

Dessiccation des Jus de Fruits par lyophilisation

(Essais effectués de 1952 à 1955)

par

P. DUPAIGNE

INGÉNIEUR AGRONOME

I. F. A. C.

Depuis longtemps notre attention avait été attirée par les travaux sur la lyophilisation poursuivis tant en France qu'à l'Étranger. En général la conclusion commune était la suivante : la lyophilisation est un procédé de dessiccation donnant d'excellents résultats au point de vue de la stabilité chimique, physique et organoleptique des produits délicats tels que les extraits biologiques, les jus de fruits, le café, etc..., mais c'est un procédé très onéreux dont les applications industrielles sont limitées pour cette raison à un nombre restreint de produits pouvant supporter un prix élevé de préparation : plasma et sang humain pour transfusion, antibiotiques ou extraits opothérapiques.

La raison du prix élevé de fabrication tient essentiellement à ce que le procédé est discontinu : le liquide à dessécher est placé dans des ampoules ou des flacons, ou encore sur des plateaux, congelé à basse température et mis immédiatement en relation avec un système de pompage donnant un vide assez profond — une pression de l'ordre du millimètre de mercure au moins — pour que la sublimation des cristaux de glace commence sans tarder, entretenant par perte de calories l'état solide très divisé dans lequel avait été

transformé le liquide. La sublimation est d'autant plus longue que la couche à évaporer est plus épaisse, aussi doit-on éviter de remplir trop le récipient. Les produits qui une fois secs, craignent le contact de l'air ou de l'humidité sont simplement laissés dans leur récipient que l'on scelle ou que l'on bouche hermétiquement ; ou encore la poudre produite sur des plateaux est grattée en atmosphère conditionnée et mise en flacons étanches. On voit que les manipulations sont nombreuses et que pour une installation donnée le débit est minime.

Dans le cas des produits de fruits, la poudre, qui doit rester très divisée et sèche, est particulièrement difficile à conserver, car elle s'oxyde rapidement au contact de l'air et elle est en général très hygroscopique.

Cependant, la qualité des produits est telle qu'elle a incité certains industriels à étudier leur production économique au moyen d'appareils continus. Les Américains s'y sont intéressés à la fin de la dernière guerre, car ils disposaient de gros appareils qui avaient été mis au point pour la production des antibiotiques ; une importante société procéda à des essais en Floride sur des jus d'orange et un constructeur (Chain Belt C.) avait réalisé un appareil à dessiccation continue par lyophilisation.

Ces efforts avaient été stoppés, car l'Intendance avait suspendu ses commandes et parce que l'essor vertigineux du concentré congelé, produit de bonne qualité et de prix de plus en plus bas, suffisait à la clientèle civile. Depuis cette année une nouvelle usine de poudre d'orange s'est installée en Floride, mais elle travaille par évaporation rapide, selon le procédé mis au point par le Laboratoire Régional d'Albany, et non par lyophilisation. Son évaporateur est d'ailleurs

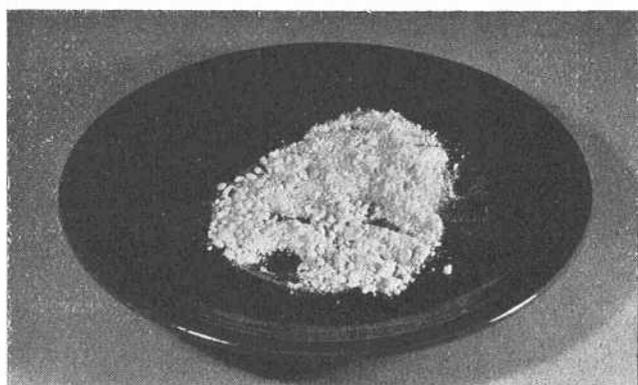


PHOTO 1. — Poudre de jus d'orange lyophilisé. (Document Loire).

construit par Chain Belt Co. et rappelle par certains détails l'appareil à sublimation continue.

En Italie une Société était constituée en 1952, pour appliquer un brevet (Gianazza-Leynano) sur la lyophilisation continue des jus de fruits : raisin, citron et orange, à des prix qui semblaient particulièrement avantageux ; il semble que ce projet n'ait pas abouti.

*
*
*

Nos essais datent aussi du début de 1952. Nous avons pu disposer à cette époque d'un appareil com-

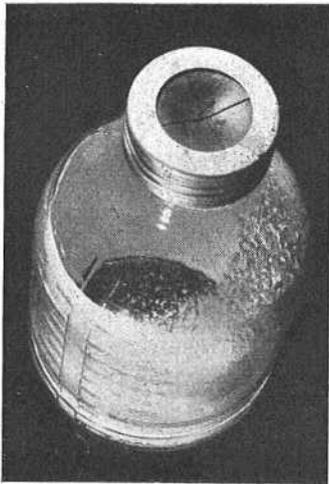


PHOTO 2. — Flacon de jus d'orange lyophilisé.
(Document Loire).

plet à neige carbonique, prêté pour essais par la Cie Westinghouse.

En février 1952, nous avons utilisé de petites ampoules de 20 cm³ en verre blanc. Du jus frais d'ananas était desséché en 4 ou 5 h à condition de ne pas en mettre plus de 5 à 7 cm³ par ampoule. La poudre obtenue, blanche et d'allure réticulée, adhérait à la paroi, mais par addition d'eau la reconstitution du jus était instantanée ; le jus reconstitué était excellent, avec le même parfum de fraîcheur que le jus qui venait d'être extrait du fruit.

Des ampoules ont été conservées à diverses températures et à l'étuve, après avoir été scellées sous vide au chalumeau. L'appareil permet de préparer 20 ampoules à la fois. Après conservation de 1 mois, 3 mois et 3 ans 1/2, les ampoules intactes de poudre d'ananas ont donné par reconstitution des jus qui ont toujours été notés comme excellents.

En mars suivant, les poudres suivantes ont été préparées : ananas, oranges sanguines, mélange ananas-orange et raisin rouge (jus du commerce), ce dernier semblait plus difficile à dessécher que les précédents.

En mai 1952 nous avons utilisé de la cerise, du cassis et du citron.

Certaines ampoules se sont mal conservées, car le scellement de la partie tubulaire avait été trop épais et s'était fendu imperceptiblement au refroidissement ; la fente laissait entrer de l'air et de l'humidité et en quelques semaines la poudre brunissait, collait et finissait par fondre. A la dégustation, le jus préparé avec ce sirop était mauvais dans le cas de l'ananas, très mauvais dans le cas des agrumes et bon dans le cas du raisin ; le brunissement était surtout accentué pour l'ananas et le citron.

Des ampoules avaient été scellées après la rentrée d'air qui se produit au moment où le vide est cassé : les poudres sont évidemment restées sèches, mais elles ont légèrement bruni et la reconstitution donnait des jus à goût passé.

On voit l'importance de l'oxydation due à la grande surface des produits en poudre.

Un autre exemple en a été donné par la comparaison suivante : du jus de cerise a été desséché et la poudre est restée en ampoule ouverte, à l'air : en 2 jours un sirop épais se trouvait au fond, d'une couleur gris brun foncé ; une autre ampoule qui s'était décongelée avait été retirée de l'appareil alors qu'elle contenait un concentré rouge vif qui, 2 jours après, avait encore la même couleur.

Au mois de mai nous avons fait fabriquer des ampoules de contenance plus importante : 60 cm³ ; on pouvait facilement y sécher 20 à 25 cm³ de jus. Nous avons aussi construit un petit appareil permettant de faire tourner rapidement les ampoules sur elles-mêmes dans l'alcool refroidi à la neige carbonique : ceci permettait d'avoir une couche de glace plus haute et plus homogène qu'en réalisant l'opération à la main.

De nombreux échantillons ont été préparés : citons les jus d'orange fraîche ou de conserve, de citron frais, de fraise, de cerise, de cassis frais ; nous avons aussi utilisé du cassis pasteurisé, ainsi que le jus pasteurisé d'un fruit exotique parfumé : la Narangilla. Des mélanges de fruits : citron et baies, agrumes et ananas, ont été desséchés de même que des boissons préparées comme citron et sucre, citron avec zeste râpé et sucre, orange avec huile essentielle et sucre. Nous avons même pu constater qu'un simple sirop de sucre donnait une poudre blanche, sans aucun parfum ni goût étranger.

A propos de parfum, il est évident que le traitement par le vide profond, même à basse température, risque d'éliminer les arômes les plus volatils, bien que la dégustation n'ait pas montré d'altération de saveur dans les jus reconstitués à partir des poudres.

La vapeur d'eau provenant de la sublimation de la glace était condensée et congelée sur la paroi métallique du piège à neige carbonique ; après une opération il était facile de récupérer l'eau de fusion provenant du piège et de lui faire subir une rectification : nous avons pu ainsi recueillir un liquide à parfum caractéristique dans le cas de l'ananas, mais ce parfum était faible et s'est rapidement dénaturé. Avec les agrumes et le raisin l'arôme était presque inexistant ; par contre la Narangilla a donné un arôme concentré qui s'est parfaitement conservé pendant de nombreux mois.

Pour activer la fabrication de la poudre, nous avons tenté de dessécher du jus déjà concentré ; mais outre que la congélation se faisait mal, il arrivait souvent que les ampoules dégelaient avant dessiccation, l'apport de calories extérieures étant plus important que la perte par sublimation. D'ailleurs cette pratique n'aurait d'intérêt que si la première concentration se faisait par cryoconcentration, et non par évaporation, afin de conserver au mieux la fraîcheur d'arôme qui serait dénaturée par ébullition et chauffage.

Par contre la préparation de boisson instantanée par addition de sucre en poudre au jus desséché de citron ou d'orange n'offrait pas de difficulté ; seulement comme cette addition s'effectuait à l'air libre, le produit avait un peu le goût de passé ; c'est pourquoi nous avons ajouté, soit du zeste broyé, soit de l'huile essentielle fixée sur le sucre : la poudre se conservait bien en ampoules scellées sous vide mais la boisson obtenue rappelait un soda et non un jus de fruit frais.

Les conclusions principales qui se dégagent de nos essais de 1952 sont les suivantes :

— qualité du produit, à condition de ne pas le remettre en contact avec l'air ou l'humidité ;

— conservation prolongée de cette qualité ;

— facilité de reconstitution du jus par simple agitation avec l'eau, stabilité du trouble des jus d'agrumes et d'ananas ;

— perte d'arôme insignifiante, sauf pour certains fruits à parfum très volatil, que l'on pourrait d'ailleurs récupérer sur les eaux venant de la sublimation.

En ce qui concerne la stabilité prolongée, nos échantillons étaient conservés à l'obscurité dans une caisse ; il est possible que l'action de la lumière, à travers le verre mince des ampoules, ait un effet nuisible en cas de conservation en vitrine.

ESSAIS DE 1954-55

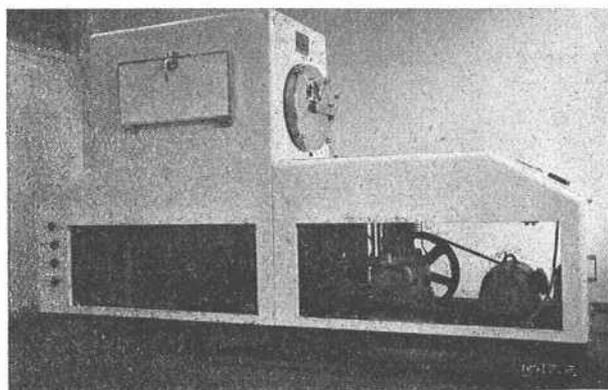
Après avoir constaté la bonne conservation des poudres préparées en 1952, nous avons cherché à

préciser les conditions de fabrication à une échelle semi-industrielle, en utilisant les plus gros appareils existant en France. Les Chantiers de la Loire qui équipent des centres de transfusion sanguine en France et à l'Étranger ont mis à notre disposition un appareil à 80 flacons qui sert aux essais à l'usine de Saint-Denis. Dans cet appareil la congélation se fait par aspersion à l'alcool à -45° dans des flacons de sérum en verre pyrex qui tournent rapidement sur eux-mêmes ; ensuite les flacons sont débouchés et disposés dans des casiers que l'on met dans une enceinte où le vide est réalisé au moyen d'une pompe puissante et par l'intermédiaire d'un piège à basse température. Des résistances électriques permettent de chauffer progressivement les blocs d'aluminium qui servent de casiers à flacons, en fin d'opération, pour hâter la dessiccation. Bien entendu le froid artificiel nécessaire à la congélation et au piège est produit dans le même appareil.

Des thermomètres permettent, sur un tableau central, de suivre les températures des sources froides ainsi que le chauffage progressif des blocs-casiers, et des manomètres et jauges donnent les pressions résiduelles.

En général, pour un produit homogène, la marche de l'opération est suivie par la courbe de température : lorsqu'il ne reste presque plus de glace à sublimer, la température des blocs monte rapidement puisque le chauffage n'est plus compensé par une perte importante de calories : on diminue alors l'intensité du chauffage pour ne jamais dépasser le maximum de température admissible pour le produit, puis on casse le vide à l'air ou avec un gaz inerte et on retire les flacons, ceux-ci sont ensuite bouchés au moyen de bouchons spéciaux en caoutchouc, munis au besoin d'une bague de sécurité sertie en aluminium.

PHOTO 3. — Appareil de lyophilisation type « Laboratoire ». (Document Loire).



Si on le désire, un vide relatif peut être obtenu, une fois les flacons bouchés, par aspiration de l'air au moyen d'une aiguille hypodermique qui perce le caoutchouc ; beaucoup de nos échantillons avaient été préparés ainsi, un dispositif spécial ayant été installé pour y faire le vide rapidement.

Cependant, malgré la bague d'aluminium qui maintient le bouchon, le vide ne se maintient pas au-delà de quelques jours ou quelques semaines (1) ; on voit d'ailleurs facilement si le vide est conservé à la concavité de la surface extérieure du bouchon.

Avec ce matériel, il est certain que les conditions optima de conservation n'étaient pas réalisées : la poudre entrainée au contact de l'air au moment de l'ouverture du caisson et même si le vide était fait ensuite une fois le flacon fermé, il ne se maintenait pas. Aussi peut-on espérer que la qualité des produits sera encore meilleure dans la pratique industrielle, puisque avec un appareil continu la poudre doit être évacuée à l'abri de l'air dans les récipients étanches définitifs, ceux-ci étant ensuite sertis sous vide ou sous azote.

Nous avons conservé nos échantillons à deux températures : 15° et 30° (étuve) ; cette dernière température permettant de vieillir rapidement la poudre, afin de pouvoir les comparer, après reconstitution, avec du jus frais qui avait été gardé soit à 0°, soit à l'état congelé.

Le premier essai de lyophilisation en flacon a été entrepris avec du jus de pomelo préparé dans notre salle des machines à partir de fruits roses provenant de Californie. Ils étaient frais et sans défauts apparents ; leur rendement en jus, à l'extracteur à toupie rotative, a dépassé 57 % du poids brut, mais après un tamisage on a conservé que 37 % de jus trouble débarrassé de cellules. Dans la pratique industrielle un finisseur continu aurait récupéré le jus de ces cellules. Le jus avait une couleur beige rosé et un goût agréable ; son analyse sommaire a donné les résultats suivants :

Densité 1035.

Indice réfractométrique 8,4 %.

Acidité titrable 188 milliéquivalents.

Acide ascorbique 720 mg/l.

Deux flacons de ce jus ont été congelés et conservés à — 10°, et 4 autres ont été pasteurisés à 98° pendant 4 minutes afin de les stabiliser et d'inactiver les enzymes ; après refroidissement le jus est resté trouble, sans se clarifier au repos.

Le reste du jus a été réparti en 80 flacons type E. C. T. R. A. de 500 cm³, à raison de 100 cm³ de liquide par flacon.

(1) Quelques flacons ont conservé leur vide dix mois après leur préparation.

Les flacons ont été transportés à l'usine de Saint-Denis et ont été congelés à — 42° dans l'appareil de série qui servait pour les essais. Après 7 minutes la rotation était arrêtée, et les flacons sont restés pendant la nuit en congélateur.

Le lendemain matin ils étaient retirés et disposés dans les blocs du lyophilisateur et les pompes à vide étaient mises en marche ; on voit que le jus, soit liquide, soit congelé, est resté 24 h en contact avec l'air, ce qui ne doit pas se produire dans un appareil continu.

La dessiccation a duré 10 h ; la pression maximum atteinte avait été de 0,36 mm de mercure, et la température en fin d'opération de — 48° C.

Le vide a été cassé par l'air, puis les flacons bouchés ont été vidés d'air au moyen d'une aiguille hypodermique et ensuite ramenés au laboratoire. On a pu constater que la poudre adhérant aux parois était rose pâle et homogène ; certains flacons munis d'un filtre bactériologique pendant la dessiccation (pratique courante dans le séchage du plasma) montraient une poudre d'apparence spongieuse.

Une dégustation immédiate du jus reconstitué n'a pas montré de différence avec du jus frais conservé à 0°, à peine une légère amertume pour certains échantillons ; la reconstitution du jus trouble était instantanée, ne laissant aucune particule visible en suspension : c'est une qualité du jus lyophilisé qui aura une grande importance au point de vue commercial.

Des dosages d'acide ascorbique sur du jus reconstitué ont donné les chiffres de 720 et 680 mg/l ; autrement dit la perte de vitamines C au cours de la dessiccation est négligeable.

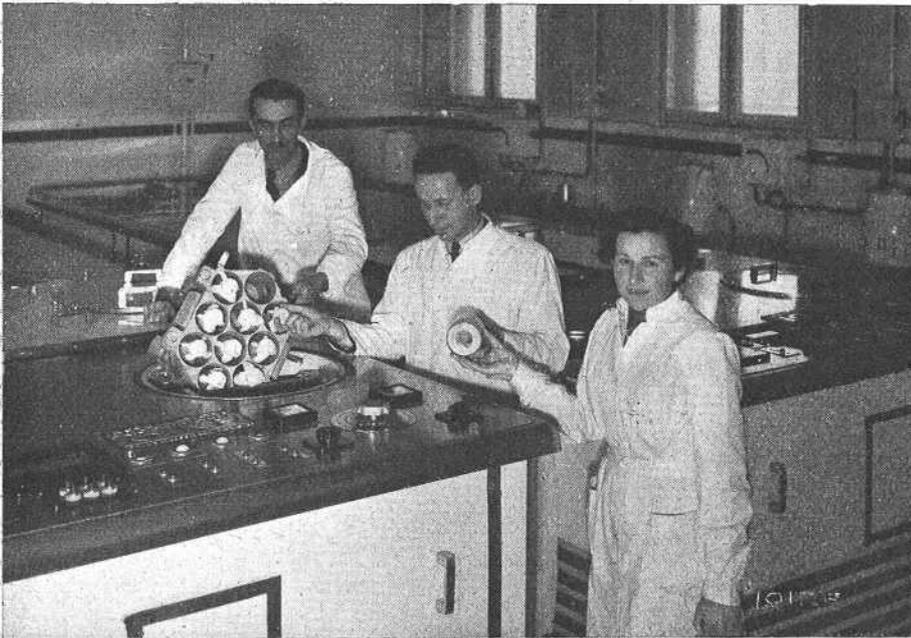
En outre on a recherché l'huile essentielle dans l'eau récupérée sous forme de glace à la surface du condenseur : aucune trace n'a été décelée par la méthode néphélométrique, d'ailleurs cette eau n'avait pas d'odeur.

Pour étudier la tenue de la poudre au cours d'une conservation, les flacons ont été répartis en plusieurs lots : à température ambiante et à l'étuve à 30°, bouchés et maintenus sous vide, bouchés sans être vidés d'air et enfin débouchés.

Une dégustation effectuée 45 jours après cette fabrication a donné les résultats suivants :

— Le jus témoin qui avait été conservé à l'état congelé, puis à 0° décongelé avait une saveur agréable, assez fraîche, mais sa pectine se trouvait précipitée par les enzymes lui donnant une consistance granuleuse.

— Un autre jus témoin avait été pasteurisé en flacons capsulés : sa consistance était alors normale et sa saveur normale, pour un jus pasteurisé, était un peu amère et différente du jus frais.



— Les poudres conservées sous vide à 15° environ ont donné des jus reconstitués dont la saveur a paru bonne ; par contre celles qui étaient restées à l'étuve avaient toute une saveur spéciale, amère avec une odeur de foin à l'ouverture, moins prononcée pour les flacons maintenus sous vide que pour ceux qui étaient débouchés.

Ce premier essai a montré la voie pour les suivants et l'on s'est efforcé d'éviter les températures relativement élevées en fin de travail.

Le 2^e essai a été réalisé 10 jours après avec des oranges Navel, dans le but de voir si on peut éviter par dessiccation l'apparition de l'amertume qui est un inconvénient grave dans l'utilisation de cette variété sous forme de jus pasteurisé.

La dégustation des poudres conservées dans les mêmes conditions que les précédentes, en comparaison avec du jus pasteurisé, a montré que le jus reconstitué était aussi amer, avec un goût de passé pour les échantillons restés à l'air.

Après l'échec d'une fabrication de poudre de mandarine, en raison d'un chauffage trop rapide qui a provoqué la caramélisation, les fabrications n^{os} 3 et 4 ont été entreprises au début de l'année en cours avec des oranges de variété Maltaise et des citrons de Sicile. La qualité des poudres a été jugée insuffisante : amertume, goût étranger, légère cuisson ; les essais 5 et 6 ont été alors poursuivis avec les mêmes fruits quelques jours après, en réduisant la température

maximum du chauffage à 20° au lieu de 48°, ce qui a donné une grosse amélioration. En même temps quelques flacons avaient été remplis avec un simple sirop de sucre et desséchés dans le but de voir si des odeurs étrangères dues aux joints et résistances électriques pouvaient se fixer sur les poudres : effectivement le sucre avait pris l'odeur du liant des résistances électriques, ce qui a conduit à modifier l'installation. Au cours de l'essai n^o 7, datant de février 1955, on a étudié sur des jus d'orange l'influence de l'azote, remplaçant l'air pour casser le vide à la fin de l'opération : l'amélioration de qualité était peu sensible à côté de celle qui résulte de l'abaissement de température du séchage terminal. On a tenté aussi d'utiliser à la place des bouchons de caoutchouc, pouvant laisser une certaine odeur pendant la conservation des échantillons, une pellicule de polyéthylène collée à chaud sur le goulot. L'adhérence complète ne pouvait être obtenue.

Au mois de mars du jus de mandarine a été utilisé pour voir si un vide préalable dans les flacons, entre la fabrication du jus et sa congélation à l'usine était intéressant ; on n'a pas trouvé de différence avec les échantillons transportés à l'air, qui ont donné des poudres excellentes.

De plus la stabilité de l'huile essentielle de mandarine a été vérifiée, par dessiccation d'un mélange de cette huile avec du sirop de sucre ; une fois reconstitué le sirop ne montrait aucune différence.

Enfin des échantillons ont été préparés par mélange de jus de mandarine, de sucre et d'huile essentielle ; après dessiccation et reconstitution, on obtenait une boisson parfaite mais dont le goût prédominant était celui de l'essence naturelle.

Notre dernier essai de cette série a été réalisé à la fin du mois de mars avec des oranges (double-fines du Maroc) et du jus d'ananas de Guinée en conserve. Le chauffage des fours avait été retardé de 2 h. Les échantillons de poudre, jugés excellents, ont été emballés pour une partie dans des sachets en polyéthylène fermés à la pince chauffante. Ces poudres étaient encore excellentes quelques mois après, bien qu'on ne puisse faire la comparaison avec le jus frais, mais peu à peu elles se sont réhydratées et ont fini par se prendre en masse dans les sachets ; la qualité restait bonne mais la solubilisation dans l'eau devenait pénible. Par la suite il faudra évidemment utiliser

des sachets imperméables à la vapeur d'eau et aux gaz.

En conclusion, on peut dire que la mise au point du procédé de lyophilisation au moyen des appareils Loire est faite et que l'on obtient des poudres excellentes ; la conservation de leur qualité dépend de l'étanchéité des récipients et l'on peut admettre que l'usage de sachets de produits desséchants ajoutés à chaque récipient avant fermeture (procédé utilisé aux États-Unis pour terminer la dessiccation des poudres de fruits) permettra de prolonger cette durée de conservation.

Il nous reste à souhaiter que les premiers appareils à lyophiliser en continu puissent être réalisés à bref délai, car pour les raisons que nous avons développées précédemment, leur travail ne pourra être que meilleur que le nôtre au cours de ces essais et la qualité déjà excellente ne pourra pas être abaissée.

MECANISEZ VOS BANANERAIES

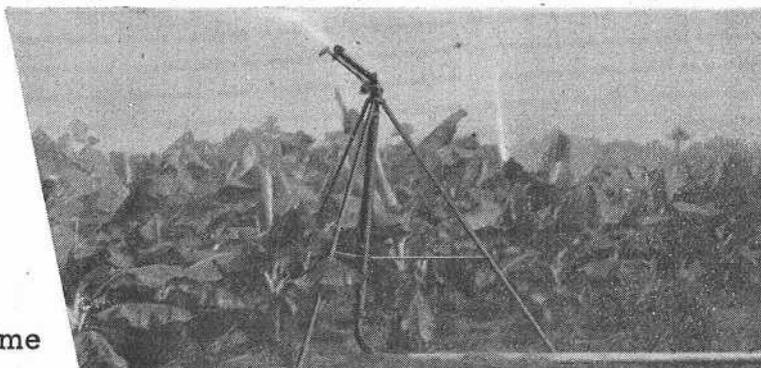
L'IRRIGATION PAR ASPERSION DE VOS BANANIERES

- supprimera l'Erosion et les Engorgements
- diminuera l'intervalle Plantation - récolte
- vous permettra d'irriguer une surface double avec la même quantité d'eau
- augmentera considérablement vos rendements

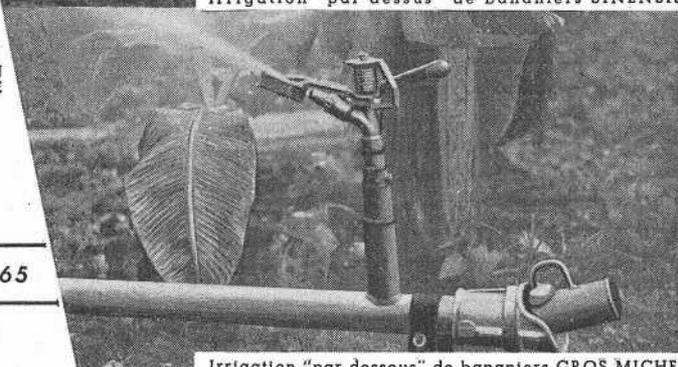
DOCUMENTATION
SUR DEMANDE

SIAMEC

123, rue St-Lazare, PARIS - EUR. 46-14 & 52-65



Irrigation "par dessus" de bananiers SINENSIS



Irrigation "par dessous" de bananiers GROS MICHEL