

Détermination du pourcentage de pulpe dans les jus de fruits et de légumes ⁽¹⁾

par

P. DUPAIGNE

Institut français de Recherches fruitières Outre-Mer.

La détermination de la quantité de pulpe en matière insoluble en suspension dans les jus de fruits et de légumes a une grande importance pour définir ces jus.

En effet, la première qualité recherchée dans ces produits, c'est une fluidité suffisante pour qu'ils puissent être considérés comme des boissons ; d'autre part la pulpe est nécessaire pour leur donner l'apparence et la sapidité des jus fraîchement extraits à la main, apparence que recherche instinctivement le consommateur.

Avec les appareils modernes de broyage, certains fruits peuvent donner tous les intermédiaires entre un liquide presque limpide et une purée épaisse (sans faire entrer en jeu le phénomène de gélification des colloïdes, qui doit être évité par un traitement approprié) ; les traitements de clarification centrifuge, tamisage ou filtration permettent d'éliminer du jus la proportion voulue de matières insolubles en suspension.

Le contrôle de la fluidité du jus terminé peut se faire par mesure de la viscosité moyenne ; mais celle-ci dépend surtout de l'état des colloïdes.

Le pourcentage de pulpe sera mieux déterminé par un dosage de l'extrait sec insoluble ; cependant la pulpe contient aussi des éléments solubles dans l'eau chaude, en outre la des-

siccation ne renseigne pas sur la structure physique de la pulpe, dont le volume au sein de la solution aqueuse dépend évidemment de la forme et de la grosseur des particules (ténuité, chevelu, hétérogénéité).

C'est pourquoi en définitive la connaissance du volume relatif de cette pulpe en constitue la meilleure définition.

Exposé théorique.

Le moyen le plus simple de déterminer le volume de la pulpe en suspension dans un jus de fruits est de laisser celui-ci décanter dans une éprouvette graduée : c'est une simple *sédimentation*.

On observe une clarification progressive partant de la surface, alors qu'un dépôt plus épais se forme dans le fond ; le jus de surface peut d'ailleurs rester trouble si les colloïdes ont été protégés contre une coagulation chimique ou enzymatique.

Si l'on suppose que les particules sont assimilables à de petites sphères de densité ρ_s et de diamètre D , leur vitesse de chute au sein du liquide de densité moyenne ρ_l et de viscosité μ_l est donnée par la loi de Stokes :

$$V_s = - \frac{dt}{dz} = K D^2 \frac{\rho_s - \rho_l}{\mu_l}$$

dans laquelle K dépend de la pesanteur et de la concentration.

La hauteur Z de la zone pulpeuse décroît linéairement en fonction du temps.

En même temps la zone C de dé-

pôt s'accroît linéairement en fonction du temps de sédimentation et vient se confondre avec la zone pulpeuse au moment où celle-ci est décantée entièrement.

Mais la loi de Stokes ne s'applique qu'aux particules en chute libre ; dans la zone qui nous intéresse, les particules sont freinées par leurs contacts mutuels et par la viscosité du liquide expulsé qui doit se frayer un chemin parmi elles ; la couche pulpeuse se tasse alors de plus en plus lentement, et l'on observe que sa diminution de hauteur par rapport à la hauteur limite au temps infini est proportionnelle à la durée de l'opération :

$$- \frac{dz}{dt} = (Z - Z_\infty) t$$

ce qui représente une courbe logarithmique donnant la hauteur du dépôt en fonction du temps.

Pour les jus de fruits, le problème est plus complexe, car les particules en suspension ne sont pas de sphères ; elles ont des formes, des dimensions et des densités très variables. Aussi, la vitesse de tassement est-elle trop variable selon les cas pour donner une indication valable, en un temps acceptable, sur la richesse en pulpe.

On peut accélérer cette vitesse en remplaçant la pesanteur par la force centrifuge.

Centrifugation.

Dans ce cas, en un point donné, la force centrifuge $m w^2 r$ permet

(1) Cette communication a été faite au Congrès de la Fédération Internationale des Jus de Fruits à Vienne, en Juin 1959.

de multiplier l'accélération de la pesanteur g par un facteur a :

$$a g \times (2 \pi N)^2 r$$

N = étant le nombre de tours à la seconde.

r = le rayon de rotation.

Cependant, comme le rayon de rotation augmente à mesure que les particules se déplacent vers le fond des récipients, le tassement n'est plus linéaire, même dans le cas théorique des petites sphères ; c'est une fonction exponentielle du temps et de la force centrifuge, celle-ci augmentant jusqu'au fond des récipients.

Dans la phase de tassement du dépôt, la force centrifuge est inégale au sein de celui-ci ; le temps d'action a un effet de moins en moins marqué à mesure qu'on se rapproche de la limite théorique de hauteur du dépôt.

Outre l'hétérogénéité due aux différences de grosseur, forme et densité des particules de pulpe, le dépôt est plus tassé par la force centrifuge au fond qu'en surface ; de plus, les particules ne sont pas des sphères ou des polyèdres solides, mais des débris de toutes formes, élastiques et déformables. C'est pourquoi, en définitive, les calculs théoriques que l'on trouve dans les traités spéciaux sur la centrifugation ne peuvent s'appliquer à des milieux aussi complexes. La seule conclusion que l'on peut tirer de l'étude de ces traités est que la courbe de tassement du dépôt en fonction du temps, pour une vitesse de rotation constante, se compose de deux concavités opposées ; au début on observe surtout l'action croissante de la force centrifuge, ensuite l'action croissante des forces de rétention du liquide.

Partie expérimentale.

Norme américaine. — Le dosage de la pulpe dans les jus d'agrumes a été normalisé par le Bureau of Standards qui a proposé de définir le pourcentage de pulpe comme la moyenne des hauteurs relatives des dépôts obtenus dans deux tubes gradués contenant 50 cm³ de jus et cen-

trifugés pendant 10 minutes à des vitesses définies en fonction de l'appareil, afin que la force centrifuge qui s'exerce au fond des tubes soit constante. Par exemple, pour un appareil présentant un diamètre de rotation de 25 cm entre les fonds des tubes, la vitesse doit être de 1 615 t/min ; pour un diamètre de 50 cm elle doit être de 1 145 t/min.

Le calcul montre que la force centrifuge ainsi définie est égale à 370 g . Il faut noter qu'elle n'est pas définie dans le reste du volume du jus puisque la forme des tubes n'est pas normalisée.

Par exemple, dans une centrifugeuse Jouan de 32 cm de diamètre extrême en rotation, la hauteur du jus dans les tubes est de 12 cm ; à la vitesse imposée de 1 440 t/min la force centrifuge varie de 370 g au fond des tubes à 87 g seulement à la surface du liquide. Si l'on utilise des tubes plus gros, la différence est un peu moindre, mais l'erreur sur la lecture des hauteurs relatives est plus forte.

Dans ces conditions, et aussi pour

la raison que les jus sont différents les uns des autres (viscosité, densité, répartition des particules) le calcul de la vitesse de sédimentation ne peut rien donner de précis.

D'autre part, l'expérience nous a montré que la méthode est trop délicate à utiliser en pratique pour donner des résultats constants avec le même produit ; il suffit en effet de faibles variations dans l'appréciation de la durée de rotation fixée à 10 minutes à pleine vitesse (l'accélération et la décélération peuvent demander plusieurs minutes) et surtout dans l'appréciation exacte de la vitesse de rotation, pour constater des différences notables dans le pourcentage de pulpe.

Au cours d'essais systématiques sur la centrifugation, nous avons construit les courbes donnant ce pourcentage en fonction d'une part de la durée d'opération, d'autre part de la force centrifuge exercée au fond des bols (fig. 1 et 2).

Ce sont des courbes d'allure logarithmique à concavité tournée vers le haut ; elles correspondent donc à

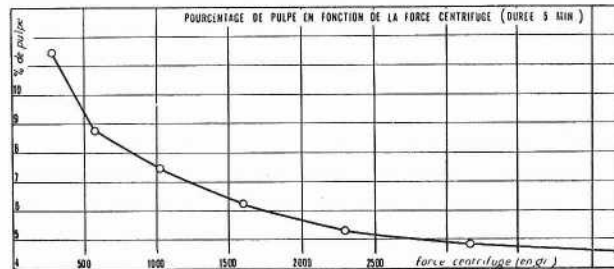


Figure 1

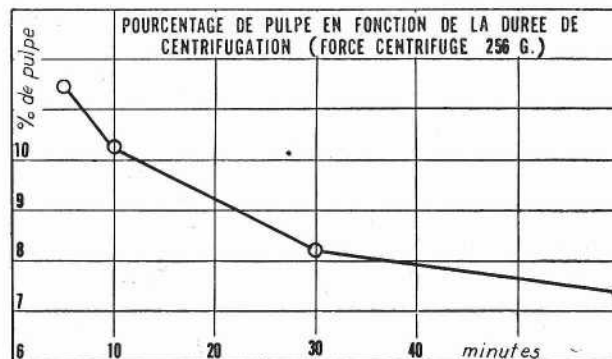


Figure 2

la dernière phase de la sédimentation, la comprsseion du cuolt de centrifugation.

En coordonnées semi-logarithmiques, les concavités apparaissent encore montrant que les fonctions ne sont pas des exponentielles simples.

Ainsi la hauteur du dépôt se rapproche de la limite théorique très rapidement au début (faibles vitesses ou faibles durées) et moins ensuite ; autrement dit l'erreur relative provoquée par une faible variation dans les conditions imposées est forte d'abord, faible ensuite ; on a intérêt à centrifuger soit plus vite, soit plus longtemps.

Discussion et proposition de méthode.

La durée de 10 minutes proposée par la norme américaine semble convenable ; une opération d'une heure serait trop longue, parfois pénible à cause du bruit.

Par contre la force centrifuge imposée pourrait facilement être multipliée ; les centrifugeuses électriques qui équipent presque tous les laboratoires ont des vitesses maximales de l'ordre de 6 à 9 000 tours, fournissant des forces centrifuges beaucoup plus considérables ; ainsi notre appareil Jouan tournant à 6 000 t/min donnait 1 600 (surface) à 6 500 g (fond des tubes).

En admettant cette vitesse un peu forte, on pourrait adopter par exemple une force centrifugeuse de 4 000 g au fond des tubes (3 930 t/min avec notre appareil).

Dans ce cas, une erreur de 5 % dans l'appréciation de la vitesse donne une différence insignifiante dans la hauteur du dépôt, et une erreur de 1 minute sur la durée ne donne qu'une différence de 1/40 de hauteur.

Un inconvénient de la méthode proposée est que la hauteur du dépôt étant plus faible (à peu près la moitié dans le cas du jus de mandarine expérimenté), l'erreur relative de lecture sur les tubes gradués est plus importante. On peut l'éviter en opérant autrement que dans la norme américaine : le dépôt étant très consistant, on peut sans difficulté vider le liquide surnageant des deux tubes centrifugés dans une éprouvette graduée unique ; au lieu d'additionner les erreurs de lecture sur les tubes de centrifugeuse, on n'a plus qu'une lecture à faire, avec plus de précision d'ailleurs puisque l'éprouvette peut être plus étroite que les tubes. Autre avantage : la forme de ceux-ci importe peu et il est inutile de les faire graver ; on peut même employer des tubes incassables en polyéthylène. Inutile de les remplir exactement avec 50 cm³ de jus, il suffit de répartir 100 cm³

de jus dans les deux tubes de façon à les équilibrer sur une balance.

Comme la vitesse est élevée, il est préférable d'employer des tubes bouchés pour éviter l'évaporation, surtout si l'appareil chauffe un peu.

Pour rendre la méthode plus pratique, on peut faire graver l'éprouvette de 100 cm³ de haut en bas : le chiffre lu correspond alors exactement au pourcentage de pulpe.

Propositions pour les normes françaises.

Actuellement, les normes françaises des jus d'agrumes limitent à 10 et 15 %, selon la qualité, la pulpe qu'ils peuvent contenir, utilisant comme procédé d'appréciation la méthode américaine.

Sans risque d'erreur notable, on pourrait fixer ces limites respectivement à 5 et 7,5 %, en précisant que la centrifugation doit produire une force centrifuge de 4 000 g à l'extrémité des bols, pendant 10 minutes

Pour les jus d'ananas dont les limites actuelles sont de 20 et 30 % et surtout le jus d'abricot de limite 65 %, avec la méthode américaine, l'adoption de nouvelles limites doit être le résultat d'essais systématiques avec la centrifugation accélérée. Nous espérons pouvoir entreprendre ces essais sans tarder.

BIBLIOGRAPHIE

G. G. BROWN et al unit operation J. Wiley, Ny 1950.

J. DUCLAUX. — Centrifugation et centrifugeuses. Actualités Scient. et Ind. N° 1228. — Hermann Paris 1955.

M. DUFOUR. — La centrifugation. Conf. Centre Perf. Tech. Génie Chimique. — Cycle A 1955.

H. GARDY. — La centrifugation. Conf. Centre Perf. Tech. N° 3921 Mars 1953.

J. O. MALONEY. — Centrifugation. Ind. Eng. Chem 38, 1, 24. — Jan. 1946.

HT WARD, K. KAMMERMEYER. — Sedimentation in the Laboratory. Ind. Eng. Chem. 32, 5, 622, Mai 1940.

A. WEISSBERGER (direction d'édition) Techniques of organic Chemistry. — Vol. III. — Interscience Publ. Ny. 1950.

