directeur du Laboratoire National des Industries Laitières et de Fermentation, Membre de l'Académie d'Agriculture.

KAHANE, Docteur ès-sciences, Maître de Conférences à l'École Nationale d'Agriculture de Grignon.

LAVOLLAY, Docteur ès-sciences, Directeur du Centre de Recherches de l'Institut des Fruits et Agrumes Coloniaux.

NAVILLIER, Pharmacien, Ingénieur Adjoint au Laboratoire Municipal.

PIEN, Ingénieur Chimiste, Docteur ès-sciences, Directeur du Laboratoire de la Société OFCO.

PRECEPTIS, Pharmacien-Commandant, Directeur du Laboratoire de Chimie au Bureau Central de Recherches du Ministère du Ravitaillement.

C'est à l'un d'entre eux que la Revue « FRUITS D'OUTRE-MER » a demandé d'exposer et de commenter, à l'intention de ses lecteurs, le but et le contenu de cet ouvrage, puisqu'il peut sembler a priori que l'analyse de produits naturels et bien définis par leur mode de préparation, comme le sont les jus de fruits et de légumes, ne s'impose pas, et qu'au surplus tout chimiste connaît des méthodes d'usage courant et adaptées au dosage des constituants de ces jus.

* * *

Le merveilleux instinct de l'animal lui permet de choisir dans la nature l'aliment même qui lui convient. Le mode de nourriture de l'homme civilisé est par contre fortement influencé par des traditions ancestrales, dont l'évolution a conduit parfois à de graves erreurs de diététique, causées par l'oubli des besoins alimentaires réels et l'ignorance de la composition des aliments.

Lavoisier, le premier, mit en évidence l'aspect quantitatif des réactions d'oxydation et de combustion dans l'organisme, Berthelot s'efforça de déterminer des rations alimentaires, mais il fallut attendre les travaux de Balland, à la fin du siècle dernier,

puis ceux d'Alquier, pour connaître la composition chimique de la plupart de nos aliments.

Les progrès simultanés de la physiologie et de la chimie ont montré l'importance de ces données, auxquelles les biochimistes contemporains ont ajouté d'autres notions, comme celle de vitamines et d'oligoéléments.

Ainsi, l'analyse des jus de fruits a révélé leur exceptionnelle valeur alimentaire.

La connaissance de plus en plus poussée de la constitution des denrées que nous absorbons permet non seulement d'établir des régimes judicieusement adaptés aux diverses catégories d'individus, tant bien portants que malades, mais encore de comparer les données de l'analyse chimique avec les appréciations sensorielles de la qualité des aliments. En gros, la qualité dépend de deux facteurs : la présence des principes utiles et l'absence des principes nuisibles ; mais la réalité est plus complexe : la qualité est aussi conditionnée par la juste mesure, par le rapport harmonieux entre certains constituants dont l'absence comme l'excès sont néfastes. Un vin peu acide est plat, trop acide, il est inbuvable. L'examen et la dégustation par un connaisseur permettent de classer les aliments en bons, médiocres et mauvais. On peut alors demander à l'analyse d'indiquer les différences de composition entre ces divers lots, et s'efforcer de discerner quelles données objectives ont motivé l'avis subjectif du dégustateur.

Mais l'analyse de substances aussi complexes que les aliments ne peut prétendre à être complète et aboutir à l'énumération qualitative et quantitative de chacun des principes immédiats contenus dans l'échantillon, alors même que la nature de certains d'entre eux n'est peut-être pas complètement élucidée. Ensuite, une telle analyse exigerait un travail considérable, et une quantité très importante du produit examiné. Force est donc au chimiste de faire porter ses recherches sur les constituants qui lui semblent les plus caractéristiques, et chacun pourra exercer ce choix différemment selon qu'il s'agira de travaux théoriques, de contrôler une fabrication ou de déceler des sophistications.

De plus, il existe plusieurs manières de calculer les résultats des analyses : on peut les rapporter soit à un poids, soit à un volume connu de l'échantillon, ou encore à un poids d'extrait sec ou de cendres. Les chiffres trouvés peuvent être exprimés de différentes façons. Ainsi le résultat d'un dosage d'azote est couramment donné soit en élément (N), soit en ammoniac (NH_3), soit en ion ammonium (NH_4) ou encore en protides en multipliant le poids d'azote par le coefficient 6,25 dans le cas général et par 6,33 s'il s'agit de caséine.

Enfin, une détermination analytique englobe souvent un groupe de substances, et le résultat obtenu est sous la dépendance du mode opératoire choisi : c'est ainsi que l'on appelle « extrait sec » l'ensemble des constituants qui ne se sont pas volatilisés dans les conditions de l'essai, et que la notion d'« acidité » s'applique à tous les acides titrables en présence de l'indicateur utilisé.

(1) Comité d'Organisation de la Production des Jus de Fruits et de Légumes, 43, Rue de Richelieu, Paris (2^e).

Si nous ajoutons que certains dosages peuvent donner des chiffres un peu divergents selon la technique employée, on comprendra combien il est souvent malaisé, quand on compulse la littérature scientifique, de comparer les résultats publiés par les divers auteurs, et il apparaît souhaitable de coordonner leurs efforts par la standardisation des méthodes de travail et de la présentation des résultats. C'est pourquoi M. G. Monnet, commissaire provisoire du Comité d'Organisation des Jus de Fruits et Légumes, a réuni une Commission pour choisir un nombre limité de déterminations essentielles, et indiquer pour chacune d'elles une méthode satisfaisante.

Une quinzaine de dosages, se rapportant à l'appréciation des principaux constituants normaux des jus, ou à la recherche de quelques constituants accidentels fréquemment rencontrés, ou encore au contrôle des opérations industrielles licites, sont seuls décrits dans cet opuscule.

* * *

Dans un avant-propos, M. G. Monnet indique aux producteurs l'intérêt qu'ils ont à introduire le contrôle analytique dans leurs entreprises et précise que ces méthodes s'adressent à celles qui possèdent « un laboratoire proprement installé avec un minimum de matériel, et un chimiste attiré et qualifié ». C'est dire qu'on ne trouvera pas de données élémentaires générales, comme celles relatives à l'emploi de la balance ou des liqueurs titrées. Cependant un mode opératoire très détaillé est indiqué pour chaque détermination, ainsi que certains tours de main rarement mentionnés dans les livres de chimie analytique. Des références bibliographiques permettent de se reporter aux publications originales.

Les « Méthodes » traitent des sujets suivants, et leurs particularités sont soulignées ci-après :

Mode de prélèvement. — Les précautions nécessaires pour obtenir des échantillons homogènes, correspondant à la composition moyenne de la marchandise analysée, sont indiquées.

L'oubli de cette condition essentielle est à l'origine de bien des contestations.

Densité. — Cette constante donne immédiatement une idée approximative de la richesse d'un jus, et sert de base aux transactions concernant les moûts de raisin. Notons en passant que cet usage, justifiable lorsqu'il s'agit de moûts à transformer en vins dont le prix de vente sera fonction du degré alcoolique, est contestable en ce qui concerne les jus de fruits qui, jusqu'à présent, sont taxés pour la vente au détail d'après leur nature et leur volume.

La température choisie pour la mesure est celle de 20° C, plus facile à obtenir en tous lieux que celle de 15°, et qui tend à être adoptée à l'étranger.

La densité est déterminée au moyen du densimètre ; cependant la méthode picnométrique est décrite, soit en vue du contrôle des appareils, soit pour apprécier les jus visqueux ou pulpeux.

Des tableaux de correction de température et de correspondance entre les densités et les degrés Baumé terminent cette rubrique.

Extrait sec. — Mesure de la teneur d'un jus en principes utiles, l'extrait permet de contrôler l'exactitude d'une analyse, puisqu'il doit représenter la somme des éléments fixes. Il intervient dans le calcul de rapports intéressants à considérer pour apprécier la qualité ou rechercher les fraudes.

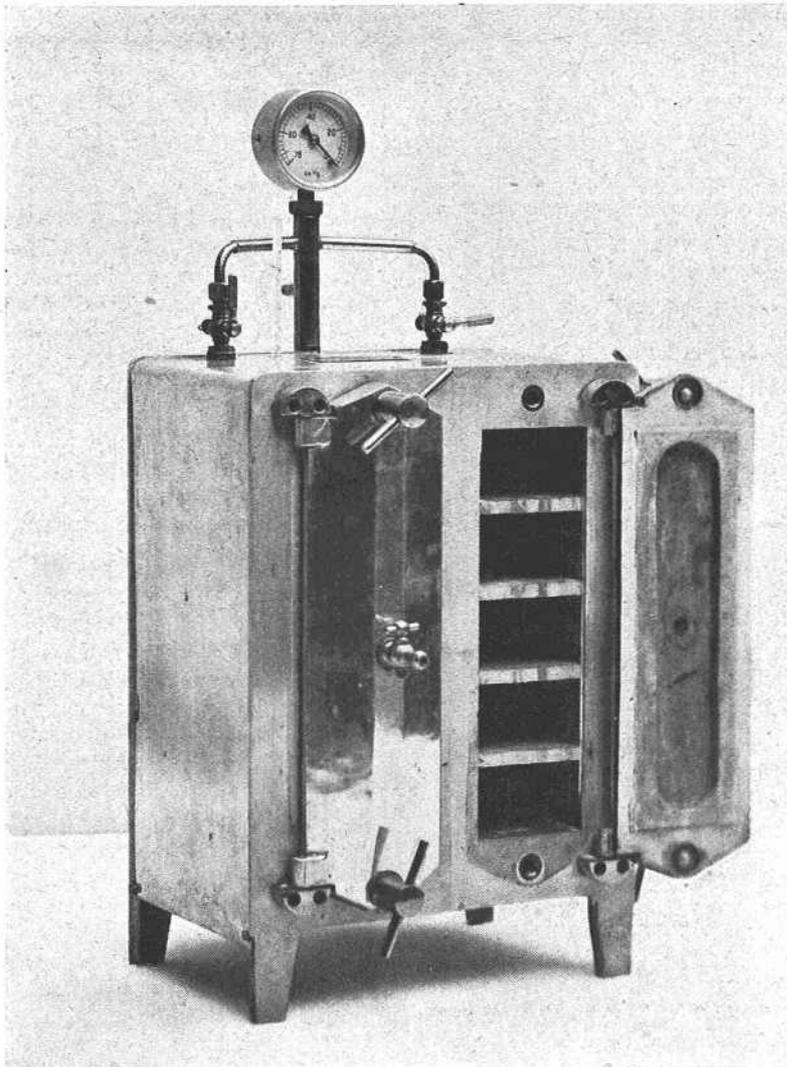


Fig. 1 - Étuve multicellulaire à vide Chopin. Corps isotherme en aluminium coulé, comprenant dix cellules disposées en deux séries indépendantes, avec conduits d'égalisation. Chauffage électrique contrôlé par un thermostat.

Mais sa détermination comporte de nombreuses causes d'erreurs, et bien des opérateurs trouvent plus pratique et parfois plus exact de calculer l'extrait des jus à partir de leur densité ou de leur indice de réfraction. En effet, les dernières traces d'eau des jus sucrés sont fortement retenues : si l'on opère à froid, dans le vide, en présence d'un déshydratant, l'extrait n'est souvent pas complètement sec après plus d'une semaine ; et si l'on chauffe à l'air, il se produit une caramélisation avec perte d'extrait. Le chauffage sous vide est donc indiqué, mais il est difficile d'obtenir une température régulière dans une enceinte ainsi dépourvue de fluide conducteur de la chaleur.

Pour obvier à ces inconvénients, la Commission a fait établir par un constructeur une étuve isotherme dont les alvéoles à parois métalliques épaisses maintiennent à une température bien définie (70° C en général) des prises d'essai qui se dessèchent sans décomposition, sous vide ou même dans un courant de gaz inerte. En quelques heures, on obtient des résultats très satisfaisants (fig. 1).

Si l'extrait pesé peut seul être valablement introduit dans les conclusions d'une analyse, l'extrait calculé, notamment à partir de l'indice de réfraction, donne une valeur approchée et rend service dans la pratique industrielle, par exemple pour estimer un lot de fruits ou préparer des coupages. Sa détermination dépend de l'appareil utilisé et n'a pas été indiquée dans ces méthodes.

Cendres. — Cette manipulation ne comporte pas de particularités.

Sucres. — Les dosages portent sur les sucres réducteurs totaux et le saccharose après interversion. La méthode choisie est celle de G. Bertrand, après défécation au ferrocyanure de zinc ou à l'acétate mercurique. L'emploi de la table de R. Veillon calculée d'après la solution décimale de permanganate de potassium, évite la préparation d'une liqueur spéciale.

Acidité titrable. — De très nombreux détails opératoires sont précisés pour que ce dosage, effectué au moyen de solution décimale de soude et en présence de phénolphtaléine comme indicateur, donne des résultats semblables entre les mains de divers manipulateurs. La complication qui en résulte est plus apparente que réelle ; elle vise à faire prendre de bonnes habitudes qui, dans le travail de série, ne sont pas plus difficiles à contracter que les mauvaises.

Au lieu d'exprimer les résultats en poids d'un acide arbitrairement choisi (tartrique, citrique, malique ou même sulfurique), ceux-ci sont uniformément donnés en centimètres cubes de solution d'acide normal par litre de jus.

Acidité volatile. — Le dosage est pratiqué après entraînement à la vapeur d'eau, en ayant soin de se débarrasser de l'acide carbonique et de déduire éventuellement l'acide sulfureux.

Alcool. — Les jus de fruits ne devant pas contenir d'alcool, il importe de déceler celui qui pourrait se former au cours du transport ou du stockage, et de s'assurer que les produits finis n'en renferment pas plus que les quelques dixièmes de degré tolérés par l'usage. Une microméthode a donc été choisie pour ce dosage de traces. Elle est rapide, puisque cette détermination doit être fréquemment pratiquée. Elle dérive de la technique que Semichon et Flanzky ont indiquée pour l'analyse des vins.

Anhydride sulfureux. — Cet antiseptique est seul autorisé en France pour la conservation des jus de fruits, et en proportion inférieure à 100 milligrammes par litre ; un jus qualifié « pur » ne doit pas en contenir du tout.

Deux méthodes de dosage sont indiquées : l'une (celle de Rippert) est simple, rapide, mais seulement approximative. La seconde, dérivée du procédé de Haas, consiste à séparer SO_2 par distillation en atmosphère de CO_2 , puis à l'oxyder par l'iode

en acide sulfurique que l'on sépare et pèse sous forme de sulfate de baryum. Elle est spécifique, exacte, et relativement rapide entre des mains expérimentées.

Sulfates. — Ce dosage vise surtout à déceler un désulfitage du jus par oxydation. Il se pratique rapidement avec une approximation suffisante par la méthode volumétrique de Marty.

Destruction Nitro-perchlorique. — Cette destruction de la matière organique selon la technique de Kahane permet d'obtenir en solution purement minérale trois constituants accidentels des jus, dont la présence doit être évitée : le cuivre, le fer et l'arsenic. Ces éléments sont dosés au moyen des microméthodes colorimétriques suivantes, qui en décèlent quelques millièmes de milligramme dans la prise d'essai.

Cuivre. — Après élimination de l'action perturbatrice éventuelle du fer, du nickel et du cobalt, on combine le cuivre avec le diéthylthiocarbamate de Sodium et on examine la teinte obtenue en solution dans l'alcool isoamylique soit en la comparant à une gamme étalon, soit en se servant d'un colorimètre ou d'un électrophotomètre (Méthode de Callan et Henderson).

Fer. — On examine la teinte produite avec l'acide thioglycolique (Méthode de Lyons, Leavell et Ellis).

Arsenic. — On le transforme en hydrogène arsénié qui produit une tache sur une bande de papier réactif (Méthode de Truffert).

Ces microdosages sont décrits avec un luxe de détails qui les met à la portée d'un chimiste peu habitué à ce genre de déterminations.

Chlorures. — Ce dosage concerne les jus salés, celui de tomate notamment. On emploie la méthode volumétrique classique au nitrate d'argent et sulfocyanure d'ammonium.

Les trois dernières méthodes décrites, consacrées au jus de tomate, se rapportent à des déterminations plus particulières que les précédentes.

Mesure de la couleur des tomates. — Les normes américaines font intervenir la couleur de la tomate dans l'appréciation de sa maturité. Cette couleur pourrait être déterminée par analyse spectrale, mais un appareil très simple permet de l'évaluer et d'en donner une valeur chiffrée. Il consiste en un disque tournant divisé en quatre secteurs recouverts de papiers colorés de teintes bien définies (secteurs de Munsell), respectivement rouge brillant, orangé brillant, noir brillant et gris mat. En faisant varier l'angle au centre de ces secteurs, on modifie la couleur apparente résultant de leur rotation jusqu'à ce qu'elle s'identifie avec la teinte de la tomate considérée, dont on a ainsi une mesure convenable. En donnant à ces secteurs une valeur définie, on forme une couleur type et on trie facilement les fruits qui sont plus mûrs (plus rouges) ou moins mûrs (moins rouges) que ceux correspondant à la teinte choisie (fig. 2 et 3).

Dénombrement des moisissures dans le jus de tomate. — Si des tomates altérées servent à préparer un jus, ou si celui-ci moisit par la suite, on y retrouvera des fragments de mycélium même après stérilisation. La méthode indiquée consiste à examiner des champs microscopiques de dimensions définies (cellule de Howard). Un champ est dit positif quand la somme des longueurs des filaments mycéliens est égale ou supérieure au sixième du diamètre de ce champ. Il est négatif dans le cas contraire. On établit le pourcentage des champs positifs comptés sur plusieurs préparations, et ce chiffre intervient pour apprécier la qualité d'un jus de tomate (fig. 4).

Sable. — La méthode consiste à déterminer la quantité de terre et de poussière provenant de fruits mal lavés, en entraînant les débris celluloseux par un courant d'eau et en pesant le dépôt minéral qui subsiste, dans des conditions définies. Cette technique

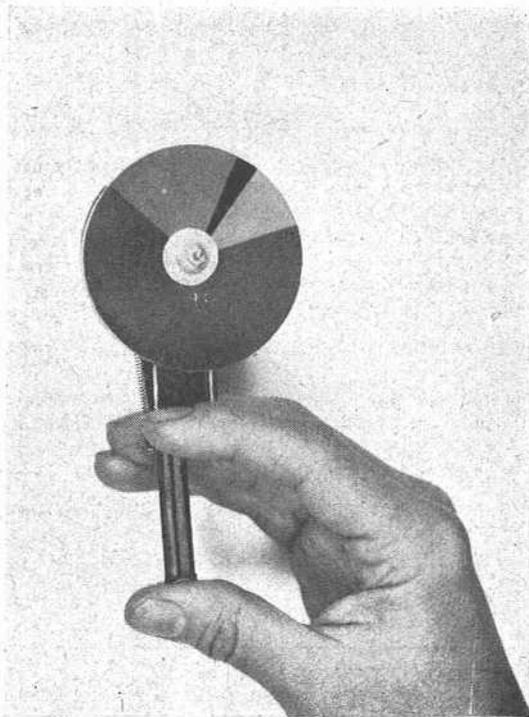


Fig. 2 - Disque au repos montrant les secteurs différemment colorés.

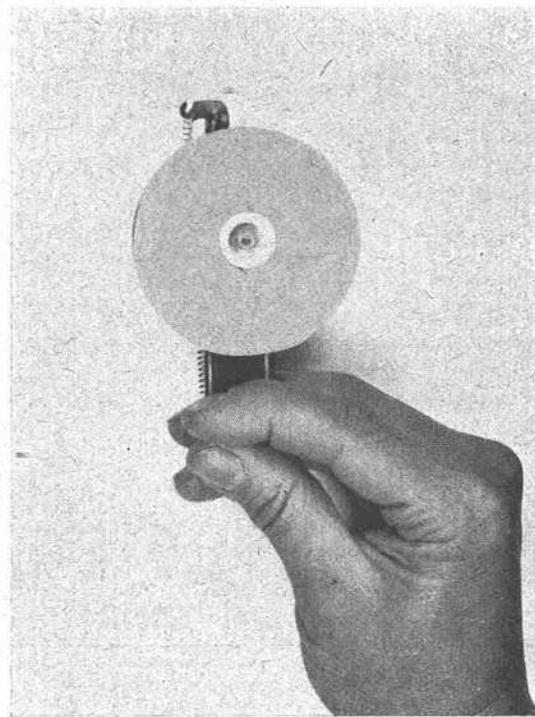


Fig. 3 - Lorsqu'on presse le poussoir, le disque tourne et on perçoit la teinte de comparaison.

DISQUES DE MUNSEL POUR MESURER LA COULEUR DES TOMATES

encore imparfaite, permet cependant de reconnaître les jus trop riches en sucre, et sa publication souligne l'intérêt que présente cet essai.

* * *

Ces quelques déterminations ne sauraient constituer toute l'analyse des jus : il n'est question ni de pectines, ni de diastases, ni de vitamines, ni de l'identification des acides organiques ou des sucres, ni d'une foule d'autres constituants intéressants. Par ailleurs, tous les dosages mentionnés ne sont pas à pratiquer dans chaque analyse.

Ces techniques ne constituent qu'un premier essai de standardisation de méthodes. Leur présentation même, sous forme de feuillets perforés réunis par un cordonnet, laisse le champ libre à toute addition,

toute modification, toute suppression qui paraîtra souhaitable. Aucun exemple de composition ne figure dans cet opuscule : quand de nombreuses analyses auront été effectuées, tant dans les laboratoires de recherches que dans ceux de l'industrie, il sera aisé de déduire de leurs résultats comparables les chiffres moyens,

et, pour chaque constituant, les limites en deçà ou au delà desquelles la qualité se trouve altérée. Ce seront les **normes de qualité** des jus de fruits, dont l'application donnera à la fois une garantie substantielle à la clientèle et un prestige à la production.

La Commission s'estimera dédommée de ses efforts si l'outil qu'elle apporte, pour imparfait qu'il soit, est utile à cette tâche.

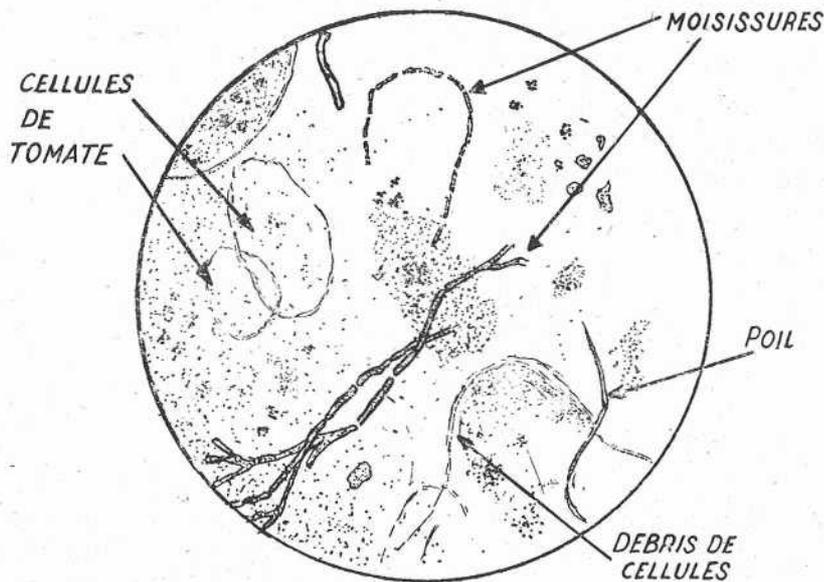


Fig. 4. — Jus de tomate examiné à la cellule de Howard. Diamètre du champ : 1,383 mm. Epaisseur de la préparation : 0,1 mm.

Pierre NAVELLIER.