

# Une méthode objective d'évaluation de la teneur en pulpe en suspension dans les boissons de fruits (\*)

par **P. DUPAIGNE**

*Institut Français de Recherches Fruitières Outre-Mer.*

UNE MÉTHODE OBJECTIVE  
D'ÉVALUATION DE LA TENEUR EN PULPE  
EN SUSPENSION DANS LES BOISSONS DE FRUITS

par P. DUPAIGNE

*Fruits*, vol. 22, n° 7, juil.-août 1967, p. 305 à 308.

**RÉSUMÉ.** — Après avoir exposé le rôle de la pulpe de fruits dans les boissons, l'auteur fait un bref résumé des diverses méthodes utilisées pour son dosage.

Il propose ensuite une méthode ayant pour principe le dépôt rapide de la pulpe après addition d'acétone dans le jus étudié. Le dépôt obtenu dans ces conditions est centrifugé et pesé après élimination du sérum.

Le détail du mode opératoire est donné.

L'estimation de la pulpe en suspension dans les boissons contenant des matières insolubles provenant des fruits ou légumes semble constituer un bien mince problème par rapport à celui de la recherche difficile des traces de produits toxiques, par exemple, ou celui du contrôle du pourcentage de fruits réellement utilisé dans les boissons diluées.

En effet cette pulpe est très visible, abondante, facile à séparer par tamisage ou filtration : elle devrait être facile à évaluer. Pourtant son hétérogénéité provoque des variations trop élevées selon le procédé utilisé, et aucun procédé ne donne entièrement satisfaction ; nous avons publié les années précédentes deux notes sur ce sujet, faisant état de la bibliographie existante et fournissant des résultats expérimentaux et des suggestions (1, 2) ; comme on le verra plus loin, nous avons abordé cette fois les essais un peu différemment.

## RÔLE DE LA PULPE DANS LES BOISSONS.

Il est important de pouvoir évaluer avec exactitude la quantité de pulpe dans une boisson, car elle est indispensable et constitue un caractère de premier plan pour la qualité organoleptique de liquides tels que jus de tomate, d'abricot ou d'ananas, nectars de

poire ou de pêche, boissons exotiques. La filtration de ces boissons est facile et fournit des liquides limpides ayant perdu la plus grande partie de leur saveur, leur couleur, leur arôme et ne répondant plus à ce qu'en attend le consommateur. En effet les colorants naturels (caroténoïdes liposolubles) ainsi que les matières volatiles, sont peu solubles et restent fixés sur les matières séparées.

On peut en dire autant des jus d'agrumes, que le consommateur s'attend à voir assez chargés, bien que l'importance relative de la pulpe soit moins marquée.

Pour le raisin, la pomme, les baies anthocyaniques, au contraire la présence de la pulpe n'est pas souvent recherchée, aussi les présente-t-on limpides après filtration.

En sens inverse, il est facile de préparer des liquides trop riches en pulpe pour pouvoir constituer des boissons agréables ; le résultat dépend de la matière première et du procédé d'extraction : ainsi les abricots trop mûrs, les bananes ou les mangues extraites à la passoire, fournissent directement des purées.

Les procédés continus d'extraction, agissant par broyage du fruit dénoyauté entier et séparation partielle des particules les plus grossières, donnent des liquides contenant beaucoup de pulpe avec parfois des composants indésirables comme les fibres ou les cellules pierreuses (poire, goyave) qui devraient être éliminés (13) ; l'addition d'eau sucrée à ces liquides, pour en diminuer le prix et les rendre buvables, fournit des boissons d'autant moins fruitées qu'elles sont

(\*) Note présentée à la 10<sup>e</sup> Réunion de travail de la Commission Scientifique et Technique de la Fédération Internationale des Jus de Fruits, à Madrid, en 1967.

plus diluées : il est important de pouvoir y évaluer la teneur en pulpe.

Si l'on prend le cas du jus d'ananas qui semble d'aspect plus constant, puisqu'il n'est pas dilué, on doit pourtant constater que sa préparation met en œuvre, après l'extraction à la presse continue, une élimination partielle des éléments les plus grossiers ; le consommateur exige un jus très fruité mais rafraîchissant, c'est-à-dire une consistance ni trop fluide, ni trop épaisse : d'où l'intérêt de la connaissance exacte de cette consistance pour le réglage des machines à l'usine.

#### COMPOSITION DE LA PULPE EN SUSPENSION.

De quoi est formée cette matière ? Sa composition n'est pas constante puisqu'elle dépend du fruit et du mode d'extraction ; on peut toujours dire qu'elle comporte des débris de cellules, parfois même des cellules géantes entières (agrumes), des vaisseaux libéro-ligneux, des fibres, des débris de peau, ainsi que des matières colloïdales partiellement précipitées comme pectines, gommés ou protéines (3). L'état, la forme, les dimensions de ces particules sont très variable. On comprend alors pourquoi les dosages directs de constituants précisés chimiquement (cellulose, lignine, pectine par exemple) ne donne aucun renseignement précis sur la teneur en pulpe totale.

D'ailleurs, dans l'aspect, le goût et la couleur d'un jus pulpeux, les différentes particules ont parfois des rôles différents ; ainsi dans un jus d'orange on distingue les cellules à jus qui se déposent les premières au fond du récipient, et une fine poussière blanche plus légère constituée par des débris d'albedo : cette portion est plus amère, les cellules sont plus douces et plus parfumées mais un excès rendrait le liquide trop « nourissant ». Même le sédiment d'un jus de pomme trouble présente des particularités ; un travail russe de 1961 (4) a montré qu'il est plus riche en protéines qu'en cellulose.

Il est à remarquer que la norme américaine récente (5) du jus de citron établit une distinction entre « particules membraneuses légères » que l'on sépare par tamisage manuel (mailles de 0,9 mm) et « pulpe fine » que l'on évalue par centrifugation du jus tamisé. Les normes précédentes ne mentionnaient qu'une « pulpe en suspension », à évaluer par une centrifugation à 364 g pendant 10 mn.

Pour le jus d'ananas, la norme américaine (6) ne fait pas de distinction, mais propose la détermination de l'« extrait insoluble finement divisé » par une centrifugation à 364 g pendant 3 mn seulement.

#### PROCÉDÉS UTILISABLES.

La première idée qui se présente à l'esprit est de laisser le liquide au repos dans une éprouvette graduée et d'observer le dépôt qui se sépare en quelques heures d'un liquide surnageant plus ou moins trouble.

Malheureusement la vitesse de sédimentation est très variable et le dépôt continue à se tasser pendant parfois plusieurs jours ; en général le liquide commence à fermenter en 24 ou 48 h et le dépôt remonte. Même en fixant la durée du repos et en utilisant un antiseptique, les résultats ne sont pas reproductibles à moins de prolonger l'observation.

La centrifugation permet d'accélérer la chute des particules et la formation du dépôt en multipliant l'action de la pesanteur : aussi est-ce le procédé le plus généralement proposé. Encore faut-il fixer les conditions de l'opération : force centrifuge et durée ; la méthode américaine décrite dans les normes des jus d'agrumes (5, 7) est souvent prise comme méthode de référence ; elle utilise une force centrifuge de 364,6 g pendant 10 mn. Nos travaux précédents ont montré pourquoi il faudrait la modifier, bien que les dernières éditions des normes aient donné un peu plus de précision sur le mode opératoire et le matériel à utiliser : tubes gradués coniques de 50 ml, longs d'environ 12 cm.

Nous reviendrons sur la centrifugation.

Le dosage classique de l'extrait sec insoluble donne des résultats précis et reproductibles ; il s'agit de séparer la pulpe par centrifugation ou filtration, puis la débarrasser du jus contenant des matières solubles (qui viendraient s'ajouter à l'extrait sec) par plusieurs lavages successifs à l'eau chaude, et après séchage à poids constant dans une étuve thermostatée, la peser avec précision (8, 9).

On peut utiliser avec profit la méthode décrite récemment par le projet de recommandation de l'ISO n° 1021 pour les dérivés des fruits et légumes (10).

Malheureusement on ne trouve pas de corrélation entre l'extrait sec insoluble et la teneur en pulpe, déterminée par centrifugation (Ambanelli, 1956 (33)) ; en effet le lavage nécessaire à l'eau bouillante entraîne les pectines et autres colloïdes, et le poids du résidu sec ne dépend pas de la forme ou de l'élasticité des particules.

La mesure de la viscosité des liquides épais, par le temps d'écoulement ou par un procédé dynamique, ne renseigne pas sur la teneur en pulpe ; bien entendu un liquide épais est plus visqueux en général qu'un liquide clair de même densité, mais beaucoup d'autres facteurs interviennent. D'ailleurs un concentré pulpeux de fruit est un liquide non newtonien.

Nous avons essayé aussi d'autres procédés pour tenter de séparer un liquide pulpeux en deux phases mesurables : la pulpe et le « sérum ».

La flottation, obtenue par addition de sel dans le jus, dont il augmente la densité, est spectaculaire car on voit un sérum limpide surmonté d'un « chapeau » de pulpe dont on peut déterminer l'épaisseur ; mais les résultats ne sont pas constants ; d'ailleurs en 1951 OLSEN et ASBELL (11) l'avaient comparé à la centrifugation et n'avaient pas trouvé de corrélation.

Un autre moyen de faire remonter la pulpe en surface est de provoquer un dégagement de fines bulbes au sein du liquide : c'est ainsi que se produisent les « chapeaux » de pulpe dans les moûts en fermentation dans les cuves.

Le dépulpage des moûts de raisin a été proposé récemment par GAZYUK au Congrès de Varsovie (12) en suivant ce principe ; l'émission de bulbes serait provoquée par une cathode immergée dégageant de l'hydrogène, ce qui a l'avantage de protéger contre l'oxydation.

Nous avons également réalisé une remontée rapide de la pulpe de divers jus (tomate, orange, ananas) par dégagement gazeux électrolytique, en plaçant les deux électrodes dans le fond d'un récipient et en utilisant simplement le courant alternatif ; nous avons aussi obtenu le même résultat plus rapidement mais moins complètement en provoquant un dégagement de fines bulles d'air à travers une paroi de verre fritté.

Mais, outre que l'électrolyse provoque un échauffement du liquide, la remontée des bulles provoque un brassage continu au sein du liquide, entraînant des particules vers le haut et vers le bas.

L'opération inverse : la chute de la pulpe, peut être provoquée par un sablage fin ; en réalité on n'atteint que les grosses particules, et le volume du sable nécessaire est important.

Nous avons vérifié également que l'on peut activer la décantation par un traitement préalable ayant pour effet de détruire ou modifier la structure physique des particules, ou de coaguler les pectines ; ainsi la congélation temporaire ou au contraire l'ébullition donnent des liquides qui ont tendance à sédimenter plus vite. De même une défécation par les procédés habituels (au plomb, ou au ferro-cyanure selon Carrez, ou à l'acétate mercurique) provoque une précipitation qui entraîne toute la pulpe ; mais bien entendu ce précipité est bien plus volumineux que la pulpe seule.

Pour vérifier l'influence de la viscosité et la densité du liquide sur la chute des particules plus lourdes, nous avons comparé des jus pulpeux normaux avec les mêmes jus alourdis par addition de sirop et allégés

par addition d'eau : il est évident que la pulpe des jus allégés sédimente beaucoup plus rapidement.

#### PROCÉDÉ ADOPTÉ.

Au lieu d'alléger le liquide avec de l'eau, on peut le faire avec un solvant miscible en toutes proportions et plus léger que l'eau.

Après avoir essayé l'éthanol, le méthanol et des azéotropes, nous avons adopté l'acétone qui donne un sérum léger ; un jus d'ananas additionné de son volume d'acétone donnait par exemple un mélange ayant pour densité 0,93 au sein duquel la pulpe se déposait rapidement.

En fait, dans de telles proportions, on observe aussi une coagulation partielle des pectines qui favorise d'ailleurs le dépôt, mais s'y ajoute ; pratiquement il est facile de constater, en faisant l'essai sur un jus filtré, que le volume de pectine précipité est négligeable par rapport à celui de la pulpe.

En définitive, on obtient par centrifugation un culot beaucoup plus cohérent et tassé lorsque le jus a été additionné d'acétone ; du coup les résultats sont plus reproductibles, surtout si l'on estime la dose de pulpe par pesée du culot de centrifugation, dans le tube dont on a vidé le sérum : la séparation se fait parfaitement.

Lorsque l'on mélange l'acétone au jus avant la centrifugation, on observe parfois un dégagement gazeux faisant remonter la pulpe ; c'est l'air dissous dans le jus qui se trouve expulsé, car il est moins soluble dans le mélange eau-acétone. Pour éviter cet inconvénient qui ne se produit que sur les jus fraîchement extraits, il suffit de désaérer auparavant le liquide en l'agitant sous vide.

On peut proposer le mode opératoire suivant :

— Utiliser une centrifugeuse électrique comportant un régulateur de vitesse et si possible un indicateur de vitesse ; sinon on peut mesurer la vitesse de rotation, dans les conditions normales d'emploi, au moyen d'un compte-tours et repérer les vitesses correspondant au divers plots du rhéostat, par exemple.

Les tubes de la centrifugeuse, de préférence en matière plastique transparente, ont une contenance de 50 ml ; ils sont gradués et ont une forme longue : 10 à 12 cm. On a mesuré le diamètre maximum du cercle décrit par les fonds des tubes en cours de rotation, pour le calcul de la force centrifuge. Celui-ci se fait par la formule simple suivante :

$$ag = 4 \pi^2 N^2 R$$

N étant la vitesse de rotation en tours par seconde et R le rayon en mètres. Pour l'exprimer en un coefficient multipliant la force de pesanteur, on calcule

$$a = \frac{4 \pi^2 N^2 R}{g}$$

ainsi  $a = 0,412 N^2$  pour un rayon de 10 cm.

On dira par exemple que la norme américaine demande de centrifuger à 346 g.

— On prépare dans un tube gradué le mélange de 50 ml de jus avec 50 ml d'acétone, on agite et on répartit également dans les tubes de centrifugeuse. Ces tubes sont munis de bouchons pour éviter les projections et l'évaporation.

— La centrifugation est conduite pendant 10 mn exactement; précédemment nous avons montré l'importance de fixer avec précision cette durée, et de maintenir la constance de la vitesse choisie.

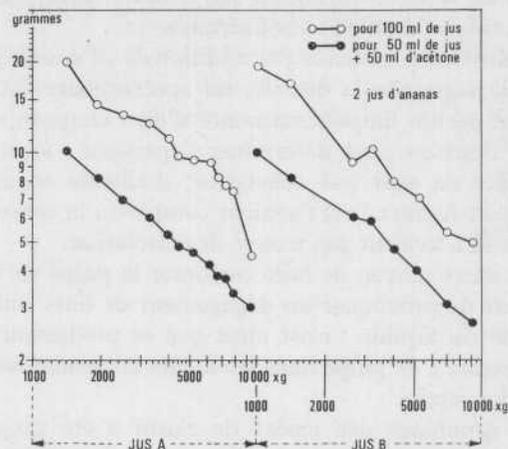
L'accélération sera poussée au maximum, et la durée de décélération réduite par un freinage.

Pour obtenir des culots bien compacts, nous préférons utiliser une force centrifuge supérieure à 364 g : par exemple 2 000 g pour un jus moyennement pulpeux, ou plus; mais il est évident qu'il faut choisir une fois pour toutes une force centrifuge et s'y tenir strictement.

L'évaluation de l'importance de la pulpe peut se réaliser de deux manières :

— par la mesure de son volume, soit directement en l'observant sur la graduation, soit avec plus de précision en décantant le sérum dans un tube gradué de 100 ml;

POIDS DES CULOTS DE CENTRIFUGATION EN FONCTION DE LA FORCE CENTRIFUGE



— par une pesée des tubes dont on a vidé le sérum, ce qui est plus précis mais donne un résultat légèrement différent puisque la pulpe est un peu plus dense que le sérum.

L'inscription des résultats en fonction de la force centrifuge sur un graphique, en coordonnées logarithmiques, donne une droite pour un jus déterminé. On peut ainsi vérifier que la méthode à l'acétone donne des résultats plus constants que la simple centrifugation du jus aux mêmes vitesses; nous l'avons fait en utilisant une centrifugeuse comportant quatre tubes de 50 ml : deux étaient remplis de jus et les deux autres de jus dilué à l'acétone; ainsi la comparaison pouvait être faite avec certitude.

#### RÉFÉRENCES

- (1) DUPAIGNE (P.). — Détermination du pourcentage de pulpe dans les jus de fruits et de légumes. *Fruits*, juil. 1960, 15, 7, 325-7.
- (2) DUPAIGNE (P.). — Über die annähernde Bestimmung des in den Fruchtsäften suspendierten Fruchtfleisches. *Flüssiges Obst*, fév. 1964, 31, 2, 55-7.
- (3) AMBANELLI (G.). — Sulla valutazione approssimativa, perscopico-tecnico-commerciale, della pulposità dei succhi di frutta. *Ind. Cons.*, jan. 1956, 31, 1, 24-5.
- (4) MORDKOVICH (M. S.) et BOBRÁKOV (B. P.). — Origine des dépôts dans les jus de pomme. *Kons. i Ovoshches. Prom.*, 1961, 16, 10, 23-4.
- (5) ANON. — United States Standards for grades of canned lemon juice. U. S. D. A., *Agr. Market. Service*, 8 déc. 1962.
- (6) ANON. — United States Standards for grades of canned pineapple juice. U. S. D. A., *Agr. Market. Service*, 16 mars 1957.
- (7) ANON. — United States Standards for grades of canned grapefruit juice. U. S. D. A., *Agr. Mark. Service*, 19 oct. 1954.
- (8) Koudriavtzeva (M. N.). — Dosage du sédiment dans les jus de fruits. *Kons. i Ovoshches. Prom.*, juin 1962, 17, 6, 41-2.
- (9) ROUSE (A. H.) et ATKINS (C. D.). — Methods for estimating insoluble solids in citrus juices and concentrates. *Proc. Fla. Sta. Hort. Soc.*, 1955, 68, 117-121.
- (10) ANON. — Produits dérivés des fruits et légumes; détermination de l'extrait sec insoluble dans l'eau ISO/TC 34 — Projet de recommandation n° 1021, mars 1966.
- (11) OLSEN (R. W.) et ASBELL (D. M.). — Determination of pulp content in concentrated citrus juices. *Proc. Fla. Sta. Hort. Soc.*, 1951, 63, 171-4.
- (12) GASYUK (G. N.). — Use of DC for flotation purification of grape juice from pulp *Abst 2nd Int. Congr. Food Sci.*, Varsovie, 1966, p. 297.
- (13) NIEVA (F. S.). — Removal of stone cells from Guava nectar. *J. Agr. Univ. Puerto Rico*, avr. 1965, 49, 2, 234-8.