

PROGRÈS RÉCENTS DANS LA RÉCUPÉRATION
DÉS ARÔMES DE FRUITS

P. DUPAIGNE (PARIS)

Sans doute la parfumerie, qu'on retrouve liée à l'histoire des civilisations, est-elle une des plus anciennes activités non vitales de l'homme. Considérée comme une branche de la chimie, elle est relativement fort ancienne aussi et, au cours du siècle dernier, de nombreux composants de parfums naturels ont été identifiés.

Cependant, sauf exception, le parfum des fruits n'avait pas retenu l'attention; en effet, à part les huiles essentielles des agrumes, les fruits n'avaient guère d'emploi en parfumerie. Pourtant, ils ont un grand intérêt en alimentation, justement à cause de leur arôme, et les recherches systématiques ont pu commencer, entre les deux guerres, lorsque les méthodes d'extraction et d'identification chimique ont pu se perfectionner.

La recherche restait ardue et les résultats minces, car les méthodes chimiques d'identification nécessitent l'obtention d'une quantité notable de chaque composé purifié; or les matières aromatiques des fruits, en dehors du cas particulier des essences de l'écorce, sont présentes à des doses extrêmement faibles, et en général sont composées d'un grand nombre de corps de constitutions et propriétés chimiques différentes.

L'apparition des nouvelles méthodes de séparation et d'identification des composés volatils, avec la chromatographie en phase vapeur, la spectrographie en U-V et I-R, la spectrométrie de masse, la résonance magnétique nucléaire, a permis à la connaissance de faire un énorme bond en avant dans cette matière; il serait plus exact de dire que ces techniques permettent, depuis peu d'années, d'accumuler nos connaissances sur la constitution de l'arôme des fruits avec un rythme de plus en plus rapide, sans aucune mesure avec la difficulté et l'incertitude des résultats obtenus par les procédés chimiques classiques.

C'est la raison pour laquelle nous nous sommes intéressés à ces travaux et avons publié, en 1959, une mise au point générale sur les arômes de fruits et leur récupération ⁷⁴.

Mais, dira-t-on, la récupération des arômes peut se réaliser sans la connaissance scientifique de la composition des arômes: ce sont deux problèmes différents.

Il faut répondre que ce sont deux problèmes différents, mais étroitement liés: avant d'analyser un arôme de fruit, il faut le prélever et le concentrer, c'est-à-dire le récupérer, et les techniques de distillation fractionnée précèdent presque toujours les techniques d'analyse.

Inversement, il est inutile de s'efforcer de récupérer des fractions volatiles concentrées si elles n'ont pas d'intérêt dans l'arôme global; or, on a montré que peu de fractions possèdent véritablement l'arôme recherché ⁷⁷; certaines sont nuisibles, d'autres se dégradent. Somme toute, la connaissance de la composition d'un arôme naturel peut renseigner sur le meilleur procédé de récupération.

BUTS DE LA RÉCUPÉRATION DES ARÔMES

Jusqu'ici, nous avons insisté sur la récupération des mélanges aromatiques naturels destinés à l'analyse, dans un but scientifique; mais on doit rappeler qu'il existe une véritable industrie, celle de la récupération et concentration des arômes de fruits qui sont considérés alors, soit comme des produits commerciaux, soit comme des produits de valeur ajoutés à certains produits alimentaires qu'ils améliorent; c'est une branche de l'industrie des matières aromatiques alimentaires. Ajoutons que les installations peuvent se trouver aussi bien dans les usines spécialisées que dans d'autres usines traitant des fruits ou des produits fruitiers; on peut citer le cas d'une installation récupérant les arômes produits, dans une biscuiterie de la région parisienne, lors de la concentration des pâtes de fruits destinés à la confection de biscuits fourrés.

La récupération, en quelque sorte globale, d'un liquide aromatique provenant des fruits n'a fait l'objet de recherches systématiques que depuis peu d'années: ce sont principalement les travaux de Milleville et Eskew, publiés entre 1944 et 1945 par le Laboratoire Régional de Philadelphie, qui ont donné une grande impulsion à ces recherches. Ayant visité le Laboratoire de Philadelphie en 1951, nous nous sommes intéressés au procédé, avons suivi son développement et contribué à montrer que la récupération des arômes de fruits pouvait rendre des services dans l'industrie et améliorer dans certains cas la qualité des produits tirés des fruits ⁷¹.

C'est pourquoi, en définitive, nous ne reviendrons pas en arrière et ne parlerons ici que des travaux parvenus à notre connaissance depuis notre Conférence de 1959; ces travaux sont d'ailleurs assez abondants pour justifier une mise au point.

Par ailleurs, pour limiter le sujet, nous n'avons relevé en bibliographie que les articles se rapportant à la récupération des arômes de fruits; les personnes qui s'intéressent d'une façon plus générale aux travaux relatifs aux arômes de fruits (et de légumes) pourront consulter les autres rapports que nous avons publiés jusqu'en 1964⁷¹ à ⁷⁷.

Nous avons eu entre les mains plus d'une centaine d'articles dont nous avons retenu à peu près la moitié comme présentant un intérêt particulier, ou cadrant exactement avec le sujet. Il n'est pas question de les examiner successivement, aussi tenterons-nous de les grouper dans une classification d'ailleurs arbitraire.

EXPOSÉS GÉNÉRAUX

Une douzaine d'articles peuvent être cités comme exposés généraux sur la récupération des arômes de fruits^{8, 9, 12, 13, 14, 19, 32, 37, 38, 42, 60}; parmi les auteurs, citons Brunner, constructeur et installateur d'un appareil industriel, Luthi, président de la Commission Scientifique de la Fédération Internationale des Jus de Fruits, et Mehlitz, professeur à l'Université Technique de Berlin et connu par ses travaux sur la composition de l'arôme de pomme.

En particulier, Luthi^{37, 38} envisage le problème dans son ensemble et fait ressortir les incidences du nouveau procédé sur le plan réglementaire: en effet, l'arôme récupéré est un nouveau produit encore mal défini, aux usages possibles nombreux. Aura-t-on le droit de l'utiliser dans n'importe quelles conditions?

La logique devrait ici inspirer le législateur: ainsi on doit pouvoir dans tous les cas remettre dans un produit l'arôme qui s'en est échappé et qu'on a pu récupérer (cas des concentrés, confitures, sirops); inversement, il faudrait proscrire le renforcement avec un arôme étranger, de la même espèce ou non, d'un produit mal préparé ou sans goût; ce serait une tromperie à moins que le consommateur en soit averti par une mention claire et explicite.

Pour Spühler⁶⁰, du Service des Alcools Suisse, la tâche la plus urgente est de réglementer officiellement l'origine, la composition et les usages du nouveau produit.

Nous aurons l'occasion de reparler du Symposium de la Commission Scientifique de la Fédération Internationale des Jus de Fruits tenu

à Berne en 1962, car le thème unique des 32 exposés présentés était précisément l'arôme des fruits.

Parmi les rapports généraux, celui de Mahlitz ⁴² expose le point de vue de l'analyste qui désire récupérer un mélange stable contenant tous les composés de l'arôme naturel: or, c'est difficile, car une méthode de récupération est toujours sélective; par ailleurs, un mélange aromatique contenant des composés nombreux à propriétés chimiques différentes, en milieu aqueux et en présence de l'air, se modifie rapidement. Mahlitz envisage le cas de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse, qui est le procédé le plus fin mais peut entraîner par le chauffage nécessaire des colonnes quelques altérations des composants déjà transformés pendant la récupération.

Le rapport général de Walker ¹⁴ envisage les développements d'une tout autre sorte de récupération d'arôme: celle qui se généralise, comme nous l'avons dit, dans l'industrie alimentaire; notant au passage que la récupération des matières volatiles pourra s'appliquer avec succès pour les produits de transformation des viandes, volailles, légumes et du café, il en montre l'intérêt aux Etats-Unis pour les confitures, gelées, compotes, concentrés et boissons de fruits.

TRAVAUX DE LABORATOIRE

A vrai dire, la récupération expérimentale des arômes de fruits au laboratoire a fait l'objet d'autant de publications que l'analyse de ces arômes, car la méthode de récupération et purification des arômes est décrite ou rappelée avant les opérations d'analyse et l'exposé des résultats; ces publications, nous l'avons dit au début, sont analysées dans nos articles précédents sur la composition des arômes.

Nous citerons ici seulement quelques articles récents donnant le détail des opérations de récupération. En particulier, nous retrouvons Mahlitz dans plusieurs articles ou exposés à la Fédération Internationale ^{40 à 45}. Pour cet auteur, les premiers essais de chromatographie en phase ont été décevants, car l'arôme récupéré par les systèmes classiques de distillation et rectification était trop riche en eau; aussi a-t-il soumis cet arôme à une extraction par l'isopentane qui n'entraîne ni l'eau ni l'alcool, et peut être éliminé par entraînement par un courant d'azote. Le résidu pouvait alors passer directement au chromatographe. Mais on comprend qu'un tel résidu ne reflète qu'imparfaitement la composition réelle de l'arôme du fruit.

D'autres solvants et d'autres procédés de concentration ont été proposés, par exemple l'extraction avec mélange gazeux, ou l'extraction

liquide en continu, ou encore la fixation sur charbon activé à basse température après volatilisation. Il s'agit toujours de récupération d'arôme, mais de quel arôme? Tous les procédés ont pour effet de modifier la composition initiale.

On peut encore, dans le but de l'analyse, se contenter de prélever l'atmosphère odorante qui se trouve au-dessus des fruits et de l'injecter directement dans un chromatographe sensible à ionisation de flamme: là, il n'y a plus de récupération séparée (aussi n'en parlerons-nous pas), mais l'analyse ne donne que les composants les plus volatils, négligeant ceux qui n'apparaissent que plus tard ou à plus haute température. Cependant l'atmosphère elle-même peut être soumise à une extraction des produits volatils, par passage à travers des pièges à basse température disposés en cascade ²⁶.

Revenons à des produits moins fins, mais plus industriels, avec les expériences de Tinner ⁶⁴ sur les transformations qui se produisent dans ces extraits complexes sous l'influence de la chaleur: ce sont principalement les esters qui subissent des altérations. Comme les installations industrielles travaillent à des températures élevées, on doit admettre que les arômes sont dénaturés; l'auteur a essayé de produire des arômes de cassis et framboise par évaporation à température plus basse, et les résultats ont été meilleurs.

Rappelons enfin des essais de notre laboratoire, publiés en 1959 ²³, sur l'utilisation d'un appareil de verre destiné à la désulfitation des moûts de raisin; nous avons difficilement séparé un arôme de raisin débarrassé de son anhydride sulfureux, mais très facilement obtenu des arômes à partir de jus de légumes divers, fraîchement extraits.

TRAVAUX ORIGINAUX SUR LES ARÔMES RÉCUPÉRÉS

Il s'agit, non pas de l'analyse, mais de l'étude de la qualité des produits en fonction du matériel, ou d'essais d'obtention d'arôme dans des conditions spécialement étudiées. Ces travaux sont nombreux et souvent d'un grand intérêt pour une meilleure connaissance des conditions les meilleures pour la récupération et la conservation des arômes de fruits.

Rappelons d'abord les essais de R. Heiss ²⁹, déjà anciens, sur le changement de composition d'un arôme synthétique contenant divers alcools et esters pendant la concentration par congélation partielle, dans le but de voir si ce procédé permettrait une élimination de l'eau des arômes naturels, sans trop de pertes de composés intéressants.

En 1962, Rentschler ⁵⁴ a utilisé également la cryoconcentration et il est parvenu à éliminer du distillat normal de poire ou de pomme plus de la

moitié de son eau; les aldéhydes étaient ainsi fortement concentrés, mais on ne pouvait éviter la perte d'une grande partie des esters.

Après les résultats de Moffert à Wageningen³⁹ on comprend que les mélanges artificiels d'eau et de divers alcools, aldéhydes ou esters, dont on peut facilement effectuer l'analyse, ne sont guère utilisables pour élucider les transformations subies par l'arôme naturel dans son cheminement à travers l'appareil de récupération, et c'est dommage.

Les arômes des cassis et autres petits fruits sont relativement stables; Charley¹⁸ a montré comment le chauffage du jus au moment de l'évaporation leur confère une odeur de cuit, et pourquoi il est préférable de conserver à part les arômes au lieu de les réincorporer au concentré dès l'opération terminée.

On peut citer d'autres essais de Joyce³¹ sur l'arôme de cassis, de Kieser et Pollard³³ sur l'arôme de framboise récupéré dans une installation-pilote, de Mettievier à Wageningen⁴⁶ sur les petits fruits et l'altération de leur arôme selon la conservation, de Kungsi à Helsinki³⁵ sur les différences de qualité de l'arôme de cassis selon l'état de la matière première utilisée: jus frais, clair ou trouble, jus concentré par le froid, jus lyophilisé, de Kunishi et Seale à Honolulu³⁴ sur la récupération des arômes volatils de goyave et de mangue, de Bajnok⁷ en Hongrie sur le contrôle du pouvoir réducteur des arômes au cours de la concentration.

Sur la pomme, Stackenbrock⁶¹ a vérifié que la qualité de l'arôme dépend grandement du traitement, pour une même matière première, et que l'arôme diffère selon les phases de la concentration du jus; par exemple à 25% d'évaporation du jus, les esters sont déjà largement hydrolysés; les arômagrammes de jus clairs ou troubles sont caractéristiques de la variété de pomme; cependant les marc épuisés ne donnent plus l'arômagramme de la variété, mais seulement des constituants à odeur herbacée.

La station de Geisenheim a entrepris, sous la direction de Wucherpfenning et Heimann²⁸ une série de travaux sur la récupération de l'arôme de pomme, en contrôlant la qualité des arômes obtenus par la chromatographie en phase gazeuse. Ainsi, la clarification du jus de pomme diminue à la fois la quantité et la qualité des matières volatiles récupérables.

Tous les procédés usuels de préparation du jus ont été comparés dans cette optique; dans tous les cas, les matières aromatiques se conservent mieux sous forme d'arôme séparé et concentré que laissées dans le jus ou le concentré: d'où l'intérêt de la récupération. Un autre facteur important pour la qualité est la température du chauffage pendant l'extraction, et celle des chambres de stockage pendant la conservation prolongée.

Nous retrouvons ici Mehlitz⁴³ pour qui le stockage séparé des arômes

concentrés doit se faire à l'abri de l'oxygène et de la lumière, en récipients inertes, et à température aussi voisine que possible de 0°: c'est à dire que ces arômes ne sont pas stables et qu'il faut éviter les occasions de contamination par les métaux, oxydation, catalyse de réactions par la lumière et accélération des dégradations par la chaleur.

Dans un autre ordre d'idées, il faut mentionner des travaux en France et en Espagne sur la désulfitation des mutés de raisin avec séparation et récupération d'arômes débarrassés de l'anhydride sulfureux. La réalisation n'est pas facile et nous avons signalé quelques tentatives de notre laboratoire en 1959 ²³.

Pour éviter que l'arôme soit dénaturé par l'anhydride sulfureux, l'équipe espagnole propose comme solution de désaromatiser le jus frais avant de le sulfiter; après stockage séparé des arômes concentrés et du muté, ce dernier est repris, désulfité et réaromatisé par adjonction d'arôme. Les résultats expérimentaux, avec le muscat, ont été excellents. Mais ce n'est pas une solution pratique en France, car les mutés sont préparés à la propriété, très simplement, alors que la désaromatisation nécessiterait une installation industrielle moderne. Aussi, Renouil ⁵³ a-t-il décrit un désulfiteur comportant un séparateur, éliminant déjà 60% du gaz sulfureux, et un neutralisateur qui fixe l'anhydride restant, libérant les arômes volatils qui sont condensés.

Des désulfiteurs-récupérateurs d'arôme existent d'ailleurs déjà en France depuis plusieurs années. Cependant ils n'ont vraiment leur raison d'être que pour les jus de raisin très parfumés, tels que les muscats ²⁹.

APPAREILLAGE INDUSTRIEL

Il existe maintenant dans l'industrie toute une gamme d'appareils utilisables pour la récupération des arômes de fruits; ce sont parfois des appareils de série, ou des appareils construits à l'unité mais selon un modèle proposé sur catalogue, ou encore des ensembles comportant des pièces de série mais montés localement avec l'aide d'entreprises spécialisées dans la distillation, ou tout simplement enfin des systèmes étudiés et réalisés à l'usine pour être adjoints aux évaporateurs existants.

On trouve une énumération avec description sommaire et schémas des appareils du commerce dans un article synthétique de Siegrist ⁵³ paru en 1960 dans la revue *Fruchtsaftindustrie*: Blaw-Knox (USA), Jedinstwo (Yougoslavie), Sutter (Suisse), Vogelbuch (Autriche), Wiegard (Allemagne).

Le rapport général de Buchi au Symposium de Bern ¹⁴ reprend dans le détail l'opération de récupération en expliquant le fonctionnement des

différentes parties des appareils; des exemples sont appuyés par des schémas et photos, fournis par les firmes Unipektin (Suisse), Blaw-Knox, Krenz, Thermovac (USA), Sutter (Suisse), Wiegand (Allemagne), APV (Angleterre).

Il est intéressant de constater que le Laboratoire Régional de Philadelphie, qui est à l'origine de l'industrie moderne de récupération des

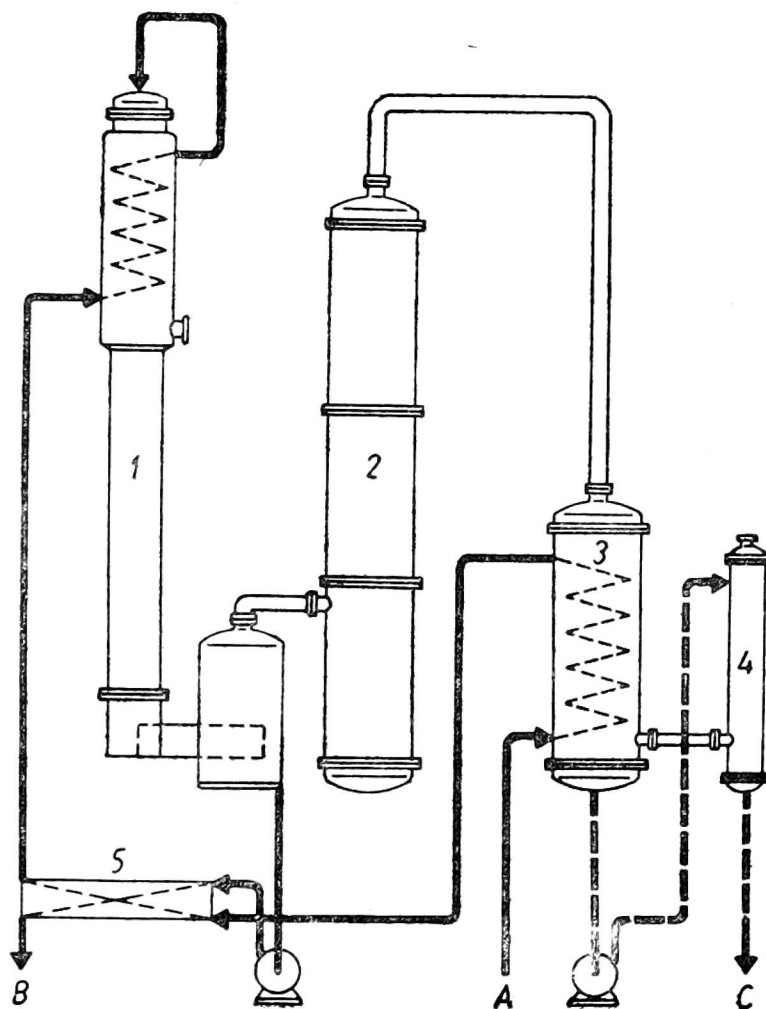


Schéma de l'appareil Wiegand de récupération des arômes: A — entrée du jus; B — sortie du jus; C — concentré de l'arôme; 1 — évaporateur; 2 — colonne de fractionnement; 3 — condensateur; 4 — laveur; 5 — échangeur de chaleur

arômes, continue ses travaux de mise au point au moyen d'installations pilotes; au début de cette année, Roger et Turkot⁵⁵ ont montré dans quel sens devait être modifiée une installation lorsque l'on a traiter un produit déterminé.

Il s'agissait en l'espèce du jus de raisin Concord, dont le principe aromatique, l'antranilate de méthyle, possède un point d'ébullition très élevé (226°). Dans ce cas, le calcul montre que le rendement de l'opération peut être amélioré par une augmentation du taux de vaporisation initiale, une alimentation sous forme liquide de la colonne de rectifica-

tion, et un allongement de cette colonne. Les dimensions relatives du nouvel appareil-pilote sont fournies avec le schéma.

La récupération n'est pas une opération gratuite; en plus de l'amortissement de l'installation, il faut prévoir une consommation importante de vapeur, variable d'ailleurs selon le procédé utilisé et selon le taux de récupération.

Pilnik, lorsqu'il s'occupait d'une société suisse de concentration de jus de fruits et de fabrication de pectine, a publié en 1960 ⁴⁹ une étude abondamment étayée par des tableaux, des calculs et des diagrammes, sur la consommation de vapeur et le prix de revient de la concentration avec récupération d'arôme des jus de fruits; au cours du Symposium de Berne ⁵⁰ il a donné des résultats expérimentaux obtenus à l'usine qui utilisait un évaporateur APV complété par un évaporateur Unipektin.

L'article plus récent de Wucherpfennig ⁶⁹ dans le périodique spécialisé *Flussiges Obst* est une revue complète du matériel moderne de concentration qui, par conséquent, ne néglige pas le stade préalable ou concommittant de la séparation et concentration des matières volatiles intéressantes.

Le cas un peu particulier des arômes d'agrumes, arômes qui proviennent en majeure partie de l'écorce) a été examiné en 1962 par Burger ¹⁵ et c'est le technologue espagnol Royo-Iranzo ⁵⁶ qui s'est chargé de présenter au Symposium de Berne le rapport sur ces produits, insistant sur les opérations de déterpénation qui sont en quelque sorte une purification de l'arôme des agrumes, puisque les terpènes en constituent la majeure partie sans présenter d'intérêt (au contraire) dans le parfum caractéristique.

Nous trouvons maintenant des notes concernant des appareils particuliers: système APV ^{5, 50}, Majonnier ^{3, 47}, Unipektin ², Jedinstvo ⁶³; ces articles font évidemment ressortir les avantages de chaque système, mais fournissent aussi des plans, schémas et renseignements divers utiles pour leur connaissance.

PROCÉDÉS ORIGINAUX, BREVETS

Excluons de ce chapitre les brevets et descriptions concernant les appareils industriels déjà cités, pour examiner quelques procédés qui semblent nouveaux ou différents dans leur conception.

Les brevets de Byer ^{16, 17} couvrent un ensemble de processus permettant la séparation, le renforcement et la stabilisation des arômes volatils de raisin et de tomate, d'une part, et d'agrumes d'autre part.

Pour Dinelli ²¹, l'extraction et la récupération des arômes volatils peu-

vent se conduire dans de bonnes conditions au moyen des gaz liquéfiés, et il insiste sur le domaine particulier des fleurs pour parfumerie.

Le brevet de Gross ²⁷ s'applique aux jus d'orange, de raisin, de pomme, de pêche, de fruits rouges; il consiste à faire passer toutes les substances volatiles émises pendant le travail du produit: extraction, désaération, chauffage, concentration éventuelle, sur un piège contenant du charbon actif, par aspiration des vapeurs et de l'air surmontant le liquide.

Ensuite un solvant à faible point d'ébullition, tel que l'éther, l'ester méthyl-propylique, le chlorure de méthyle est utilisé pour l'éluion du charbon actif, et la séparation des arômes se fait par distillation ménagée.

Une certaine publicité a été faite récemment sur un procédé installé en Floride dans les usines de concentration de jus d'agrumes par une maison spécialisée dans la centrifugation ^{36, 57}.

Les jus d'agrumes extraits par des appareils à fort rendement contiennent un peu d'huile essentielle, qui forme une émulsion entraînant de la pulpe à la surface du liquide. Cette émulsion, contenant 5% d'huile essentielle, constitue une matière aromatique assez stable, car on sait que l'orange renferme des anti-oxydants naturels, qui protègent l'essence contre une altération rapide.

Comme l'émulsion est plus légère que le jus, elle peut être facilement séparée de celui-ci par une centrifugeuse (du type écrémeuse et non débourbeuse); c'est ce que l'on fait aussitôt après l'extraction.

Le jus subit ensuite les opérations classiques de concentration sous vide, pendant que l'émulsion est conservée à basse température; puis enfin le concentré reçoit une réincorporation dosée de cette émulsion; il suffit alors de le congeler et de le conserver sous cette forme.

Remarquons qu'il était d'usage depuis longtemps en Floride de réincorporer après l'évaporation un peu d'huile essentielle récupérée sur les écorces des fruits, pour standardiser l'arôme. Le nouveau procédé a pour mérite de mieux conserver l'essence dans son milieu naturel, tout en se débarrassant d'une matière émulsionnée quelque peu gênante pendant l'évaporation sous vide.

QUELQUES APPLICATIONS INDUSTRIELLES

Seuls les Américains nous donnent, dans des revues techniques à caractère quelque peu publicitaire, des exemples d'applications commerciales de la récupération des arômes de fruits.

Ainsi les confitures et gelées de raisin de variété Concord, produits appréciés aux Etats-Unis pour leur couleur et leur parfum, conservent un arôme puissant si l'on a pris la précaution de retirer cet arôme avant la

cuisson, pour le réincorporer ensuite dans le produit soit aussitôt, soit si possible plus tard et seulement au moment de la fabrication finale; c'est ainsi qu'on a intérêt à conserver séparément la confiture ou le jus concentré et l'arôme, le mélange ne se faisant qu'à la mise en boîte ou à la confection de la gelée ^{1, 70}.

Pour la firme Murch qui traite également le raisin, la récupération est assurée pendant l'évaporation par un appareil Mojonnier ⁴⁸. Dans le même domaine, la société Paw-Paw insiste sur la difficulté de la récupération des essences de raisin: pour obtenir 90% de l'anthranilate de méthyle dans un arôme au 1/150^e en volume, il a fallu utiliser une colonne de rectification particulièrement élevée ⁶.

Un autre produit spécifiquement américain: la compote d'airelles et ses dérivés largement utilisés dans la cuisine: confiture, concentré, gelée, sauce et même produits desséchés. L'arôme volatil particulier est précieux, aussi sa récupération permet-elle d'améliorer la qualité des produits de l'airelle soumis à une évaporation et surtout à la dessiccation ⁶². Il est certain que la dessiccation atténue considérablement l'arôme naturel en faisant disparaître un grand nombre des composants les plus volatils, et tout dernièrement Mehlitz ⁴⁵ l'a prouvé en comparant les arômagrammes de jus frais et de poudres de nombreux fruits; mais il a utilisé comme procédé de séchage l'atomisation, et il est probable que la lyophilisation aurait mieux conservé les constituants caractéristiques.

CONCLUSION

En reprenant ces derniers résultats, on peut dire que de toute façon, par atomisation ou par lyophilisation, les poudres de fruits perdent une partie importante de leurs composés volatils, et qu'il serait toujours possible de leur en restituer une partie au moyen de la récupération préalable des arômes, suivie d'un enrichissement de ces arômes par rectification ou tout autre moyen, conservation à part, et enfin réincorporation.

Il n'est guère possible de dire ce que sera devenue l'industrie de récupération des arômes de fruits dans 10 ans. On peut penser que son expansion sera freinée par une réglementation conçue à une époque où elle n'existait pas, et par le danger que représentera, dans le cas où la réaromatisation sera admise, la concurrence toujours plus vive des produits synthétiques. Par ailleurs les procédés technologiques de récupération se multiplieront et s'amélioreront — nous en avons la preuve dans ce rapport qui ne couvre que les 5 ou 6 dernières années de travaux — et enfin on n'arrête pas le progrès: or la récupération des arômes naturels est incontestablement un progrès dans le domaine qui nous intéresse.

LITTÉRATURE

1. Anon: Food Eng. 1962, **34**, (2) 50
2. Anon: Rev. Vitic. 1962, **83**, 105, 157
3. Anon: Food Eng. 1963, **68**, 70, 75
4. Anon: Food Eng. 1964, **36**, (2) 42, 43
5. Anon: Food Eng. 1964, **36** (11) 67
6. Anon: Food Eng. 1964, **36** (11) 103
7. I. Bajnok: Elelm. Kozlem. 1961, **7** (11—12) 328
8. A. Bertuzzi: Succhi di Frutta 1959, **2**, 3, 67
9. A. Bertruzzi: Problema del ricupero degli aromi nell'industria dei succhi di frutta, Notiziario 1959, 129
10. D. S. Bidmead: Rec. Adv. in Food Sci. 1963, **3**, 158
11. P. C. Broseta, P. Yufera, B. Lafuente: Rev. Agroq. Techn. Alim. 1963, **3** (2) 121
12. H. Brunner: Fruchtsaft. Ind. 1960, **5** (6) 268
13. H. Brunner, G. Senn: Praktische Erfahrungen bei der Gewinnung von Frucht-
aromen. Sympos. Arômes de fruits, Berne 1962, 409
14. W. Buchi, L. M. Walker: Technologie der Aromagewinnung Sympos. Frucht-
aromen Int. Fruchtsunion. Bern 1962, **4**, 103
15. A. M. Burger: Riechst. u. Aromen 1962, **12** (2) 306
16. E. M. Byer: Fruit and vegetable concentrates. U. S. PAT Jan. n. 3, 118, 775
17. E. M. Byer, A. A. Lang: Citrus fruit juices U. S. Pat. 1964, n. 3, 117, 877
18. V. L. S. Charley, R. H. Robins: Some observations on the production of volatile
substance from blackcurrent Juice. Symp. Arômes des fruits FIJU IV, Berne
1962, 137
19. G. Decio: Succhi di Frutta 1941, **4**, 12 84
20. P. Devos: Concentration des jus de fruits, récupération des arômes et prépara-
tion de boissons non alcooliques C. R. Congr. Int. Ind. Agric. Alim. Zones Trop.
et Sub. Tropicales ABIDJAN dec. 1964
21. D. Dinelli: Riv. It. Ess. Prof. 1962, 264
22. F. Drawert, A. Rapp, O. Bachmann: Sympos. Fruchtaromen Int. Fruchtsaft-
union, Bern 1962, 235
23. P. Dupaigne: Ref V. Fruchtsaftkongr. Wien 1959, 39
24. H. Gachot: L'utilisation des matières aromatiques des fruits Sympos. Aromes.
de fruits FIJU IV, Bern 1962, 165
25. H. Gachot: Flussiges Obst 1962, **29** (6) 10, 13
26. G. Grevers, J. J. Doesburg: Sympos. Fruchtaromen Int. Fruchtsaftunion, Bern
1962, 319
27. D. Gross: Orange juice concentrate U. S. Pat. 3. 071, 474, Jan. 1963
28. H. Heimann, K. Wucherpfenning, C. Fritsche: Riechst. u. Arom. 1960, **10** (5) 149
29. R. Heiss: Chem. Ing. Tech. 1954, **25**, 711
30. W. G. Jennings: Sympos. Fruchtaromen Int. Fruchtsaftunion, Bern 1962, 337
31. A. E. Joyce: Sci. Hort. 1959—60, **14**, 116
32. J. F. Kefford: Food Techn. Austr. 1964, **16** (6) 332
33. M. E. Kleiser, A. Pollard: Sympos. Arômes de fruits FIJU IV, Bern 1962, 240
34. A. T. Kunishi, P. E. Seale: Tech. Progr. Rep. N. 128, 1961
35. T. Kuusi: Sympos. Arômes de fruits FIJU IV, Bern 1962, 384
36. F. K. Lawler: Food Eng. Aug. 1964, **36** (8) 42

37. H. Luthi: Flussiges Obst. 1959, **26** (7) 26 (8) 19; Fruits 1959, **14** 447
38. H. Luthi: Flussiges Obst. 1959, **26** (10) 23; **26** (11) 19
39. H. F. Meffert: Ann. Rev. I. BVT, Wageningen 1962, 71
40. A. Mehlitz, K. Gierschner: Nouv. Résult. Sci. Tech. Jus de Fruits, FIJU, Wageningen 1961, 51
41. A. Mehlitz, K. Gierschner: Riechst. u. Aromen 1961, **12**, 80
42. A. Mehlitz, K. Gierschner: Sympos. Arômes de fruits FIJU IV, Berne 1962, 301
43. A. Mehlitz, K. Gierschner: Flussiges Obst. 1963, **30** (6) 22, 23
44. A. Mehlitz, K. Gierschner: Riechst. u. Aromen 1963, **15** (8) 230
45. A. Mehlitz, K. Gierschner, T. Minas: Fruchtsaftforschung u. Technologie, Int. Fruchtsaftunion, Wien 1964, 81
46. J. C. Metzivier: Ann. Rept. IBVT, Wageningen 1962, 70
47. J. Mojonier, M. Brna: Aroma recovery. U. S. Pat. 1962 n. 3.061.448
48. J. A. Murch, N. F. Roger: Food Eng. 1964, **36** (2) 42
49. W. Pilnik, F. Emch: Fruchtsaftind. 1960, **5** (6) 245
50. W. Pilnik, P. Zwiker: Sympos. Arômes de fruits. FIJU IV Berne 1962, 405
51. A. Pribela, F. Masek: Prumysl Potravín 1961, **12** (4) 193
52. E. Primo, P. Cunat, B. Lafuente: Rev. Agrot. Technol. Alim. 1963, **3** (3) 253
53. Y. Renouil: Rev. Vitic. Intern. 1964, **119**, 115
54. H. Rentschler: Sympos. Fruchtaromen Int. Fruchtsaftunion, Bern 1962, 243
55. N. F. Roger, V. A. Turkot: Food Techn. 1965, **19** (1) 69
56. J. Royo Iranzo: Sympos. Arômes de fruits FIJU, Berne 1962, 73
57. R. Seiden: Food Manuf. 1964 (11) 61
58. H. Siegrist: Fruchtsaft Ind. 1960, **5** (6) 215
59. H. Siegrist: Fruchtsaft Ind. 1960, **5** (6) 225
60. W. Spühler: Sympos. Fruchtaromen, Int. Fruchtaromen, Bern 1962, 179
61. K. H. Stackenbrock: Sympos. Arômes de fruits FIJU, Berne 1962, 287
62. E. O. Strolle: Food Eng. 1965, **37** (1) 70
63. D. Sulc: Fette, Seifen, Anst. 1963, **65** (8) 650
64. H. Tinner: Sympos. Arômes de fruits FIJU IV, Berne, 1962, 377
65. K. Wucherpfenning, G. Bretthauer: Fruchtsaftind. 1962, **7** (6), 359
66. K. Wucherpfenning, G. Bretthauer: Mitt. Klostereubg. 1963, ser. **B13** (6) 275
67. K. Wucherpfenning: Flussiger Obst 1964, **31** (3) 108; **31** (4) 186
68. K. Wucherpfenning, G. Bretthauer: Fruchtsaftforschung u. Technologie Int. Fruchtsaftunion, Wien 1964, 105.
69. K. Wucherpfenning: Flussiges Obst 1964, **31** (12) 595
70. F. Ziwan: Food Eng. 1962, **34** (3) 124

Publications du Laboratoire sur les arômes

71. P. Dupaigne: Boissons douces 1955, **5** (27) 13, 16, 40
72. P. Dupaigne: IV Int. Fruchtsaftkongr., Stuttgart 1956, 269
73. P. Dupaigne: Fruit Juice Concentrates Symposium, Bristol 1958, 303
74. P. Dupaigne: Fruits 1959, **14** (3) 127, 141
75. P. Dupaigne: V Internationaler Fruchtsaftkongr., Wien 1959, 39
76. P. Dupaigne: Symposium Fruchtaromen, Bern 1962, 7
77. R. Schwob, P. Dupaigne: Jour. Sci. Méth. Appréciation Caract. Organolept. Denrées Alim. CNRNA, Paris 1964.

Streszczenie

NAJNOWSZE POSTĘPY W DZIEDZINIE ODZYSKIWANIA
AROMATÓW OWOCÓW

P. DUPAIGNE (PARYŻ)

W oparciu o wyniki przytoczone w referacie można stwierdzić, że sproszkowane owoce, otrzymywane przez suszenie rozpyłowe, bądź przez liofilizację, tracą znaczną część swych lotnych składników oraz, że byłoby możliwe częściowe ich odzyskanie. Wymaga to uprzedniego odciągnięcia substancji aromatycznych, ich wzbogacenia przez rektyfikację lub innymi metodami, ich oddzielnego przechowania i ponownego włączenia do produktu.

Nie można powiedzieć obecnie, jak będzie od dziś za 10 lat wyglądał przemysł odzyskiwania aromatów owoców. Można sądzić, że jego rozwój ulegnie zahamowaniu w oparciu o przepisy opracowane w okresie, w którym jeszcze nie egzystował, jak również ze względu na niebezpieczeństwo, jakie stworzy coraz silniejsza konkurencja produktów syntetycznych, jeżeli oczywiście wtórna aromatyzacja zostanie dopuszczona. Skądinąd procesy technologiczne odzyskiwania będą coraz liczniejsze i coraz doskonalsze — dowody tego przynosi niniejszy referat, który zajmuje się pracami tylko z ostatnich 5—6 lat i wreszcie postępu nie można zahamować; odzyskiwanie naturalnych aromatów jest bowiem niewątpliwym postępem w interesującej nas dziedzinie.

Résumé

PROGRÈS RÉCENTS DANS LA RÉCUPÉRATION DES ARÔMES DE
FRUITS

P. DUPAIGNE (PARIS)

Les arômes des fruits constituent un des facteurs principaux de l'intérêt que leur porte le consommateur; l'appétence de celui-ci, son attirance pour les fruits qui représentent parmi les aliments une classe de grande valeur sont conditionnés par le stimulus olfactif qui précède normalement le stimulus gustatif.

Or, la transformation des fruits en produits alimentaires de bonne conservation, si elle étend la période de consommation, a souvent pour effet d'en altérer ou d'en atténuer l'arôme; celui-ci est en général très volatil et disparaît en partie ou en totalité dans les opérations successives de la transformation, surtout si les fruits sont soumis à une évaporation ou une dessiccation.

L'intérêt de la récupération des arômes sur les fruits ou en cours de transformation industrielle est de séparer et préserver ces matières volatiles avant leur disparition, afin de pouvoir les réincorporer par la suite dans l'aliment.

Pour les fruits, l'application industrielle est relativement récente. Ce rapport fait état des exposés généraux sur la question, parus depuis 1958, puis des travaux de laboratoire où l'opération de récupération et purification des arômes doit obligatoirement précéder les travaux d'analyse des constituants de ces produits; ce sont d'ailleurs les progrès réalisés au laboratoire qui conditionnent les progrès de l'industrie.

Ensuite on envisage des travaux particuliers effectués sur les produits aromatiques récupérés sur les fruits, en excluant tout ce qui se rapporte à l'analyse des constituants; puis on passe à la description des appareillages effectivement utilisés dans l'industrie, et aux brevets et procédés particuliers. Enfin quelques applications industrielles illustrent l'intérêt des réalisations nouvelles dans ce domaine particulier.

S u m m a r y

RECENT ADVANCES IN THE RECOVERY OF FRUIT AROMAS

P. DUPAIGNE (PARIS)

The aromas of fruits are one of the main factors of the consumer's interest in them; his appetite for them, his attraction towards fruits, this very valuable kind of food are dependent upon an olfactive stimulus that normally precedes the gustatory one.

Now, although the processing of fruits into a roof of good keeping quality extends their shelf life, it often also alters, or attenuates, their aroma; this latter is highly volatile and disappears, partly or totally, during the processing treatments especially if the fruits are submitted to evaporation or drying.

The objective of the recovery of aromas from fruits, fresh or processed, is to isolate and preserve these volatile substances before their disappearance, in order to re-incorporate them later into the food.

As regards fruits, the industrial application is a matter of the last few years. This report reviews the studies on this subject published since 1958, and laboratory investigations of the recovery of aromas and their purification that should precede the analysis of the constituents of these products; after all it is the laboratory advances that make possible progress on an industrial scale.

Works on the aromatic products recovered from the fruits have also been studied, with the exception of the analysis of the constituents, and a description of equipment effectively used in the industry as well as of patents and special processes, given. Examples of some industrial applications illustrate the new achievements in this particular field.

Z u s s a m e n f a s s u n g

NEUESTE FORTSCHRITTE AUF DEM GEBIET DER
RÜCKGEWINNUNG VON FRUCHTAROMA

P. DUPAIGNE (PARIS)

Aus den Ergebnissen des Berichtes geht hervor, dass Fruchtpulver nach Atomisierung oder Lyophilisierung einen namhaften Teil der flüchtigen Verbindungen verloren haben und dass es immer möglich ist, einen Teil mittels vorheriger Aromarückgewinnung und anschliessender Anreicherung dieser Aromastoffe durch Rektifizier — oder andere Verfahren, getrennter Konservierung und schliesslich Wiedergabe, zurückzuerhalten.

Es ist schwer vorauszusehen, wie sich die Verfahren der Aromarückgewinnung in den nächsten 10 Jahren entwickeln. Der Fortschritt scheint durch die Gesetzgebung aus einer Zeit, in der diese Technik noch nicht existierte, und durch die Konkurrenzgefahr der künstlichen Stoffe, für den Fall der frei gegebenen Aromazuführung, gehemmt zu sein. Trotzdem erfahren die technologischen Rückgewinnungsverfahren ständige Verbesserungen, wovon der Bericht zeugt, welcher nur die Arbeiten der letzten 5 oder 6 Jahre berücksichtigt. Es ist demnach ausser Zweifel, dass die Rückgewinnung der natürlichen Aromastoffe einen Fortschritt auf diesem Gebiet darstellt.

Р е з ю м е

НОВЕЙШИЕ ДОСТИЖЕНИЯ В ОБЛАСТИ ВОССТАНОВЛЕНИЯ
АРОМАТА ПЛОДОВ

П. ДЮПЕНЬ (ПАРИЖ)

Исходя из результатов, приведенных в докладе, можно утверждать, что плоды в порошкообразном состоянии, полученные путем распылительной сушки или путем лиофилизации, теряют значительную часть своих летучих компонентов и что представляется возможным частичное их восстановление (рекуперация). Для этого требуется предварительная экстракция ароматических веществ, обогащение их путем ректификации или другим способом, отдельное их хранение, а затем добавление вновь в продукт.

В настоящее время нельзя предвидеть, как будет через 10 лет выглядеть промышленность рекуперации фруктовых ароматов. Можно предполагать, что ее развитие будут тормозить постановления, принятые в период, когда эта отрасль еще не существовала и конкурентный рост производства синте-

тических продуктов, в том случае конечно, если вторичная ароматизация будет допускаться. С другой стороны технологические процессы рекуперации будут все более многочисленны и совершенны — доказательством этого является настоящий доклад, в котором рассматриваются работы, проведенные только за последние пять лет — и в конце концов прогресса не удастся затормозить, а рекуперация натуральных ароматов несомненно является прогрессом в интересующей нас области.