

Les cinquièmes journées du Centre de Recherche sur l'aromatisation Grenoble, 11 et 12 octobre 1974

R. HUET*

Le Centre de Recherches sur l'Aromatisation de Grenoble est animé par Mme le Professeur VERAÏN de la Faculté de Pharmacie de Grenoble, le Professeur ROUZET de la Faculté de Pharmacie de Nantes et le Professeur TRAISNEL de la Faculté de Pharmacie de Lille. Chaque année, les universitaires, pharmaciens et industriels, dont les travaux touchent de près ou de loin à l'aromatisation, sont conviés à écouter des exposés et à participer à des discussions portant sur un thème général. En 1973 (Fruits, vol. 28, n°12, p. 889-891) il s'agissait de réglementation. Cette année les divers aspects du contrôle des substances aromatisantes ont été abordés.

La première journée a été plus spécialement consacrée à l'analyse sensorielle et la deuxième journée au contrôle analytique.

ANALYSE SENSORIELLE

«Physiologie de la gustation et de l'olfaction».

MAC LEOD, Professeur au Collège de France.

Les découvertes les plus récentes concernant la perception des odeurs et du goût sont exposées avec beaucoup de clarté et de simplicité par le Professeur MAC LEOD.

Par la mesure de la réponse électrique des récepteurs olfactifs à l'excitation d'une molécule odorante, on a observé que seules réagissent certaines terminaisons nerveuses, situées pour chaque odeur en des points précis de la muqueuse olfactive. On en a déduit une théorie du codage topographique de l'excitation, chaque odeur étant identifiée par sa carte d'activation. Cette carte est précisée et le message clarifié à chaque étage nerveux parcouru par le stimulus olfactif avant d'arriver au cerveau.

Dans le cortex existent des zones de recouvrement entre perceptions olfactives et gustatives, ce qui explique les associations faites entre les deux sensations.

Les récepteurs olfactifs détruits peuvent être régénérés, à l'inverse des autres cellules nerveuses. A la suite d'une opération ou d'une maladie, le patient peut perdre le sens de l'olfaction et le récupérer quelque temps après.

D'après le schéma de SHALLENBERGER, les molécules seraient sucrées ou amères suivant leur conformation et l'occurrence de liaisons hydrogène intermoléculaires. Les travaux de MAC LEOD ont montré qu'il y a une multiplicité de récepteurs de goût sucré ou de goût amer suivant les molécules. Exemple : les récepteurs du duodénum qui déclenchent la production d'insuline.

A la suite de cet exposé une discussion s'est ouverte sur la «fatigue olfactive» et l'explication des odeurs métalliques. Pour ces dernières on émet l'hypothèse de réactions intermédiaires avec l'air ou le mucus olfactif.

«Les huiles essentielles utilisées comme substances aromatisantes et les Pharmacopées française et européenne».
P. DUQUESNOIS, Doyen de la Faculté de Pharmacie de Strasbourg.

Les normes qui caractérisent les huiles essentielles dans chaque Pharmacopée nationale et les méthodes d'essais qui s'y rapportent ont force de loi dans les pays correspondants. La Pharmacopée européenne qui s'élabore actuellement a pour objet d'unifier les différentes normes nationales des pays membres. Après rectification, les normes européennes remplaceront les monographies nationales et deviendront obligatoires.

«Analyse sensorielle et méthodologie».
DEPLEDT.

En analyse sensorielle une méthode générale doit être mise en oeuvre pour pouvoir s'appliquer à tous les cas et être rigoureuse. Ce sont les techniques qui s'adaptent à chaque cas particulier.

La méthode tient compte :

- des propriétés perceptibles des produits analysés,
- de ce qui est réellement perçu par le jury de dégustation,
- des conditions de la perception. Il faut se méfier en particulier des associations sensorielles, par exemple couleur-saveur :

* - IFAC-GERDAT. Laboratoire de Biochimie appliquée. Faculté des Sciences et Techniques du Languedoc. Place Eugène Bataillon, 34060 Montpellier Cédex.

le bleu et le salé
le rose et le sucré
le jaune et l'acide
le brun et l'amer.

On utilisera des techniques bien codifiées pour accéder à la connaissance de la matière aromatisante, de son support, des réactions de vieillissement.

Les méthodes de comparaison par paires, par paires multiples, sont évoquées et leurs mérites respectifs donnent lieu à une discussion générale.

«La Normalisation appliquée à l'analyse sensorielle et aux substances aromatisantes».

CASTAN, Directeur du Service de l'Agriculture à l'AFNOR.

La normalisation répond à une nécessité technique en établissant des règles pour produire, dans les meilleures conditions de rendement, un objet apte à l'emploi, et à une nécessité commerciale en facilitant les échanges par la définition des produits. La norme est un document de référence servant de base de contrat. L'AFNOR, Association française de Normalisation, a été créée en 1926. Association privée, elle est reconnue d'utilité publique. Elle centralise et coordonne tous les travaux et études concernant la normalisation. Elle gère la marque NF, représente la France auprès du Comité européen (CEN) et auprès de l'Organisation internationale de Normalisation (ISO). Elle publie des normes homologuées, obligatoires pour le secteur public, des normes enregistrées facultatives et des normes expérimentales, enfin des fascicules de documentation.

Les normes couvrent un certain nombre d'aspects.

La terminologie, pour faciliter la compréhension et les échanges, c'est ainsi qu'il existe une nomenclature des huiles essentielles et une nomenclature des épices; une norme sur le vocabulaire utilisé en analyse sensorielle.

Les spécifications. Huiles essentielles et épices sont définies par leurs caractères physiques et chimiques. Il existe encore peu de spécifications organoleptiques car les méthodes de contrôle de ces spécifications sont à peine élaborées.

Les méthodes d'échantillonnage et d'essais. Ces méthodes s'élaborent avec l'aide de commissions de spécialistes. En analyse sensorielle on s'attache à la normalisation de méthodes générales et, le cas échéant, à l'élaboration de méthodes spécifiques. Un document sur une méthode de détermination de l'acuité gustative et un document sur la méthode de comparaison par paires ont vu le jour. D'autres essais, triangulaires, duo-trio, de classement, sont à l'étude, ainsi qu'un document général sur la méthodologie.

La normalisation doit constamment moderniser les normes existantes, compléter les domaines étudiés et défricher de nouveaux domaines. Cette tâche immense exige de vastes moyens. L'avenir dira dans quelle mesure l'AFNOR aura pu y faire face.

«Exemples récents d'analyse sensorielle appliquée aux produits alimentaires».

DAVENAS (Alimentation-Expansion), Nantes.

A l'aide de son expérience personnelle le conférencier fait part du point de vue du fabricant de produits alimentaires sur l'intérêt de l'analyse sensorielle.

Pour les fabricants de produits alimentaires, cassoulets, viandes en sauce, légumes cuisinés, le recours à l'analyse sensorielle est indispensable.

La mise au point d'une recette nécessite la préparation d'un produit témoin et la comparaison avec ce produit jusqu'à obtenir une similitude compatible avec les impératifs de la fabrication.

Par la suite, il est nécessaire de «suivre» le produit, c'est-à-dire d'assurer une continuité de ses qualités organoleptiques. Toute modification de la recette, par exemple l'utilisation d'un arôme d'une autre provenance, demande une nouvelle mise au point des dosages.

Il faut également suivre le produit au cours de son entreposage pour éviter toute dégradation vicieuse.

Toute analyse sensorielle se fait en trois points :

- la mise en condition du jury,
- le jugement proprement dit,
- la discussion des jugements.

«L'analyse sensorielle et la bière»

TRAISNEL.

Dans le cadre du CERTIA, à Lille, un groupement de brasseries a organisé des séances d'analyse sensorielle dans le but d'améliorer la qualité des bières. Au cours de ces séances le jury a pu faire les observations suivantes.

Conditions d'analyse. La bière doit être dégustée toujours à la même température : 8°C. Les différentes bières comparées doivent avoir le même titre en CO₂. Entre deux dégustations il est avantageux d'alterner avec du pain frais. Une dilution de 10 p. cent avec de l'eau fait ressortir l'amertume.

Le test par paire donne des réponses très significatives car le jury est sensible aux petites modifications. Le test triangulaire est plus fin, mais la détection de saveurs insolites nécessite un entraînement du jury. En moyenne les seuils de détection pour ces saveurs sont les suivants :

Phénols	1 à 5 ppm
Mercaptan	0,1 à 0,5 ppm
Acétaldéhyde	1 à 10 ppm
Diacétyl	0,2 ppm

«Expérience dans le domaine du médicament».

VERAIN.

Le concept d'aromatization se présente de façon différente pour l'industriel alimentaire et le pharmacien. Le premier utilise un arôme se rapprochant le plus possible de ce qui existe dans la nature. Son but est de rendre une préparation

et quelquefois insupportable de la molécule active. Il convient donc de dégager une méthodologie d'aromatization propre au médicament.

Le pharmacien doit avoir une bonne connaissance des aromatisants et de leur support. Les fournisseurs de produits aromatiques sont les mêmes pour l'alimentation et pour la pharmacie. Mais, s'il existe des milliers d'aromatisants alimentaires, le pharmacien utilisera seulement des arômes «codex», peu nombreux, ou bien des préparations aux caractéristiques analytiques et toxicologiques satisfaisantes. Il faut également tenir compte des préférences du marché. Une étude de marketing a permis de dresser le tableau suivant :

Préférences olfactogustatives pour le médicament français :

agrumes (surtout sous forme d'huiles essentielles)	28 p. cent
fruits rouges	17
menthe ou menthol	13
fruits divers (mirabelles, abricots, etc.)	11
vanille ou éthyl vanilline	9
caramel	6
anis ou anéthole	4
cacao	3
réglisse	2
aromates - épices	2
café	1
divers (grenadine, curaçao, pomme coco, girofle)	4

On envisage trois grandes étapes dans la correction de la saveur :

- l'édulcoration éventuelle,
- le masquage de la saveur désagréable,
- l'aromatization proprement dite.

L'édulcoration est très utilisée pour sa double action couvrante, saveur sucrée et viscosité, cette dernière pouvant être renforcée par l'ajout d'agent viscosant, gomme arabique, méthylcellulose, alginate.

Le masquage. Le produit édulcoré est soumis à l'analyse sensorielle. Si le seuil d'acceptabilité n'est pas atteint on a recours au masquage.

Ce but peut être atteint par la mise sous forme différente de la préparation et par le recours aux produits à forte saveur couvrante : cannelle, menthol.

L'aromatization est très simplifiée, chaque formule de spécialité recevant une solution aromatique particulière.

Le contrôle de l'aromatization s'exerce à deux niveaux : le contrôle physicochimique destiné à tester la présence d'un aromatisant et à mesurer sa permanence sur un laps de temps qui peut atteindre cinq ans - les contrôles olfactogustatifs faisant appel à l'analyse sensorielle par un jury «d'acceptabilité pharmaceutique». Une méthode efficace consiste à réaliser un profil gustatif. L'intensité de la sensation est mesurée en fonction du temps (en secondes). On obtient ainsi un graphique permettant de mesurer l'intensité d'une sensation et sa permanence. Suivant le profil de la molécule incriminée, on choisira un arôme masquant

convenable (figure 1).

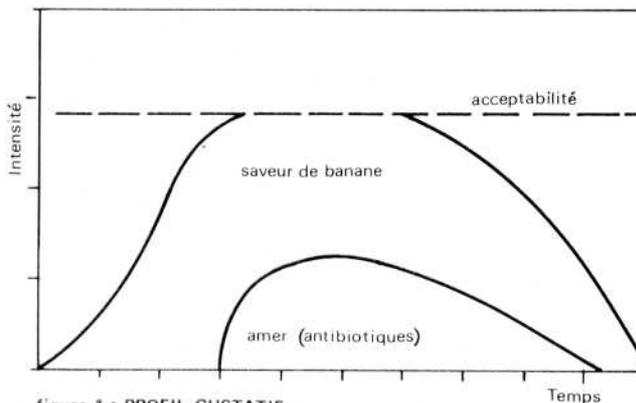


figure 1 • PROFIL GUSTATIF.

Toutefois l'arôme recouvrant sera adapté à la posologie du médicament. Les dosages ne sont pas les mêmes si la préparation est absorbée deux fois par jour ou tous les deux jours par exemple.

C'est par l'avance qu'il a pris dans le domaine du contrôle que le pharmacien apporte sa plus grande contribution à la science de l'aromatique.

«Les arômes obtenus par la réaction de Maillard». ADRIAN, maître de recherche au CNRS.

Les réactions entre sucres réducteurs et acides aminés conduisent à la production de composés volatils odorants. Ces réactions peuvent naître au cours de l'entreposage, mais elles sont accélérées et intensifiées par la chaleur. Néfastes quand il s'agit de conserver des produits fragiles comme les jus de fruits, elles accompagnent de façon heureuse la cuisson ou la torréfaction de produits alimentaires : l'arôme du pain frais, du café.

On observe des réactions de :

- scission qui aboutissent à la formation de diacétyle, de pyruvaldéhyde, d'éthanol
- déshydratation interne, génératrice de furfurole ou d'hydroxyméthylfurfurole
- déshydratation modérée, qui donnent des réductions et des déhydroréductones.

Ces produits des dégradations se polymérisent en donnant des mélanoïdines. Par ailleurs les α dicétones provenant des déhydroréductones réagissent à nouveau sur les acides aminés pour donner naissance aux aldéhydes de Strecker et par polymérisation aux pyrazines.

Dans une réaction de Maillard le choix de l'acide aminé réagissant est déterminant pour l'arôme produit. La proline et la leucine, présentes dans la farine, sont responsables de l'arôme de croûte fraîche de pain. Il existe également une corrélation entre la teneur en acides aminés libres de l'arachide et la saveur du produit grillé. La phénylalanine et la leucine des fèves de cacao sont directement responsables de l'arôme de cacao après «torréfaction». Dans les viandes

grillées les aldéhydes réagissant avec les acides aminés libres proviennent des acides gras dégradés par la cuisson.

Ces réactions peuvent être contrôlées en laboratoire pour donner naissance à des arômes synthétiques de chocolat, de viande cuite, par exemple.

LE CONTRÔLE ANALYTIQUE DES SUBSTANCES AROMATISANTES

«L'analyse instrumentale et la connaissance des substances aromatiques».
CHAVANNE (SPECIA).

Le conférencier dresse un tableau des méthodes chimiques de déterminations quantitatives exprimées en indices, et des méthodes plus récentes de fractionnement et de séparation par distillation ou chromatographie. En tant que praticien il indique les techniques qui lui ont donné de bons résultats, en particulier dans le domaine du fractionnement. En chromatographie gazeuse les identifications (présumées) sont faites par mesure du temps de rétention relatif à celui du décanal. Des composés typiques sont mentionnés, le butyrate d'éthyle qui donne la note orange sanguine, le butyrate de géranyle, intéressant dans l'arôme citron.

«Le contrôle de qualité dans l'industrie des matières premières aromatisantes».
L. PEYRON (LAUTIER Fils).

Le Service Contrôle de qualité d'un établissement se voit proposer, soit des produits nouveaux, soit des produits habituellement reçus. La qualité s'estime en fonction de l'utilisation du produit et, en deuxième plan, en fonction de son prix. Le conférencier définit les objectifs du contrôle de qualité, les méthodes et les moyens. La décision finale concernant le produit testé est du ressort d'un homme apte à juger et à définir un compromis entre les qualités et les inconvénients que peut présenter le produit. L'importance de l'échantillonnage est soulignée, ainsi que celle des échantillons étalons qui se dégradent rapidement et doivent être constamment renouvelés. Les différentes sortes de contrôles, analytiques, sensoriels, bactériologiques, rendement, ont chacune leur importance, mais c'est le résultat du contrôle sensoriel qui pèse le plus lourd dans le jugement du chef de contrôle. Bien organisé, le contrôle de qualité permet de détecter à temps les erreurs de fabrication, de livraison, de mélange et les fraudes éventuelles sur les produits achetés. Vu de cette façon il constitue une aide importante apportée à l'ensemble des fonctions d'approvisionnement, de production, de développement et de vente.

«Le contrôle au Laboratoire central du Service de la Répression des Fraudes».
THEVENOT, Inspecteur général à la Répression des Fraudes.

Quelques chiffres pour situer l'importance de ce Service : il existe en France cinq laboratoires d'Etat et trente laboratoires agréés, dont le plus important est celui de Massy avec

cent-vingt chimistes et techniciens, qui contrôlent trente mille échantillons par an. La proportion de non-conformes est de 15 p. cent.

On pratique de moins en moins de prélèvements de sondage pris au hasard et l'échantillonnage se fait surtout à la suite de renseignements donnés par les inspecteurs dans leurs rapports.

Les méthodes d'analyse sont mises au point et adoptées par commissions. Le cas échéant elles sont officialisées en tenant compte des textes de l'AFNOR et de la C.G. DUMAS.

«Le contrôle des substances aromatisantes alimentaires en Suisse».

BERNER, Président de la Commission des Substances aromatisantes, Genève.

La Commission des substances aromatisantes étudie les points suivants :

- la définition des substances aromatisantes, les solvants et les supports
- la liste des substances non utilisables et, pour les autres, les limites d'utilisation
- les méthodes analytiques pour les constituants naturels ou de synthèse
- la rédaction de monographie pour l'Industrie alimentaire concernant les épices, les légumes odoriférants : céleri, oignon, ail et les essences de fruits.
- différents dispositifs d'extraction des arômes sont présentés.

«Mesure de l'intensité aromatique des essences d'agrumes»
R. HUET (IFAC).

A partir des agrumes, oranges, citrons, mandarines, pomelos, on extrait à froid l'huile essentielle de zeste puis, au cours de la concentration des jus industriels, l'huile essentielle de jus et des essences aqueuses. Les huiles essentielles et les essences sont utilisées dans l'industrie alimentaire et dans l'industrie pharmaceutique. A l'inverse des huiles essentielles, facilement mesurables et dosables, les essences aqueuses sont d'un emploi moins simple car il est difficile de doser leur intensité aromatique ; les termes «concentrés 100 fois ou 200 fois» signifiant simplement qu'un litre d'essence provient de la concentration de 100 ou 200 litres de jus de fruits.

On fait l'inventaire des méthodes actuelles d'analyses dont nous ne donnerons pas ici le détail, le texte de cette conférence devant être prochainement publié dans la revue «FRUITS».

«L'analyse des produits volatils dans les produits pharmaceutiques»
DROUET et ROUZET.

Après un exposé général du Professeur DROUET, ROUZET étudie le cas des pertes de matières volatiles, camphre et eucalyptol, dans des suppositoires. Les produits pharmaceutiques se différencient des produits alimentaires par le fait qu'ils doivent conserver leur intégralité plusieurs années

Dans le cas choisi on enregistra une perte de 40 à 50 p. cent des matières volatiles en trois mois si le produit n'est pas emballé. Dans le produit emballé le même effet ne se fait sentir qu'au bout de trois ans.

«Table ronde sur quelques applications dans les laboratoires de l'industrie pharmaceutique avec la collaboration des représentants des laboratoires : Nicholas, Servier, Specia, Sophartex, Theraphix.

Modérateur : Professeur TRAISNEL.

Par suite de l'heure, cette table ronde a été quelque peu écourtée. Nous répercutons à nos lecteurs quelques-unes des réflexions les plus marquantes :

Le pharmacien a tendance à utiliser des matières aromatiques de synthèse car les matières premières naturelles sont trop variables dans leur composition. De plus, les huiles essentielles d'agrumes par exemple sont sujettes à une dénaturation très rapide. On préfère des essences «reconsti-

tuées». 10 p. cent des arômes utilisés sont des huiles essentielles pures, 90 p. cent sont des arômes composés. En général les arômes de Citrus sont fixés sur poudre, ceci explique la rapidité de leur dénaturation.

La pratique de l'analyse sensorielle est contraignante et il n'est pas toujours facile de réunir un jury, car les molécules testées peuvent produire des sensations repoussantes et rémanentes, surtout les amers. Par ailleurs leur toxicité est à considérer, Madame VERAÏN cite le cas du LSD, lors de sa découverte.

Si le rôle de Mme le Professeur VERAÏN et de MM. les Professeurs ROUZET et TRAISNEL dans l'organisation de ces journées a pu sembler discret, il n'en a pas moins été remarquablement efficace. C'est à tous les niveaux, pratique, technique et scientifique, que leur activité s'est déployée pour l'intérêt et la satisfaction de tous. Nous les en remercions bien vivement.

