

# LES AROMES DES FRUITS ET LEUR RÉCUPÉRATION

par **P. DUPAIGNE**

*Institut français de Recherches fruitières Outre-Mer (I. F. A. C.)*

*Le 18 février 1959, la Société Technique des Parfumeurs de France, sous la présidence de M. Pierre A. DUBOIS, a tenu une séance au siège de l'Institut Français de Recherches Fruitières Outre-Mer (I. F. A. C.). Deux conférences étaient au programme :*

*Activité de l'I. F. A. C. dans le domaine des huiles essentielles par Roger SCHWOB.*

*Les arômes naturels de fruits et le problème de leur récupération par P. DUPAIGNE.*

*La question des arômes naturels est primordiale dans le domaine des fruits et de leurs dérivés, pour lesquels la saveur est un facteur déterminant de la qualité. Très incomplètement connus jusqu'à présent par suite des difficultés d'étude insurmontables, la connaissance de la nature chimique des arômes naturels doit faire des progrès importants grâce aux moyens d'investigation puissants qui viennent d'être découverts. L'I. F. A. C., déjà spécialisé dans le domaine des huiles essentielles, aborde maintenant l'étude de ces produits particulièrement complexes.*

*C'est pourquoi nous reproduisons ici le texte de l'exposé de P. DUPAIGNE.*

Bien que les fruits soient des aliments d'un grand intérêt au point de vue nutritionnel et diététique, ils ne peuvent que difficilement constituer la seule nourriture de l'homme en raison de leur composition qui n'est pas équilibrée et manque en général de matières grasses et protéiques.

Ils sont précieux surtout pour compléter par leurs vitamines, leurs sels minéraux et leurs propriétés rafraîchissantes une alimentation basée sur la viande et les féculents. Mais cette raison de sagesse ne suffirait pas à les faire désirer par la grande majorité des individus : c'est leur saveur particulièrement agréable à l'homme qui explique leur succès.

A vrai dire, la saveur n'est pas la seule raison ; elle est liée intimement à l'odeur qui la précède quelque peu lorsque la sensation est perçue par le nez et qui l'accompagne en même temps que la dégustation. Cette qualité complexe n'a pas de nom en français : on pourrait l'appeler flaveur par traduction de l'anglais, et elle s'appliquerait évidemment à tous les aliments.

Dans le cas des fruits le terme qui s'en rapproche le plus est l'arôme ; l'odeur sera réservée au parfum perçu par le nez. D'un autre côté la saveur perçue par les papilles de la bouche est due aux composants principaux du fruit : sucres, acides organiques, tanins, sels, glucosides.

Pour en revenir à l'arôme, il est provoqué par l'odeur de composants qui se trouvent en très faible quantité dans les fruits et que l'on peut classer en composants hydrosolubles et composants liposolubles.

Pour l'analyste des services de contrôle, il convient d'y ajouter les parfums synthétiques, éventuellement utilisés pour renforcer l'arôme naturel (121).

Les composants naturels peuvent être extraits et concentrés par les mêmes méthodes que dans l'industrie des parfums de fleurs : par exemple fixation sur un corps gras, ou entraînement à la vapeur, ou épuisement par un solvant. Mais dans la pratique le problème ne se présente pas de la même façon car, contrairement aux fleurs qui sont jetées après épuisement, en général les fruits doivent être consommés, l'arôme n'étant qu'un sous-produit de leur transformation ; ceci interdit les procédés qui épuiseraient ou altéreraient la pulpe.

C'est pourquoi en définitive la récupération de l'arôme des fruits, qui constitue une industrie nouvelle, ne vise que les arômes volatils, entraînaient par une simple distillation.

Nous laisserons donc de côté les pratiques traditionnelles de parfumerie appliquées aux fruits, ainsi que la distillation des fruits fermentés, la distillation des marcs, la fabrication des liqueurs par macération dans l'alcool ; de même nous ne parlerons pas de l'es-

sence des écorces d'agrumes, bien que toutes ces préparations aient aussi pour but de récupérer les arômes des fruits.

Si l'idée est ancienne, la réalisation de la récupération des arômes volatils n'a été rendue possible que par un perfectionnement technique permettant d'obtenir la qualité avec des prix de revient acceptables ; lorsque les confitures étaient cuites à l'air et les jus de fruits concentrés à 100°, la contamination métallique ou la caramélisation en modifiaient tellement le goût qu'il aurait été inutile de les améliorer par un parfum subtil. L'emploi de l'acier inoxydable et de l'évaporation à basse température permet d'obtenir maintenant des concentrés, des confiseries, des fruits desséchés et même des poudres de bonne qualité ; si les essences qui sont parties avec la vapeur d'eau peuvent être concentrées et réincorporées aux produits, l'amélioration est considérable.

D'autre part ces essences peuvent être vendues à part aux industries qui utilisent couramment des arômes synthétiques de fruits : confiserie, pâtisserie, boissons, sirops, pharmacie ; elles font l'objet d'un certain commerce en Amérique depuis 6 ou 7 ans (2, 9, 158, 186, 187, 15, 72, 134) et en Suisse depuis peu (40) ; nous allons sans doute les voir apparaître en France.

#### Composition des arômes volatils des fruits.

Avant d'aborder l'étude de la récupération de ces arômes, essayons de faire connaissance avec ceux-ci : de quels composants chimiques principaux sont-ils constitués, en quelle proportion par rapport à la pulpe, comment peut-on les identifier et les doser.

Il faut avouer dès le début que nos connaissances sont encore très fragmentaires et incomplètes dans ce domaine ; si les méthodes classiques d'analyse chimique ont pu identifier depuis longtemps certains constituants, comme le géraniol dans l'essence de pomme (153, 156), on s'est aperçu rapidement que les constituants identifiés n'avaient que rarement une grande importance et que l'arôme était en général fourni par un ensemble complexe de dizaines de composants à doses extraordinairement faibles ; d'autre part notre odorat est d'une sensibilité pour certains corps bien supérieure à celle des méthodes d'investigation chimique : ainsi il peut déceler 2 mg de méthylmercaptan à la tonne de produit (125). Aussi les méthodes modernes de séparation et de dosage : chromatographie sur colonne ou sur papier, chromatographie en phase vapeur, spectrographie de masse ou même filtration moléculaire, appliquées à l'étude

des arômes, commencent à ouvrir de larges perspectives dans la connaissance de ces produits. Mais qui connaît la complexité de ces méthodes et l'équipement considérable nécessaire comprendra que de telles études, non seulement ne sont pas à la portée des laboratoires moyens en Europe, mais exigent aussi une collaboration entre équipes spécialisées et laboratoires bien outillés.

#### Méthodes d'analyse.

La recherche complète se compose de quatre phases successives qui peuvent s'effectuer par des spécialistes différents : isolement des matières volatiles, concentration, épuration et identification des composants. C'est évidemment aux États-Unis que les conditions les meilleures sont réunies pour un travail d'ensemble, mais on trouve déjà des résultats partiels en Allemagne, en Angleterre, au Japon ou en France, à mesure que les laboratoires arrivent à s'équiper. Ce n'est pas trahir un secret que d'annoncer que l'I. F. A. C. va recevoir un appareil de chromatographie en phase vapeur et nous pensons que le spécialiste qui s'en servira augmentera nos connaissances sur les arômes des fruits.

Ainsi que je l'ai indiqué, l'analyse des arômes fait appel à des techniques différentes dont l'application est délicate, puisqu'il s'agit de corps ayant des propriétés chimiques et physiques très différentes et se trouvant dans les fruits à doses minimes. En général les procédés sont décrits ou rappelés par les auteurs des travaux originaux ; pour donner un exemple, Mehlitz (127) fournit en détail les explications nécessaires pour l'identification par chromatographie sur papier des arômes de pommes : — monoacides avec le propanol, révélation au bromocrésol — séparation des esters, traitement par l'hydroxylamine, chromatographie avec le butanol, révélation au chlorure ferrique. Transformation des alcools en dinitrobenzoates, chromatographie au méthanol-heptane, révélation à la rhodamine. Transformation des aldéhydes et cétones en 2,4-diphénylhydrazones, chromatographie au méthanol-heptane, révélation à la soude.

Quelques auteurs, trop peu nombreux encore, ont étudié spécialement l'adaptation des méthodes modernes à l'analyse des arômes ; citons en premier lieu la revue générale par Hewitt (94), puis Dimick (53) qui explique l'intérêt de la chromatographie en phase vapeur pour le dosage des constituants des arômes naturels présents à dose très faible, de l'ordre du p.p.m. et qui donne aussi le schéma d'une cellule à conductivité thermique et

du montage électrique à réaliser sans trop de frais. Bernhard (34) utilise la séparation chromatographique en phase gazeuse, mais pour l'essence de citron, et l'identification au moyen du spectrographe en I. R. Dans un travail datant de quelques années, Turk (177) décrit l'adaptation de la spectrographie en I. R. et de la spectrographie de masse à l'analyse des vapeurs émises par les pommes et plus récemment les mêmes techniques ont été appliquées par Stahl (172) pour les vapeurs d'oignon.

Enfin, d'un point de vue plus technique dans le but de l'utilisation par l'industrie, Guadagni (85) a réalisé un petit appareil pour la séparation à basse

température des arômes volatils et leur évaluation globale par la réduction du permanganate, et Brunner (37, 38, 39) en Suisse a montré comment cette évaluation globale des arômes permettait d'estimer la « force » d'une essence de fruit en solution dans l'eau, et de contrôler la suraromatisation éventuelle des produits de fruits. Pour ma part, je pense que la séparation en l'état de l'alcool, des esters et des aldéhydes par saturation de l'eau au carbonate de potassium donnerait une évaluation aussi bonne des solutions hydro-alcooliques fournies par les appareils de récupération d'arôme, et que le dosage serait plus facile et plus court (59).

## AROMES NATURELS

Sur la composition des arômes de fruits, je ne reprendrai pas les travaux relativement anciens que l'on peut trouver dans les ouvrages classiques : Braverman (36), Cruess (49), Gildemeister (80), Guenther (86), Klein (119), Paech et Tracy (147) ; je donnerai seulement en bibliographie les travaux récents relevés par le Centre de Documentation de l'I. F. A. C. et quelques résultats selon les espèces.

En 1949, Kirchner (115) a présenté une revue très complète des résultats connus à l'époque sur la composition des arômes de pomme, cerise, orange, pêche, ananas, framboise, fraise, raisin, citron et banane ; aux fruits faisaient suite d'ailleurs de nombreux légumes et des boissons stimulantes. Mc Glumphy (82) deux ans plus tard a réuni les travaux parus avant la guerre sur les principaux fruits.

### Ananas.

Ce fruit a fait l'objet d'un travail bien connu de Haagen Smit (87, 88, 89), montrant une grande différence entre les fruits d'hiver, pauvres, et les fruits d'été, riches en arôme ; voici les quantités trouvées en mg/kg :

	<i>hiver</i>	<i>été</i>
acétate d'éthyle. . . . .	2,91	119,6
acétaldéhyde. . . . .	0,62	1,35
alcool éthylique. . . . .	—	60,5
isocaproate de méthyle. . . . .	1,4	—
isovalérate de méthyle. . . . .	0,6	0,39
n-valérate de méthyle. . . . .	0,49	—
caprylate de méthyle. . . . .	0,75	—
acrylate d'éthyle. . . . .	—	0,77
n-caproate d'éthyle. . . . .	—	0,77

Ces résultats sont cités par Anonyme (Givaudan (19), Bedoukian (29), Bénézet (33), Khettry (113) et Huet (100) ; ce dernier a constaté également de grandes différences de parfum selon les saisons en Guinée, le fruit le meilleur est récolté avant la saison sèche ; au contraire en début d'hivernage l'arôme est moins bon mais 2 ou 3 fois plus riche en alcool.

### Banane.

Bedoukian (29) remarque que l'on sait peu de chose sur les constituants de l'arôme naturel de la banane ; Von Loesecke (179) a extrait au solvant une huile jaune, visqueuse et d'odeur faible, avec un rendement de 13 mg par kilogramme de pulpe. L'arôme contient surtout des esters amylique, butyrique et acétique, un peu d'acétaldéhyde et des traces d'alcools méthylique et éthylique.

### Fraise.

Ce fruit est sans doute celui qui a fait l'objet des recherches les plus nombreuses, sans doute en raison de l'intérêt économique d'une reconstitution exacte de son arôme, et parce que les difficultés ont amené les recherches à employer des méthodes d'investigation très différentes.

Les premières recherches, par voie chimique traditionnelle, ont montré la présence de plus de 35 constituants ; mais le mélange en proportions équivalentes des mêmes composés, synthétiques, ne donnait pas l'arôme de la fraise (29, 47, 82, 101, 102, 164).

Actuellement deux groupes publient le résultat de leurs recherches ; le laboratoire régional de l'Ouest,

avec Dimick et Corse, utilise à la fois les techniques de concentration de l'arôme inspirées des travaux de Philadelphie, poussant la concentration jusqu'au 1/2 000<sup>e</sup> en volume, et les techniques de chromatographie en phase vapeur mises au point pour cet usage (48, 50 à 56).

Une première fraction du distillat a donné les résultats suivants :

éthanol. ....	45,5 p.p.m.
esters. ....	9,4
insoluble dans l'eau. . .	7,5
2-hexenal. ....	7,2
acétaldéhyde. ....	4,9
méthanol. ....	4,7
acétone. ....	2,7
acide n-caproïque. ....	1,5
acide n-valérique. ....	0,8
acide n-butyrique. ....	0,5
diacétyle. ....	0,2
acide acétique. ....	0,1

Des fractions séparées sur colonne de silicone ont été reprises sur colonne de carbowax. En particulier l'insoluble dans l'eau qui représente 20 % de l'arôme contient de nombreux composants indispensables pour donner la sensation de fraîcheur du parfum de la fraise : on cite les corps suivants :

alcool isoamylique,  
trans-2-hexène-ol,  
n-hexanol,  
acétate de trans-2-hexène-1-yle,  
acétate de n-hexyle,  
caproate d'éthyle,  
cinnamate d'éthyle (trans-2-hexenal).

Selon les auteurs, les travaux sont loin d'être terminés.

L'école suisse [Firminich (164, 191)] estime que la chromatographie en phase gazeuse est une méthode utile pour des recherches complémentaires par sa très grande finesse, mais qu'elle apporte des modifications dans la composition de l'arôme naturel, par le traitement préalable de purification et par les hautes températures indispensables. Le procédé préconisé est la séparation chromatographique à froid sur colonne et sur papier. On a pu ainsi mettre en évidence des composés que ne révèle pas l'autre méthode, comme les acides formique et propionique, montrer que le diacétyle ne se trouve que dans les fraises déjà altérées et que la proportion de 2-hexenal ne dépend que de l'oxygénation des fraises pendant leur broyage.

### Pomme.

Ce fruit fait aussi l'objet de recherches actuelles, car son arôme se trouve dans le commerce. Les travaux les plus anciens datent de 1920 (153) et les travaux les plus complets sont ceux de Meigh (128, 129), Mehlitz (127) et White (188). On a même étudié l'arôme spécial de la sauce de pomme (126) et celui de la poire en conserve (124) et recherché l'importance du méthanol provenant de la décomposition des pectines (26).

Mehlitz rappelle que les auteurs précédents ont identifié 7 acides libres, 7 alcools libres ou estérifiés, et 11 aldéhydes ou cétones. Par chromatographie sur papier, il donne la répartition approximative suivante pour un arôme de pomme récupéré :

acide acétique. ....	++++	} 111 mg/l en acide acétique
acide formique. ....	+++	
acide n-caprylique. . .	++	
acide propionique. ....	+	
acide n-butyrique. . . .	+	
esters acétiques. ....	+++	} 210 mg/l en acide acétique
esters formiques. ....	++	
alcool éthylique. ....	+++	} 512 mg/l en alcool amylique
— n-amylique. . . . .	++	
— n-hexylique. . . . .	++	
— n-butylique. . . . .	+	
— n-propylique. . . . .	+	} 752 mg/l en acétaldéhyde
acétaldéhyde. ....	++++	
acétophénone. ....	++	
formol. ....	+	
acétone. ....	+	

L'acétophénone ou méthylphénylacétone n'avait pas été signalé et possède une odeur caractéristique. Si je puis ajouter mon expérience personnelle, c'est pour dire que la qualité de la matière première a une influence considérable sur celle du produit : ainsi des pommes de cidrerie mal triées donnent une grande quantité d'alcool éthylique et d'acide acétique.

### Orange.

L'orange a été assez bien étudiée (36, 110, 115, 118, 145). Évidemment ce sont surtout les huiles essentielles provenant de l'écorce qui, faisant l'objet d'une industrie et d'un commerce à part, sont les mieux connues. Mais le jus d'orange possède aussi un arôme volatil propre, distinct de celui des huiles ayant été extraites en même temps que le jus et mélangées par la machine (145).

Kirchner (118) a montré récemment que la compo-

sition des arômes du jus d'orange est affectée par les traitements et la conservation. Outre le d-limonène, 22 constituants de la partie liposoluble ont été identifiés ; parmi les essences hydrosolubles, on voit apparaître au cours du vieillissement du furfurole, du méthanol, de l'alcool éthylique et de l'acide acétique ; en outre le mauvais goût du jus mal préparé ou trop vieux provient de précurseurs non volatils formés par décomposition.

### Raisin.

Certains constituants de l'arôme du raisin, en particulier des cépages très parfumés comme le muscat, sont connus par des travaux européens ou américains (90, 96, 185).

On sait par exemple que l'espèce *V. labrusca* est caractérisée par l'anthranilate de méthyle, abondant dans le cépage Concord (96, 154, 161). Le vinifera Zinfandel contient du n-butylphtalate (90).

Dans le Muscat on a trouvé (185) :

éthanol. . . . .	111 mg/kg
méthanol. . . . .	3,7
n-butanol. . . . .	0,03
3-méthylbutanol. . . . .	0,01
n-hexanol. . . . .	0,49
cis-3-hexanol. . . . .	0,26
acétaldéhyde. . . . .	0,85
n-hexanal. . . . .	0,03
2-butanone. . . . .	0,01
2-pentanone. . . . .	0,01
2-hexenal. . . . .	0,05
acétate de méthyle. . . . .	0,08
caproate d'éthyle. . . . .	0,04
esters butyrique, laurique, valérique, caproïque, caprylique, caprique. . . . .	0,16
acétals. . . . .	traces

Bien entendu les constituants les plus abondants, parmi lesquels l'éthanol toujours en tête, n'ont aucun intérêt au point de vue aromatique. Pour une autre espèce, *V. rotundifolia* (112) les constituants sont à peu près les mêmes ; autrement dit nous sommes loin de pouvoir, avec des analyses encore trop incomplètes, réaliser des compositions synthétiques exactement équivalentes au point de vue de l'odeur.

### Framboise.

Citons Adam (25), après quelques travaux (35, 46) et les recherches de Naves (142). McGlumphy (82) avait identifié dans la framboise noire :

— acides formique, acétique, benzoïque, hydrocinnamique, — acétone, acétaldéhyde, diacétyl, benzaldéhyde, aldéhyde iso-butyrique, mentone, catécol,  
— alcools éthylique, isoamylique, butylique, isobutylique, benzylique,  
— menthol,  
— acétate, acrylate et salicylate d'éthyle.

Il est probable que des recherches beaucoup plus poussées ont été accomplies par les laboratoires privés qui ne les ont pas publiées. On peut aussi remarquer la pauvreté de la littérature en ce qui concerne les arômes de fruits aussi communs et utilisés que la pêche (155), l'abricot, la cerise (143) ou le cassis (81).

### COMPOSITIONS SYNTHÉTIQUES

Bien que ce ne soit pas dans le cadre de cette étude, je vais citer quelques auteurs qui ont donné récemment des exemples de compositions aromatiques synthétiques imitant les arômes de fruit. On pourra constater, lorsque le fruit est assez bien connu, que l'arôme naturel et son imitation n'ont pas la même composition, et que les formules suggérées peuvent être sans rapport visible.

Bénezet en 1948 et 1951 (32, 33) : agrumes, fraise, framboise, cerise, ananas.

Janovsky (105) en 1955 : caractéristiques des produits à utiliser en mélange.

Katz en 1955 et 1957 (107, 108) : produits synthétiques nouveaux pour réaliser les arômes de fraise, framboise, cerise, pêche et pomme.

Wiggers (190) en 1948 : mélange synthétique pour l'ananas.

Anonyme (Givaudan) (19) en 1958 : produits pour imiter l'ananas.

Ainsi Jacobs (102) propose pour reconstituer le parfum de la fraise le mélange synthétique suivant :

acétate d'isosmyle. . . . .	440
γ-undecalactone. . . . .	220
benzoate de benzyle. . . . .	134
acétate d'éthyle. . . . .	100
vanilline. . . . .	40
benzaldéhyde. . . . .	40
ionone. . . . .	14
géraniol. . . . .	12

Par ailleurs, il cite une composition établie par Bénézet qui comprend 32 substances, les unes synthé-

tiques, les autres extraites d'autres plantes comme la concrète d'iris ou l'essence de néroli. Katz (107) formule un mélange synthétique bien différent, toujours pour la fraise :

glycidate d'éthyle-méthyle-phényle	35
glycidate d'éthyle-méthyle-p-tolyle	12

acétate d'isobutyle.....	10
β-ionone.....	9
butyrate d'éthyle.....	8
caproate d'éthyle.....	2
vanilline.....	1
aldéhyde amylique.....	0,5
acétate de bornyle.....	0,5

## TECHNOLOGIE DE LA RÉCUPÉRATION DES AROMES

### Réalisations industrielles en Europe.

Dès avant la guerre, certains industriels avaient remarqué que la concentration par évaporation entraîne les plus intéressants des arômes des fruits et qu'une condensation partielle permet d'en récupérer ; leur ingéniosité leur a fait adjoindre des systèmes de condensation et rectification aux appareils à concentrer, et certains de ces appareils fonctionnent encore (41, 42). Un fabricant de concentrateurs de Lille continue à livrer, sur demande, un ensemble permettant de séparer du distillat les parties plus vola-

tiles que l'eau ; nous avons pu voir en juillet dernier un énorme appareil de ce type dans l'usine de Coleford qui fabrique de grandes quantités de sirop de cassis en Angleterre (43, 114).

D'un autre côté, on peut dire que les désulfiteurs à jus de raisin inspirés par les travaux de Nègre et de Flanzy sont des appareils à récupération d'arôme, puisqu'ils éliminent seulement le gaz sulfureux et les incondensables, l'eau et les corps moyennement volatils retournant dans le moût.

Enfin des constructeurs étrangers présentent depuis quelques années seulement des installations com-

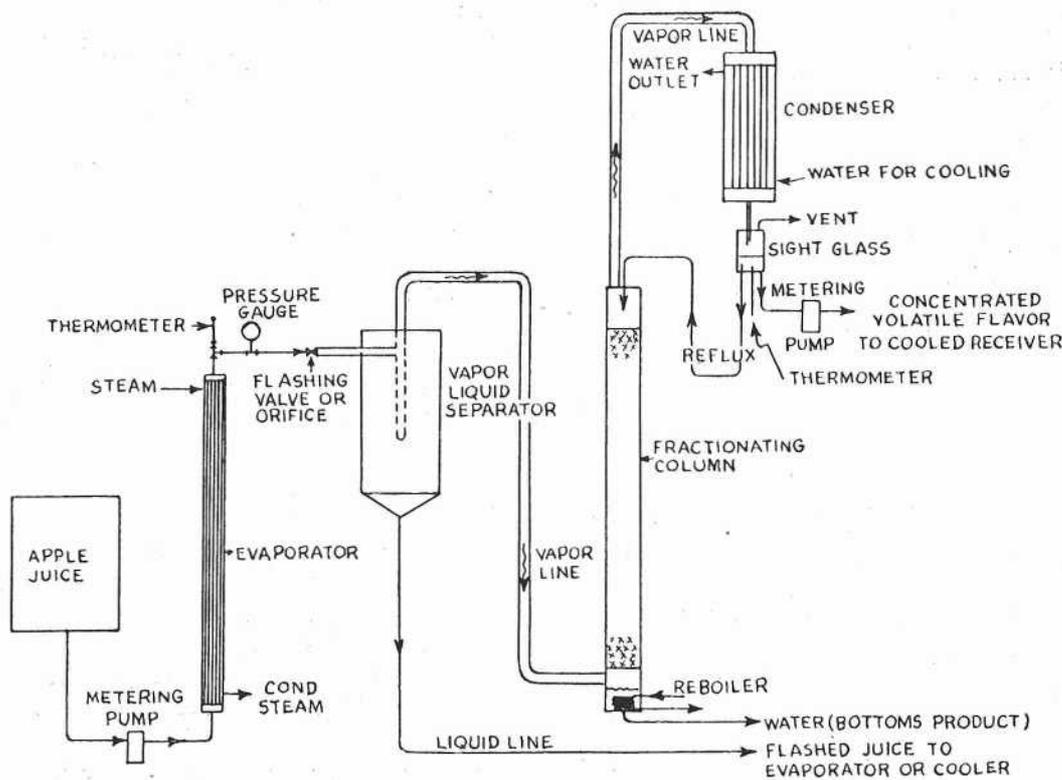


FIG. 1. — Schéma du premier appareil de Milleville et Eskew

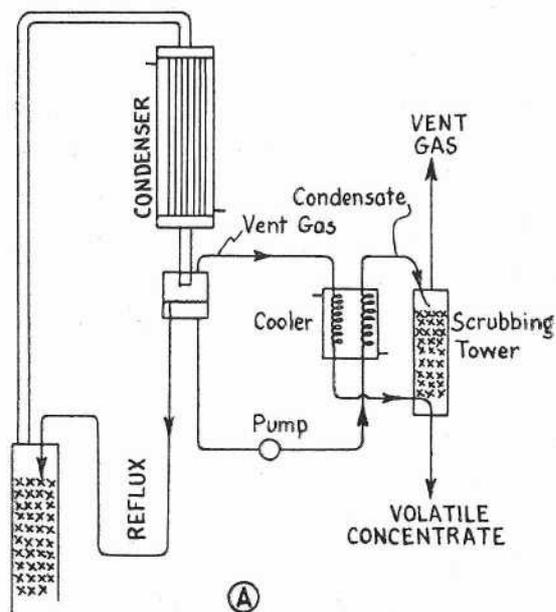


FIG. 2. — Lavage des incondensables par l'essence refroidie.

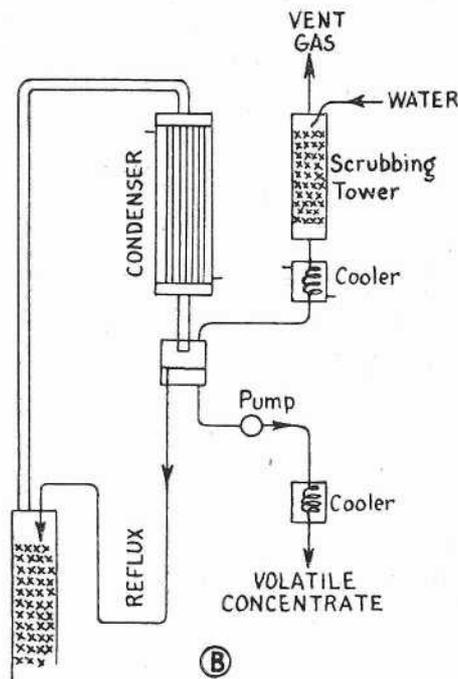


FIG. 3. — Lavage des incondensables par de l'eau glacée.

plètes, en plusieurs formats, pour la séparation et la rectification des vapeurs émises par les jus de fruits au début de leur concentration (150). Un certain nombre d'usines en Suisse, Allemagne, et France même en sont équipées.

Ces appareils sont basés sur les travaux du Laboratoire Régional de Philadelphie dont nous allons expliquer les principes.

L'I. F. A. C. a d'ailleurs contribué à diffuser en Europe les résultats de ces travaux par des articles, un compte rendu d'une Mission de Productivité aux États-Unis en 1951 (\*) et la fourniture de documents.

#### Premiers travaux du Laboratoire de Philadelphie.

Deux auteurs, Milleville et Eskew, ont signé une circulaire ronéotypée du Laboratoire en septembre 1944 qui marquait un important progrès dans le domaine de la séparation des arômes volatils : 1, 3,

84, 130 à 136. En effet il était d'usage de récupérer ces essences par une distillation sous vide, pour éviter leur dénaturation par la cuisson, en utilisant au besoin une colonne à rectifier et une réfrigération poussée pour la condensation ; or même en redistillant plusieurs fois on n'arrivait pas à une véritable concentration par les gaz incondensables. Pour éviter cette perte il fallait au contraire éviter la dépression qui augmentait le volume et la vélocité des incondensables ainsi que la volatilité des essences ; aussi le premier appareil de Philadelphie est-il une colonne à rectifier à pression atmosphérique classique avec réchauffeur à la base et reflux en tête (Fig. 1).

La nouveauté tient dans le système de vaporisation ; ce n'est pas un bouilleur, mais un échangeur de température dans lequel le jus passe à grande vitesse et se trouve porté rapidement au-dessus de la température d'ébullition, par exemple jusqu'à 150° pour un jus de pomme ; une vanne de détente à la sortie maintient une pression suffisante dans l'échangeur pour éviter l'ébullition et, passée cette vanne, le jus chaud et décomprimé se trouve pulvérisé, éclatant en quelque sorte dans un séparateur de phases. Le jus est instantanément ramené à la température d'ébullition à pression atmosphérique, mais il abandonne une certaine proportion de vapeur qui

(\*) Anon. Rapport de la mission « Jus de Fruits » aux U. S. A. I. F. A. C. 1952.

P. DUPAIGNE. Production des jus de fruits aux U. S. A. Embouteillage, mai-octobre 1952, 12-14.

P. DUPAIGNE. La production américaine des jus de fruits. *Rev. Gén. Froid*, 30, 6, 531, juin 1953.

P. DUPAIGNE. Voir réf. 58 et 60.

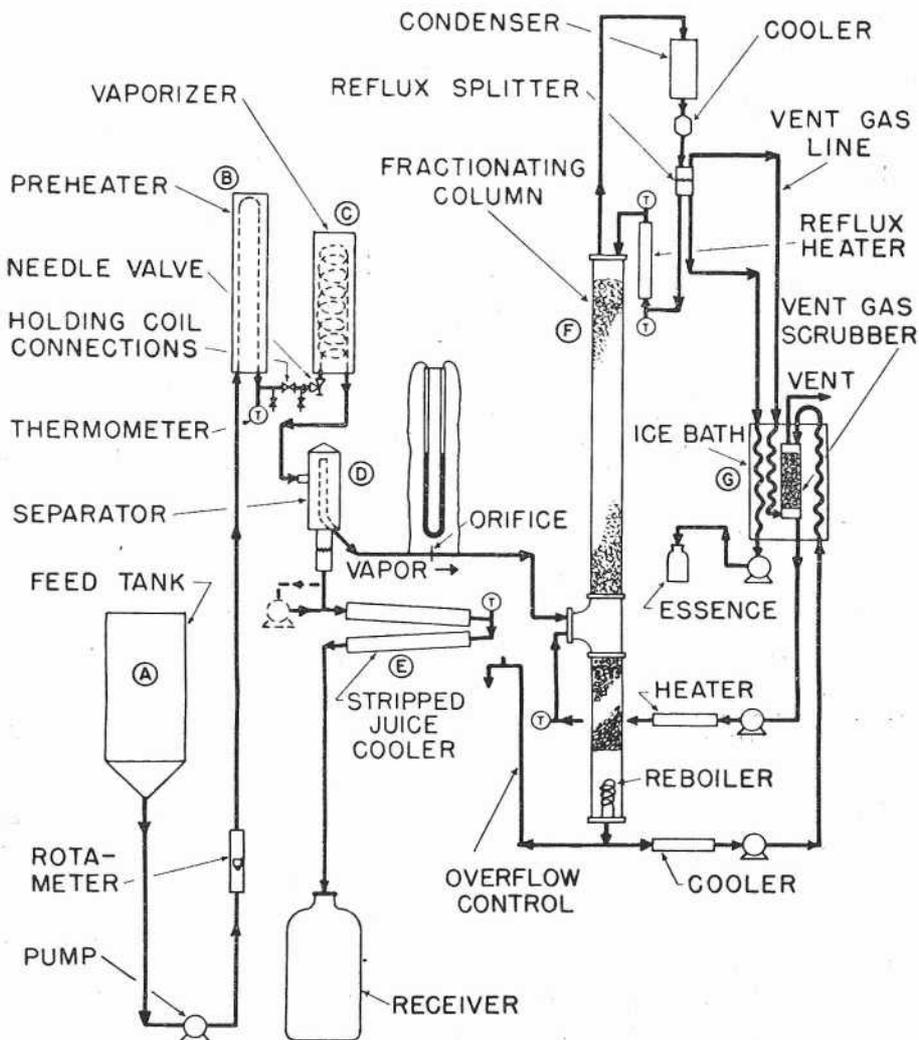


FIG. 4. — Lavage des incondensables par l'eau de la colonne de rectification.

dépend seulement des calories accumulées, c'est-à-dire de la température maximum atteinte. C'est cette vapeur qui est rectifiée, car elle entraîne avec elle tout ce qui est volatil.

Avec ce procédé, on peut aisément obtenir un arôme rectifié au 1/100 ou 1/150, c'est-à-dire représentant en volume ces fractions du volume de jus traité. D'autre part le jus désaromatisé n'est pas altéré par le chauffage, qui est très rapide, si on prend soin de le refroidir aussitôt la sortie du séparateur.

La proportion de vapeur qu'il est nécessaire d'obtenir varie selon les fruits ; elle est de 8 à 10 % pour la pomme et 40 % pour le raisin, c'est-à-dire que les arômes de la pomme sont plus volatils et plus facilement entraînés que ceux du raisin.

#### Applications du procédé.

Le succès qualitatif du procédé a permis la mise au point rapide de produits nouveaux, attendus par le consommateur : les concentrés congelés de pomme et de raisin. En effet le développement extraordinaire des concentrés congelés d'orange (\*) a incité les producteurs de jus de pomme, raisin et baies à préparer des boissons gardant aussi leur fraîcheur d'arôme, et la restitution des essences séparées avant la concentration en était le moyen.

On a donc préparé des concentrés au 1/4 en volume, homologues des concentrés d'orange, pour la pomme

(\*) P. DUPAIGNE. Application du froid aux fruits et dérivés. *Rev. Gén. Froid*, 28, 3, 229, 4, 341, mars-avril 1951.

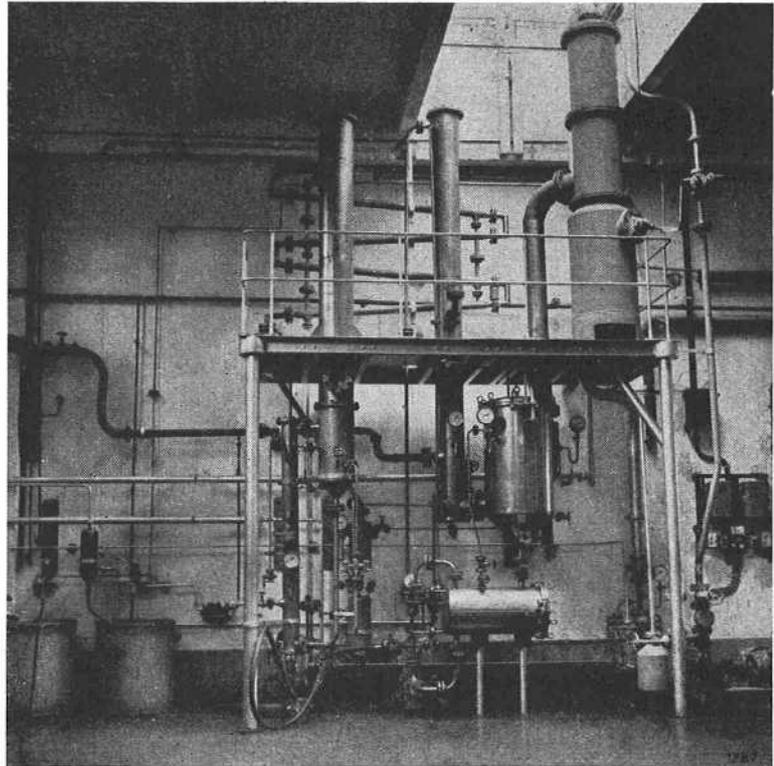


Photo 1. — Evaporateur Kestner avec récupération des arômes.

d'abord (4, 5, 12, 66, 67, 77, 108<sup>1</sup>, 108<sup>t</sup>, 180), puis le raisin (6, 64, 65, 68, 95, 98, 99, 193) puis bien d'autres fruits : ananas (170), baies (62), fraise (12, 182), cerise (23), pêche (61, 63), prunes (181), poire (79, 184) et même oranges (78, 159, 160, 192). Comme le taux de concentration pouvait être élevé, à condition de réincorporer tous les arômes, les jus de pomme (60) et de raisin (7, 69, 70) ont été présentés au 1/7 en volume, ce qui représente un avantage notable dans les frais d'emballage, de magasinage et de transport.

D'autres produits peuvent bénéficier de cette restitution des arômes ; ce sont en particulier les confitures. Dans ce cas il n'est pas question de faire passer la pulpe dans un échangeur, aussi on se contentera de fractionner les premières vapeurs lors de la concentration sous vide (22, 149, 176).

Les gelées ont pu être traitées de la même façon ; signalons un procédé de préparation continue des gelées de fruits à partir de sirop de sucre, de solution de pectine et de jus de fruit concentré dans lequel ont été restitués les arômes naturels (17, 18, 20, 152).

Enfin le dernier stade de l'évaporation est la poudre ; sans parler de la sublimation, qui est encore un procédé très coûteux (\*), on arrive à préparer des

poudres de qualité acceptable par un procédé d'évaporation rapide sur une bande sans fin d'acier inoxydable se déroulant dans un caisson maintenu sous vide poussé ; la qualité des poudres peut être grandement améliorée par l'adjonction d'essence naturelle, et débarrassée le mieux possible de son eau, car ces poudres sont très hygroscopiques ; on les conserve à l'abri de l'air dans des boîtes renfermant un sachet de sel hygroscopique qui absorbe en quelques semaines les quelques pour cent d'humidité qui restent dans la poudre à son emballage (71, 73, 106, 146, 168, 171, 175, 178).

#### Arômes concentrés vendus en l'état.

J'ai indiqué dans l'introduction que ces produits étaient déjà commercialisés à part ; si leur développement n'est pas rapide, c'est que leur mise au point est encore à faire. Ce sont des dilutions dans l'eau, transparentes et incolores, de conservation parfois satisfaisante mais souvent très mauvaise et dont la valeur réelle comme aromatisant est difficile à garantir ; d'autre part leur richesse en alcool éthylique entraîne des complications administratives. Si l'on arrive à éliminer complètement l'eau et peut-être l'alcool, les produits se conserveront sans doute mieux,

(\*) P. DUPAIGNE. Dessiccation des jus de fruits par lyophilisation. *Fruits*, 11, 1, 25 janv. 1956.

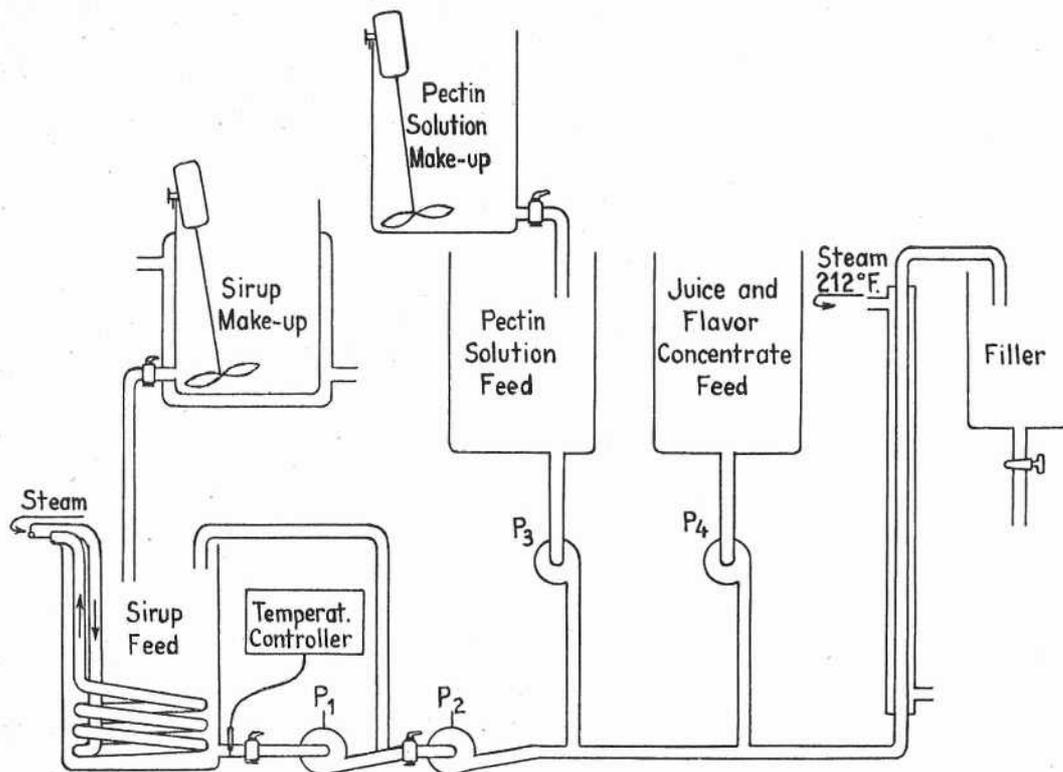


FIG. 5. Fabrication continue des gelées de fruits.

mais leur puissance (et leur prix) obligera à prendre certaines précautions lors de leur utilisation.

#### Transformations successives du procédé de Philadelphie.

Des modifications ont été rapidement apportées au schéma primitif, afin d'améliorer son rendement et d'étendre son utilité à d'autres domaines (45, 74, 84, 97, 136).

Le système de chauffage du jus a été modifié pour éviter tout risque de colmatage ; il se compose maintenant de deux parties : un tube préchauffeur aussi fin que possible dans lequel le jus circule à grande vitesse et avec une grande perte de charge pour empêcher les dépôts de se produire, puis après la vanne détendeuse de pression, un tube surchauffeur plus large dans lequel se vaporise le jus, sans à-coups.

Pour éviter toute perte de corps volatils avec les gaz incondensables (air et gaz carbonique des fruits), ceux-ci sont désormais lavés avant leur élimination, dans une petite colonne remplie de fragments de tubes et maintenue à 0°. En effet certains jus, et surtout les

déchets de l'industrie (peaux, trognons de poires ou de pommes en conserverie) sont riches en gaz carbonique ; le lavage de celui-ci permet de récupérer une bonne partie des arômes les plus volatils, souvent les plus parfumés. La colonne est lavée soit par de l'eau pure glacée, soit par une faible portion, préalablement refroidie, de l'eau éliminée à la base de la grande colonne de rectification et qui peut encore contenir des matières aromatiques peu volatiles (Fig. 2, 3 et 4).

Enfin dans le cas où le fruit est trop délicat pour être vaporisé à haute température, même pendant un temps très court, ce système de lavage des gaz permet de travailler sous un vide relatif qui permet l'évaporation à température modérée ; aussi a-t-on pu l'utiliser pour le jus d'orange.

Notons que le procédé, conçu pour l'industrie peut aussi s'appliquer à l'échelle du laboratoire où il offre l'avantage de fournir, puisqu'il marche en continu, des quantités notables de distillat à un taux de concentration fort élevé.

L'appareillage tel qu'il était prévu pour traiter une fraction assez faible (10 à 20 %) de la matière première et tel que nous pouvons le voir en Europe

n'est pas très encombrant. Mais tout récemment le laboratoire de Philadelphie a publié une étude de Eskew (75) montrant l'avantage dans le cas du raisin et de la cerise de faire passer la totalité des vapeurs émises pendant la concentration dans la colonne de rectification, c'est-à-dire 80 à 90 % du poids du jus.

L'évaporation en un seul effet est presque instantanée et donne un concentré à 72 % dans lequel l'arôme, après récupération au 1/150 en volume, est réincorporé. Des essais ont été faits avec cet appareil volumineux sur la cerise, la mûre, la myrtille, la pêche, la fraise, la pomme et le raisin et on aboutit, semble-il, à une économie sur les investissements normaux (récupération et concentration séparées).

#### Travaux inspirés par ceux du Laboratoire de Philadelphie.

J'ai indiqué que l'on commence à voir en Europe des appareils industriels basés sur les principes étudiés par Milleville et Eskew. Bien entendu ces appareils ont été précédés par des montages en verre qui servent à la mise au point et aux essais de laboratoire ; quelques usines en possèdent maintenant en France.

Pilnik (150) en fournit une photo et une équipe japonaise donne un schéma et les résultats de ses travaux analytiques sur la pomme et le raisin (26, 27, 28, 141, 166, 167). Après ces Japonais, j'ai réalisé et décrit un appareil de verrerie (58) qui a d'ailleurs subi des modifications (60) et que je compte encore transformer en utilisant comme échangeur de chaleurs une cloche à spirale de flash-pasteurisateur. Pour l'analyse des constituants des arômes, notons encore le séparateur de Phillips (148), celui de Walker (183) et rappelons ceux de Dimick (50, 51). Enfin pour terminer, quelques brevets, n'ayant aucun rapport avec les travaux du Laboratoire de Philadelphie, ont été pris par Ben

(30), Fessler (15, 76) et Keller (111) et décrits dans mon rapport au Symposium de Bristol (60).

Celui de Fessler permettrait d'obtenir un mélange volatil débarrassé de l'eau, ce qui faciliterait sans doute la conservation prolongée.

#### Intérêt des recherches à poursuivre.

L'industrie des arômes de fruits ne fait que débiter en France ; il est certain que la réincorporation des arômes naturels, si ceux-ci ne sont pas altérés, constitue un progrès technique considérable dans le domaine des produits concentrés de fruits ; d'autre part la production d'arômes naturels à partir de matière première saines mais d'intérêt secondaire, comme les déchets de conserverie ou certains écarts de triage, fournirait au commerce un produit du plus grand intérêt.

Bien entendu la nouvelle production doit être moralisée dès le début par une législation et un contrôle appropriés, pour éviter par exemple la suraromatization des jus ou concentrés, ou la vente de produits à une dilution ne correspondant pas à ce qu'on en peut attendre.

En attendant, des sujets de recherche s'ouvrent dans toutes les directions à la fois, car le produit est nouveau et difficile à étudier ; en dehors des travaux analytiques sur la composition des arômes de fruits qui exigent, comme on l'a vu, un personnel qualifié et un matériel onéreux, il faudra poursuivre des essais technologiques sur le rendement des appareils, la qualité, la tenue à la conservation (144), le mode de réincorporation dans les produits épais.

Je puis indiquer aussi que les jus de légumes nous ont donné des arômes de stabilité et de puissance très variables ; peut-être y aurait-il là aussi un sujet de recherches intéressant, étant donnée l'extension de l'industrie de conserve et de déshydratation des légumes.

#### BIBLIOGRAPHIE

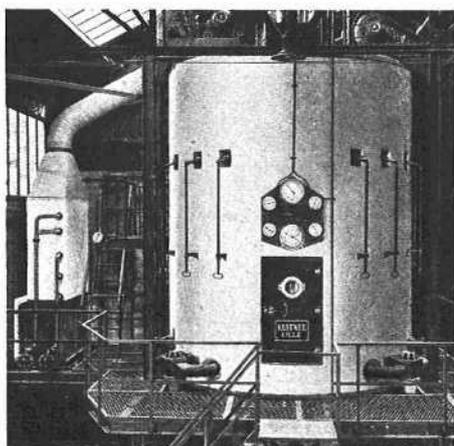
1. Anon. New method devised for saving apple flavor. *Fruit Prod. J.*, 26, 1, 3, sept. 1946.
2. Anon. Fresh fruit essences available for use as flavoring material. *Food Ind.*, 19, 6, 101, janv. 1947.
3. Anon. Apple flavours. *Flavours*, 10, 5, 13, sep. 1947.
4. Anon. Frozen apple concentrate may have commercial future. *West. Can. Pack.*, 41, 1, 39, jan. 1951.
5. Anon. Frozen apple juice concentrate. *West. Can. Pack.*, 44, 3, 32, mars 1952.
6. Anon. High density grape juice, full flavor + compactness. *Canner*, 115, 14, 14, oct. 1952.
7. Anon. Super concentrated grape juice. *West. Can. Pack.*, 44, 13, 38, dec. 1952.
8. Anon. Recovery of essences in fruit processing. *Glass Packer*, 31, 6, 382, jun. 1952.
9. Anon. Commercial production of fruit essences expanding. USADA, AIC Rep. 1950, 1952.
10. Anon. Saving apple flavor. *Food Eng.*, 25, 4, 210, apr. 1953.
11. Anon. New volatile flavor process. *Food Eng.*, 25, 9, 96, sep. 1953.
12. Anon. Concentrates. *Canner*, 119, 6, 15, aug. 1954.
13. Anon. Strawberry juice and concentrate essence. *Ind. Refrig.*, 128, 1, 30, jun. 1955.

14. Anon. New volatile flavor recovery process strips with non-condensable gas. *Food Eng.*, 27, 10, 169, oct. 1955.
15. Anon. New method preserve true grape flavor. *West. Can. Pack.*, 48, 12, 10, nov. 1956.
16. Anon. Recent inventions. US Patent 2.816.840. *Food Eng.*, 30, 3, 189, mars 1958.
17. Anon. Jelly made from concentrator. *West. Can. Pack.*, 50, 4, 57, apr. 1958.
18. Anon. New jelly method uses concentrates. *Quick Frozen Foods*, 20, 9, 156, apr. 1958.
19. Anon. The flavor of pineapple. *Coffe and Tea Ind.*, 4, 81, 89, apr. 1958.
20. Anon. Jelly from fruit juice concentrate. *Food*, 27, 320, 186, mai 1958.
21. Anon. Dried orange peel flavor guarded by new process. *Food Eng.*, 30, 10, 148, oct. 1958.
22. N. C. ACETO, R. K. ESKEW, G. W. M. PHILLIPS, C. C. REDFIELD, J. J. SKALAMERA. Requirements and costs for preserve essences equipments. *Glass Packer*, 32, 1, 23, jan. 1953.
23. N. C. ACETO, R. K. ESKEW, G. W. M. PHILLIPS. High-density full flavor cherry juice concentrate. *Glass Packer*, 32, 9, 54, sep. 1953.
24. N. C. ACETO, N. H. EISENHARDT, R. K. ESKEW. Storage characteristics of full flavor concentrates. USDA, ARS Rep. 73-3, jan. 1955.
25. P. ADAMS, E. MERWIN, M. MOGAVERO. Flavor components of raspberries. *Food Techn.*, 6, 8, 285, aug. 1952.
26. K. ASO, T. NAKAYAMA, K. OUCHI. Studies on the utilization of apple. 2. — The methanol content of apple and apple product. *J. Ferment. Technol.*, 29, 74, 1951.
27. K. ASO, K. SHIBASAKI, A. SATO, A. SASAKI, T. TAKAHASHI. Studies on the utilisation of apples. — 10. Preparation of full flavored juice and concentrate. *J. Ferment. Technol.*, 31, 125, 1953.
28. K. ASO, T. NAKAYAMA, A. SATO, S. IWASA. Studies on the utilization of grapes. — 2. Production of grape juice for drink. *Tohoku J. Agric. Res.*, 5, 2, 107, dec. 1954.
29. P. Z. BEDOUKIAN. Aromatic constituents of food flavors. *Perf. Ess. Oils Rec.*, 41, 12, 445, dec. 1950.
30. E. R. BEN. Apparatus for recovering volatiles. US Pat., 2.720 936, oct. 1955.
31. L. BENEZET, G. IGOLEN. Le parfum de l'ananas. *Fruits*, 2, 1, 2, jan. 1947.
32. L. BENEZET. Les parfums de synthèse dans l'industrie de l'alimentation. *Ind. Parf.*, 3, 4, 102, apr. 1948.
33. L. BENEZET. Les principaux arômes de synthèse dans l'industrie de l'alimentation; les essences artificielles de fruits. *Parf. Moderne*, 43, 22, 61, janv. 1951.
34. R. A. BERNHARD. Examination of lemon oil by gas partition chromatography. *Food Res.*, 23, 2, 213, mars 1958.
35. H. BOHNSACK. Beitrag zur Kenntnis der Ätherische Öle. — II. *Ber. Deutsch Chem. Ges.*, 75 B, 71, jan. 1942.
36. J. B. C. BRAVERMAN. Citrus products. Interscience Publ. n. N. Y. 1949.
37. H. BRUNNER. Ein raumsparender Einlagerungsverfahren für Sussmost. *Schw. Z. Obst.-u.-Weinbau*, 66, 274, 1957.
38. H. BRUNNER, G. SENN. Die quantitative Kontrolle der Aromaenzuges aus Fruchtsäften in Aromarückgewinnungsanlagen. *Schw. Z. Obst.-u.-Weinbau*, 66, 25, 587, dec. 1957.
39. H. BRUNNER. Beitrag zur analytischen Qualitätsbezeichnung von Aromastoffen. *Schw. Z. Obst.-u.-Weinbau*, 67, 6, 1958.
40. H. BRUNNER. Communication personnelle du 10 octobre 1958.
41. G. BUSA. Desaireador recuperador de aromas para zumos de fruta. *Inform. Conservera*, 3, 22, 22, oct. 1955.
42. G. BUSA. Entlüfter und Aromarückgewinner für Fruchtsäfte. IV Int. Fruchtsaft Kongr. Vorbericht, p. 265, Stuttgart 1956.
43. V. L. S. CHARLEY, B. N. REAVEL. Concentration of fruit juices. *Food*, aug. 1939.
44. V. L. S. CHARLEY. Recent advances in fruit juice production. Techn. Comm. n° 21, Comm. Bur. Hort. Plant. Crops, feb. 1950.
45. J. B. CLAFFEY, R. K. ESKEW, N. H. EISENHARDT. An improved experimental unit for recovery of volatile flavor USDA, ARS Rep. 73-19, feb. 1958.
46. A. COPPENS, L. HOEJENBOS. Investigation on the volatile constituents of raspberry juice. *Rec. Trav. Chim.*, 58, 675, mai 1939.
47. A. COPPENS, L. HOEJENBOS. Investigation on the volatile constituents of strawberry juice. *Rec. Trav. Chim.*, 58, 680, mai 1939.
48. J. CORSE, K. P. DIMICK. The volatile flavors of strawberry. *Little*, ref. 123, p. 302.
49. W. V. CRUESS. Commercial fruit and vegetable products. McGraw Hill, N. Y., 1938, 3<sup>e</sup> éd.
50. K. P. DIMICK, B. MAKOWER. A laboratory scale continuous vacuum flash evaporator. *Food Techn.*, 5, 12, 517, dec. 1951.
51. K. P. DIMICK, M. J. SIMONE. A laboratory continuous distillation column for concentration of various solutions of volatile flavors. *Ind. Eng. Chem.*, 44, 10, 2487, oct. 1952.
52. K. P. DIMICK, B. MAKOWER. Volatile flavor of strawberry essence. 1. Identification of the carbonyl and certain low boiling substances. *Food Techn.*, 10, 2, 73, feb. 1956.
53. K. P. DIMICK, J. CORSE. Gas chromatography, a new method for the separation and identification of volatile materials in foods. *Food Techn.*, 10, 8, 360, aug. 1956.
54. K. P. DIMICK, J. CORSE. The volatile flavor of strawberry. Quartermaster F. C. I., Survey Progr., Ser. I, n° 9, p. 123, 1957.
55. K. P. DIMICK, T. H. SCHULTZ, B. MAKOWER. Incorporation of natural food flavors into fruit juice powder. II. Concentration and locking of Concord grape flavor. *Food Technol.*, 11, 12, 662, dec. 1957.
56. K. P. DIMICK, J. CORSE. The volatile flavor of strawberry. *Amer. Perf.*, 71, 2, 45, feb. 1958.
57. P. DUPAIGNE. La récupération des arômes. *Boissons douces et légères*, 5, 27, 13 mars 1955.
58. P. DUPAIGNE. Construction d'un appareil de laboratoire pour la récupération des arômes des fruits. IV. Intern. Fruchtsaft Kongr. Vorbericht, p. 269, Stuttgart Jun 1956.
59. P. DUPAIGNE. Application aux produits de fruits d'une méthode toxicologique de dosage de l'alcool. *Ind. agr. Alim.*, 73, 11, 789, nov. 1956.
60. P. DUPAIGNE. La récupération des arômes. C. R. Symposium de Bristol, jul. 1958.
61. N. H. EISENHARDT, N. C. ACETO, J. B. CLAFFEY, C. S. REDFIELD. Makes better peach concentrates. *Food Eng.*, 30, 1, 45, jan. 1958.
62. N. H. EISENHARDT, R. K. ESKEW, J. B. CLAFFEY, N. C. ACETO. The preparation of full-flavor berry juice concentrates. USDA, ARS Rep. n° 73-20, sep. 1958.
63. N. H. EISENHARDT, N. C. ACETO, J. B. CLAFFEY, C. S. REDFIELD. Frozen high-density fresh-flavor peach concentrates. USDA, ARS Rep., n° 73-21, oct. 1958.
64. R. K. ESKEW, G. M. PHILLIPS, R. P. HOMILLER, N. H. EISENHARDT. Superior juice concentrate. *Food Ind.*, 22, 12, 2067, dec. 1950.
65. R. K. ESKEW, G. M. PHILLIPS, R. P. HOMILLER, N. H. EISENHARDT. Preparation of full-flavor frozen grape juice concentrate. USDA, AIC, n° 301, mars 1951.
66. R. K. ESKEW, C. S. REDFIELD, G. M. PHILLIPS. High-density, full flavor apple juice concentrate. USDA, AIC, n° 315, aug. 1951.
67. R. K. ESKEW, G. M. PHILLIPS, R. P. HOMILLER, C. S. REDFIELD, R. A. DAVIS. Frozen concentrated apple juice. *Ind. Eng. Chem.*, 43, 10, 2397, oct. 1951.
68. R. K. ESKEW, R. P. HOMILLER, G. M. PHILLIPS. Frozen concentrated fruit juices. US Pat 2.578.699, nov. 1951.
69. R. K. ESKEW, C. S. REDFIELD, N. H. EISENHARDT, J. B. CLAFFEY, N. C. ACETO. High-density, full favor grape juice concentrate. USDA, AIC, n° 342, sep. 1952.
70. R. K. ESKEW. High-density, full flavor grape juice concentrate. *Food*, 22, 258, 119, mars 1953.

71. R. K. ESKEW, H. I. SINNAMON, V. A. TURKOT. Grape juice powder. *Food Techn.*, 7, 5, 19, mai 1953.
72. R. K. ESKEW. Seven fold concentrate. Communication personnelle, nov. 1953.
73. R. K. ESKEW, H. I. SINNAMON, V. A. TURKOT. Powdered grape juice. *Food Techn.*, 8, 1, 27, jan. 1954.
74. R. K. ESKEW. Preparation and application of flavor concentrates from deciduous fruits. Quartermaster F C I, Surveys Progr., Ser. 1, n° 9, p. 76, 1957.
75. R. K. ESKEW, J. B. CLAFFEY, N. C. ACETO, N. H. EISENHARDT. Concentrates, strips flavor in one pass without vacuum. *Food Eng.*, 31, 1, 70, jan. 1959.
76. F. FESSLER. Process for recovering volatile flavors. US Pat. 2.714.573, aug. 1955.
77. H. FOX. Frozen apple juice concentrate. *Food*, 20, 239, 308, aug. 1951.
78. H. FOX. The american citrus concentrate industry. *Food*, 23, 270, 92, mars 1954.
79. H. FOX. Pear juice concentrate. *Food*, 26, 308, 192, mai 1957.
80. E. GILDEMEISTER, F. HOFFMANN. Ätherische Öle. Schimmel ed., Leipzig, 3<sup>e</sup> éd. 1931.
81. L. S. GLITCHITCH, M. G. IGOLEN. L'huile essentielle des bourgeons de cassis. *Parf. Fr.*, 15, 176, 241, oct. 1937.
82. J. M. McGLUMPHY. Fruit flavors. *Food Technol.*, 5, 9, 353, sep. 1951. *Perf. Ess. Oil Rec.*, 44, 10, 352, oct. 1952.
83. E. L. GRIFFIN, F. B. TALLAY, M. E. HELLER. Comparaison of the essences of 9 varieties of apples. *Fruit Prod. J.*, 27, 1, 4, sep. 1947.
84. E. L. GRIFFIN, L. L. DAVIS, N. H. EISENHARDT, M. E. HELLER. New Progress in fruit flavor recovery. *Food Ind.*, 21, 11, 47, nov. 1949.
85. D. G. GUADAGNI, K. P. D. MICK. Apparatus and procedure for separation and estimation of volatile components. *J. Agr. Food Chem.*, 1, 12, 1169, dec. 1954.
86. E. GUENTHER. The essential oils. Van Nostrand ed., N. Y., vol. 3, 1949.
87. A. J. HAAGEN-SMIT, J. G. KIRCHNER, A. N. PRATER, C. L. DEASY. Chemical studies of pineapple. I. The volatile flavor and odor constituents of pineapple. *J. Am. Chem. Soc.*, 67, 1646, oct. 1945.
88. A. J. HAAGEN-SMIT, J. G. KIRCHNER, C. L. DEASY, A. N. PRATER. Chemical studies of pineapple. II. Isolation and Identification of a sulfur containing ester in pineapple. *J. Am. Chem. Soc.*, 67, 1651, oct. 1945.
89. A. J. HAAGEN-SMIT. Flavor studies on pineapple. *Am. Perf.*, 50, 62, 1946.
90. A. J. HAAGEN-SMIT, F. N. HIROSAWA, T. H. WANG. Chemical studies of grapes and wines. I. Volatile constituents of Zinfandel grapes. *Food Res.*, 14, 6, 472, dec. 1949.
91. T. HASSELSTROM. Fruit and vegetable flavors. Technique employed in the study of the chemistry of cabbage flavor. Quartermaster F C I, Surveys Progr., Ser. 1, n° 9, p. 76, 1957.
92. R. HEISS. Entwicklungsstand der Herstellung von Fruchtsaftkonzentraten. *Ind. Obst. und Gemuseverwert.*, 38, 19, 374, oct. 1953.
93. E. J. HEWITT, D. A. MCKAY, K. S. KONIGSLACHER, T. HASSELSTROM. Flavor propagation through enzymatic action. Quartermaster F C I, Surveys Progr., Ser. 1, n° 9, p. 86, 1957.
94. E. J. HEWITT, D. A. MCKAY, S. Z. LEWIN. Physicochemical approaches to the study of flavor. *Little*, ref. 123, p. 262.
95. G. E. HILHART. What's new in concentrates. *Quick Frozen Foods*, 14, 2, 55, sep. 1951.
96. R. W. HOLLEY, B. STOYLA, A. D. HOLLEY. The identification of some volatile constituents of Concord grape juice. *Food Res.*, 20, 4, 326, jul. 1955.
97. R. P. HOMILLER. Process for the production of apple essence. US Pat. 2.479.745, aug. 1949.
98. R. P. HOMILLER, G. M. PHILLIPS, R. K. ESKEW, N. H. EISENHARDT. 2-pass concentration tecnic obtain full flavor grape juice. *Food Ind.*, 22, 6, 76, jun. 1950.
99. R. P. HOMILLER, R. K. ESKEW, G. M. PHILLIPS, N. H. EISENHARDT. Superior juice concentrate, yet only a single pass. *Food Ind.*, 22, 12, 60, dec. 1950.
100. R. HUET. La composition chimique de l'ananas. *Fruits*, 13, 5, 183, mai 1958.
101. M. B. JACOBS. Natural strawberry flavor components. *Amer. Perf.*, 68, 2, 53, aug. 1956.
102. M. B. JACOBS. Strawberry flavors. *Amer. Perf.*, 68, 3, 61, sep. 1956.
103. M. B. JACOBS. Flavoring materials and toxicity. *Amer. Perf.*, 69, 3, 61, mars 1957.
104. M. B. JACOBS. Flavor developments 1957. *Am. Perf.*, 70, 2, 67, aug. 1957.
105. H. L. JANOVSKY. Flavomatics in food. *Food Techn.*, 9, 10, 500, oct. 1955.
106. M. JOSLYN, J. L. HEID. Concentrating and drying in food products manufacture. *West. Can. Pack.*, 49, 2, 29, feb. 1957.
107. A. KATZ. Highlights in newly developed flavoring aromatics. *Food Techn.*, 9, 12, 636, dec. 1955.
108. A. KATZ. Newly developed flavoring aromatics. *Perf. Ess. Oil Rec.*, 48, 3, 131, mars 1957.
- 108 bis. V. F. KAUFMAN, C. L. NIMMO, L. M. WALKER. Frozen apple juice concentrate. USDA, AIC 293, nov. 1950.
- 108 ter. V. F. KAUFMAN, C. L. NIMMO, L. M. WALKER. Frozen apple juice concentrate. *Quick Frozen Foods*, 13, 8, 116, mars 1951.
109. J. F. KEFFORD. Frozen concentrated fruit juices. *Food Manuf.*, 29, 12, 423, dec. 1954.
110. J. F. KEFFORD. Recent additions to knowledge of the chemistry of Citrus fruits. *Rev. Pure Appl. Chem.*, 5, 2, 77, jun. 1955.
111. G. J. KELLER. Method of recovering volatile flavoring oils. US Pat 2.729.364, jan. 1956.
112. R. E. KEPNER, A. D. WEBB. Volatile aroma constituents of *Vitis rotundifolia* grapes. *Am. J. Enol.*, 7, 1, 8, 1956.
113. A. K. KHETTRY, J. S. PRUTHI, G. LAL. Aromatic principles in apples and pineapples. *Chem. Age*, 5, 3, 7, dec. 1954.
114. M. A. KIESER, A. POLLARD, C. F. TIMBERLAKE, M. R. MOSELEY. Factors affecting the quality and stability of concentrated fruit juices : blackcurrent and apple concentrates. *Ann. Rep. Long Ashton, Res. Sta.*, 1953, p. 189.
115. J. G. KIRCHNER. The chemistry of fruit and vegetable flavors. *Adv. in Food Res.*, 2, 259, 1949.
116. J. G. KIRCHNER. Volatile water soluble constituents of grapefruit juice. *J. Agr. Food Chem.*, 1, 7, 510, jun. 1953.
117. J. G. KIRCHNER, J. M. MILLER. Production of terpeneless essential oils. US Pat 2.712.008, jun. 1955.
118. J. G. KIRCHNER, J. M. MILLER. Volatile watersoluble and oil constituents of Valencia orange juice. *J. Agr. Food Chem.*, 5, 4, 283, apr. 1957.
119. G. KLEIN. Handbuch der Pflanzenanalyse. *Springer ed.*, Wien 1932.
120. R. KOCHOLATY. Microbiological oxidation of ethanol in volatile fruit concentrate. *Food Res.*, 15, 5, 347, sep. 1950.
- 120 bis. K. S. KONIGSBACKER, E. J. HEWITT, R. L. EVANS. Application of flavor enzymes to processed foods. *Food Techn.*, 13, 2, 128, feb. 1959.
121. K. KULKA. An analysis of food flavor aromatics. *Am. Perf.*, 61, 2, 149, feb. 1953.
122. J. LAGNEAU. Aromes et alimentation. *Ind. Parf.*, 9, 6, 193, jun. 1954.
123. A. D. LITTLE. Flavor research and food acceptance. Reinhold Pub. Corp., N. Y., 1958.
124. B. S. LUH, S. J. LEONARD, D. S. PATEL, L. L. CLAYPOOL. Volatile reducing substances in canned Bartlett pears. *Food Techn.*, 9, 12, 639, dec. 1955.
125. M. LUTHI. Das Aroma der Fruchtsäfte, seine Gewinnung und Erhaltung. *Schw. Z. Obst. u. Weinbau.*, 67, 20, 513, 1958.
126. L. R. MATTICK, J. C. MOYER, R. S. SCHALLENBERGER. A volatile acidic flavor compound of apple sauce. *Food Techn.*, 12, 11, 619, nov. 1958.
127. A. MEHLITZ, B. MATZIK. Über Aromastoffe in Apfelsäften. *Ind. Obst. u. Gemuseverwert.*, 42, 17, 359, sep. 1957.

128. D. F. MEIGH. Volatile compounds produced by apples. I. Aldehydes and Ketones. *J. Sci. Food Agr.*, 7, 6, 396, jun. 1956.
129. A. F. MEIGH. Volatile compounds produced by apples. II. Alcohols and esters. *J. Sci. Food Agric.*, 8, 6, 313, jun. 1957.
130. H. P. MILLEVILLE, R. K. ESKEW. Recovery and utilization of natural apple flavors. USDA, AIC n° 63, sep. 1944.
131. H. P. MILLEVILLE, R. K. ESKEW. Recovery of apple flavors. *Fruit Prod. J.*, 24, 2, 48, oct. 1944.
132. H. P. MILLEVILLE, R. K. ESKEW. Recovery of volatile apple flavor in essence forme. *West. Can. Pack.*, 38, 51, oct. 1946.
133. H. P. MILLEVILLE. Present status of the manufacture and use of volatile fruit concentrates. *Fruit Prod. J.*, 27, 4, 1947.
134. H. P. MILLEVILLE, R. K. ESKEW. Recovery and utilization of natural apple flavors. *Food Trade Rev.*, 29, 6, 575, dec. 1957.
135. H. P. MILLEVILLE. Volatile flavor recovery process. US Pat 2.457.315, dec. 1948.
136. H. P. MILLEVILLE. Volatile flavor recovery, dans : The chemistry and technology of Fruit and Vegetable juice production. Avi Publ. Co, N. Y. 1954.
137. J. G. MOORE. Full flavor concentrate by new essence recovery technique. *Food Eng.*, 26, 1, 55, jan. 1954.
138. D. A. MORGAN, M. K. VELDHIJS, R. K. ESKEW, G. M. PHILLIPS. Studies on the recovery of essence from Florida orange juice. *Food Techn.*, 7, 8, 332, aug. 1953.
139. A. F. MURCH, J. V. ZIEMBA. Concentrating advances bring superior flavors. *Food Eng.*, 29, 12, 90, dec. 1957.
140. A. F. MURCH, J. V. ZIEMBA. Improve concentrating 3 ways. *Food Eng.*, 30, 11, 81, nov. 1958.
141. T. NAKAYAMA, A. SATO, N. OKI, K. ASO. Studies on the utilization of grapes. 4. Production of grape juice for drink, II. *J. Ferment. Technol.*, 33, 48, 121, 1955.
142. Y. R. NAVES. Sur la présence des ionones dans les plantes. *Helv. Chim. Acta*, 30, 5, 956, mai 1947.
143. E. K. NELSON, A. L. CURL. Volatile flavor and fixed acids of Montmorency cherry juice. *J. Am. Chem. Soc.*, 61, 3, 667, mar. 1939.
144. C. L. NIMMO, L. M. WALKER, V. S. SEAMANS. Influence of storage conditions on frozen and canned apple price concentrate. *Food Tech.*, 6, 1, 31, jan. 1952.
145. A. J. NOLTE, H. W. VON LOESECKE. Chemical and physical characteristics of the petroleum ether soluble material in fresh and canned Florida Valencia orange juice. *Food Res.*, 5, 457, 1940.
146. G. K. NOTTER, D. H. TAYLOR, L. H. WALKER. Stabilized lemonade powder. *Food Tech.*, 9, 10, 503, oct. 1955.
- 146 bis. G. K. NOTTER, D. M. TAYLOR, N. J. DOWNES. Orange juice powder. *Food. Techn.*, 13, 2, 115, feb. 1959.
147. K. PAECH, M. V. TRACY. Moderne Methoden der Pflanzenanalyse. Vol. II, Springer Verlag, Berlin, 1955.
148. G. M. PHILLIPS, R. K. ESKEW, J. B. CLAFFEY, R. A. DAVIS, R. P. HOMILLER. Experimental unit for recovery of volatile flavors. *Ind. Eng. Chem.*, 43, 7, 1672, jul. 1951.
149. G. M. PHILLIPS, R. K. ESKEW, N. C. ACETO, J. J. SKALAMERA. Recovery of fruit essences in preserve manufacture. *Food. Techn.*, 6, 6, 210, jun. 1952.
150. W. PILNIK. Die Aroma rückgewinnung aus Obst- und Fruchtsäften. *Fruchtsaft Ind.*, 3, 1, 12, feb. 1958.
151. A. POLLARD. The aromatic components of the apple. *Fruits et Dérivés*, 21, 32, 1952.
152. J. D. PONTING, D. W. SANSHUCK, J. E. BREKKE. Continuous jelly manufacture. *Food Techn.*, 12, 6, 252, mai 1958.
153. F. B. POWER, V. K. CHESTNUT. The odorous constituents of apples. I. *J. Am. Chem. Soc.*, 43, 1509, 1920.
154. F. B. POWER, V. K. CHESTNUT. The occurrence of methylanthranilate in grape juice. *J. Am. Chem. Soc.*, 43, 1741, 1921.
155. F. B. POWER, V. K. CHESTNUT. The odorous constituents of peach. *J. Am. Chem. Soc.*, 43, 1725, 1921.
156. F. B. POWER, V. K. CHESTNUT. The odorous constituents of apples. II. *J. Am. Chem. Soc.*, 44, 2938, 1922.
157. F. B. POWER, V. K. CHESTNUT. Examination of authentic grape juice for methyl-anthranilate. *J. Agr. Res.*, 23, 1, 47, jan. 1923.
158. C. S. REDFIELD, R. K. ESKEW. Apple essence recovery costs. *Glass Packer*, 32, 2, feb. 1953.
159. R. G. RICE, G. J. KELLER, E. A. BEAVENS. Flavor fortification of California frozen orange concentrate. *Food Techn.*, 6, 1, 36, jan. 1952.
160. R. G. RICE, G. J. KELLER, R. J. MCCOLLOCH, E. A. BEAVENS. Fruit concentrates. Flavor fortified high density frozen Citrus concentrates. *J. Agr. Food Chem.*, 2, 4, 196, feb. 1954.
161. J. W. SALE, J. B. WILSON. Distribution of volatile flavor in grapes and grape juices. *J. Agr. Res.*, 33, 4, 301, aug. 1926.
162. T. H. SCHULTZ, B. MAKOWER, K. P. DIMICK. Incorporation of natural fruit flavors into fruit juice powders. I. Locking of Citrus oils in sucrose and dextrose. *Food Techn.*, 10, 1, 57, jan. 1956.
163. R. D. SCOTT. Methyl-anthranilate in grape beverages and flavors. *Ind. Eng. Chem.*, 15, 7, 732, jul. 1923.
164. C. F. SEIDEL, H. SCHING, M. STOLL. Über das Erdbeeraroma. *Helv. Chim. Acta*, 41, 46, 372, fev. 1958.
165. M. SEIDMAN. Artificial flavours. *Food Manuf.*, 32, 3, 122, mar. 1957.
166. K. SHIBAZAKI, K. ASO. Studies on the utilization of apples. 6. Recovery of volatile apple flavors. *J. Ferm. Technol.*, 29, 12, 452, dec. 1951.
167. K. SHIBAZAKI, A. SATO, K. ASO. Studies on the utilization of apple. II. Recovery of volatile apple flavor as a by-product of the jam manufacture. *J. Ferm. Technol.*, 31, 279, 1953.
168. H. I. SINNAMON, V. A. TURKOT, R. K. ESKEW, G. M. PHILLIPS. Powder makes A 1 apple juice. *Food Eng.*, 26, 7, 78, jul. 1954.
169. R. M. SMOCK, A. M. NEUBERT. Apples and apple products. Interscience Publ. N. Y., 1950.
170. A. A. SMYSER. Frozen concentrated pineapple juice. *Food Eng.*, 24, 8, 72, aug. 1952.
171. F. E. STAFF. Advances in spray drying improve flavor quality. *Food Eng.*, 28, 2, 76, feb. 1956.
172. W. M. STAHL. Gas Chromatography and mass spectrography in study of flavor. Quartermaster F C I, Surveys Progr., Ser. I ; n° 9, p. 58, 1957.
173. W. L. STANLEY. Chemistry of the volatile Citrus flavors. Quartermaster F C I, Surveys Progr., Ser. I, n° 9, p. 102, 1957.
174. W. L. STANLEY. Citrus flavors. dans : Little, ref. 123, p. 344.
175. H. E. SWISHER. Solid flavoring composition and method of preparing the sauce US Pat 2.809.895, oct. 1957.
176. F. B. TALLEY. Research in new apple flavors. *Manuf. Confectioner*, 28, 12, 27, dec. 1948.
177. A. TURK, R. M. SMOCK, T. I. TAYLOR. Mass and I-R spectra of apple flavors. *Food Techn.*, 5, 2, 58, feb. 1951.
178. V. A. TURKOT, R. K. ESKEW, N. C. ACETO. Full flavored powdered fruit juice. US Pat 2.816.840, dec. 1957.
179. H. W. VON LOESECKE. Bananas. *Interscience Publ.*, N. Y., 1950.
180. L. M. WALKER, C. L. NIMMO, D. C. PATTERSON. Preparation of a frozen apple juice concentrate. *Food Techn.*, 5, 4, 148, apr. 1951.
181. L. H. WALKER, D. C. PATTERSON. Preparation of fresh Italian prune concentrate. *Food Techn.*, 8, 4, 208, apr. 1954.
182. L. H. WALKER, G. H. NOTTER, R. M. MCCREADY, D. C. PATTERSON. Concentration of strawberry juice. *Food Techn.*, 8, 8, 350, aug. 1954.
183. L. H. WALKER, D. C. PATTERSON. A Laboratory scale fruit essence recovery unit. *Food Techn.*, 9, 2, 87, feb. 1955.
184. L. H. WALKER, D. C. PATTERSON. A new improved process for pear juice concentrate. *West. Can. Pack.*, 47, 12, 22, nov. 1955.

185. A. D. WEBB, R. E. KEPNER. Some volatile aroma constituents of *Vitis vinifera* Var. Muscat of Alexandria. *Food Res.*, 22, 4, 384, jul. 1957.
186. P. A. WELLS. Apple essence of reduced alcohol content. *Fruit Prod. J.*, 27, 9, 296, jun. 1948.
187. P. A. WELLS. Volatile fruit concentrates now free from taxes. *Food Techn.*, 3, 12, 418, dec. 1949.
188. J. W. WHITE. Composition of a volatile fraction of apple. *Food Res.*, 15, 1, 68, jan. 1950.
189. J. V. WIGGERS DE VRIES. Pineapple flavours. *FLAVOURS*, 11, 1, 9, jan. 1958.
190. J. V. WIGGERS DE VRIES. The so-called fruit aldehydes. *Perf. Ess. Oil Rec.*, 41, 9, 326, sep. 1950.
191. M. WINTER, B. WILLHALM, M. HINDER, E. PALLNY, E. SUNDT. Chromatography on columns and paper in the study of the volatile fruit flavor or strawberries. *Perf. Ess. Oil Rec.*, 49, 5, 250, mai 1958. Little, ref. 123, p. 290.
192. C. E. WRIGHT. New orange concentrate with 95 % flavor ester. *Food Eng.*, 27, 2, 70, feb. 1955.
193. J. V. ZIEMBA. They make better grape juice by low temperature concentrating and freezing. *Food Eng.*, 24, 3, 54, mar. 1952.



## KESTNER

7, rue de Toul, Lille (Nord)      Téléph. : 57-34-60 et la suite.

### ÉVAPORATEURS

pour jus de fruits avec récupération des arômes

### SÈCHEURS-ATOMISEURS

pour fabrication d'extraits solubles en poudre

Sécheur-Atomiseur