



HAL
open science

Interactions physico-chimiques et sensorielles dans le yaourt brassé aromatisé: quels impacts respectifs sur la perception de la texture et de la flaveur?

Enkelejda Paci Kora

► To cite this version:

Enkelejda Paci Kora. Interactions physico-chimiques et sensorielles dans le yaourt brassé aromatisé: quels impacts respectifs sur la perception de la texture et de la flaveur?. Autre [q-bio.OT]. INAPG (AgroParisTech), 2004. Français. NNT : 2004INAP0005 . tel-00005733

HAL Id: tel-00005733

<https://pastel.hal.science/tel-00005733>

Submitted on 30 Nov 2004

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



INSTITUT NATIONAL AGRONOMIQUE PARIS-GRIGNON

Ecole doctorale ABIES

Unité Mixte de Recherche Génie et Microbiologie des Procédés Alimentaires (INRA–INA PG)

THESE

Pour obtenir le grade de

Docteur de l'Institut National Agronomique Paris-Grignon

Discipline : Science des Aliments

par

Enkelejda PACI KORA

**Interactions physico-chimiques et sensorielles dans le yaourt brassé
aromatisé : quels impacts respectifs sur la perception de la texture
et de la flaveur ?**

Directeur de thèse

Michèle MARIN

Soutenue le 16 janvier 2004

Jury

| | | |
|--------------------|--------------------------|---|
| Rapporteurs | N. CAYOT C. DACREMONT | <i>Maître de conférence, ENESAD, Dijon</i> <i>Professeur, ENSBANA, Dijon</i> |
| Membres du jury | A. VOILLEY I. CAYEUX | <i>Professeur, ENSBANA, Dijon</i> <i>Docteur, Firmenich SA, Genève</i> |
| Directeur de thèse | M. MARIN | <i>Professeur, Institut National Agronomique Paris-Grignon</i> |

Remerciements

Ce travail de recherche a été réalisé au sein de l'Unité Mixte de Recherche de Génie et Microbiologie des Procédés Alimentaires (UMR GMPA) de Grignon. Je tiens à remercier son directeur, Monsieur Georges Corrieu, de m'y avoir accueillie.

Un grand merci à Michèle Marin (Professeur, INA P-G) d'avoir accepté de diriger ce travail. Merci à elle pour ses conseils avisés, notamment lors de la rédaction de ce manuscrit.

Que mes vifs remerciements aillent à Isabelle Souchon (Chargée de recherche, INRA), Nathalie Martin (Maître de conférences, INA P-G) et Eric Latrille (Ingénieur de recherche, INRA) pour leur encadrement et leur soutien tout au long de cette thèse. En particulier, je remercie Isabelle Souchon pour ses conseils scientifiques et pour sa bonne humeur, Nathalie Martin de m'avoir transmis sa passion pour l'analyse sensorielle et Eric Latrille pour son aide précieuse pour la fabrication des yaourts brassés et la modélisation des transferts.

J'exprime ma reconnaissance à Nathalie Cayot (Maître de conférence, Etablissement National d'Enseignement Supérieur Agronomique de Dijon) et Catherine Dacremont (Professeur, Ecole Nationale d'Enseignement Supérieure de Biologie Appliquée à la Nutrition et à l'Alimentation de Dijon), qui me font l'honneur d'être les rapporteurs de cette thèse. Je remercie également Andrée Voilley (Professeur, ENSBANA) et Isabelle Cayeux (Chercheur, Firmenich) pour avoir accepté d'être membres du jury de cette thèse.

Un grand merci à Anne Saint-Eve qui, dans le cadre de son DEA, a contribué de façon significative à ce travail. Je la remercie également pour son amitié, son soutien et l'ambiance très chaleureuse qui a régné dans notre bureau.

Je tiens également à remercier toutes les personnes du laboratoire qui, par leur aide technique ou leur simple présence amicale (Stéphanie, Benjamin, Fabrice, Haythem ...), ont contribué au bon déroulement de cette thèse. Que les participants des séances d'analyses sensorielles soient remerciés pour leur disponibilité et leur application.

Je remercie du fond du cœur, Roland et ma famille qui m'ont soutenue, encouragée et motivée toute au long de ce travail. Que Roland soit remercié pour sa patience et son aide précieuse en informatique, particulièrement lors des derniers mois de rédaction de la thèse.

RESUME

Une approche intégrée physico-chimique et sensorielle a été mise en oeuvre pour étudier la nature des interactions texture-flaveur dans un produit laitier fermenté aromatisé sans matière grasse de type yaourt brassé.

L'influence de l'ajout de l'agent de texture et d'un traitement mécanique sur la rétention des composés d'arôme de différentes classes chimiques, dans les yaourts brassés, a été quantifiée en conditions d'équilibre à 4°C. Ces deux facteurs de variation des propriétés rhéologiques du yaourt affectent peu la volatilité des molécules, comparés à l'augmentation de la rétention des aldéhydes par les protéines lactières et l'effet "salting out" des sucres sur les esters. De plus, les expériences conduites en conditions dynamiques montrent que ni le coefficient de transfert de chaleur, ni le coefficient de diffusion du composé d'arôme ne sont affectés par les modifications de la composition ou des propriétés rhéologiques du yaourt.

L'influence des mêmes variations de composition et de propriétés rhéologiques des yaourts, ainsi que celle de la concentration en composés d'arôme sur la perception de texture et de flaveur ont été examinées en présence ou en absence de la perception olfactive. Dans un deuxième temps, l'impact de la qualité et complexité aromatique sur la perception de texture et de flaveur a été étudié par trois méthodes sensorielles différentes. La perception olfactive augmente le caractère "astringent" des yaourts. La concentration en formule aromatique ou sa complexité chimique diminue la perception du descripteur épais en bouche. Les yaourts sont perçus plus épais quand ils sont aromatisés avec des notes "grasses" et plus fluides quand ils sont aromatisés avec des notes "vertes". Les yaourts épaissis ont été notés moins intenses en note "pomme verte" que ceux ne contenant pas d'épaississant. Or, la concentration en composés d'arôme n'affecte pas les propriétés rhéologiques du yaourt et la concentration du stimulus olfactif, déterminée en conditions statiques et dynamiques, n'est que très légèrement affectée par la présence de l'épaississant. Ces résultats tentent à montrer l'existence d'interactions sensorielles texture/flaveur.

Mots Clés : interaction texture/flaveur, yaourt brassé, libération, rétention, rhéologie, perception sensorielle, arôme, épaississant

ABSTRACT

Texture-flavour interactions in low fat flavoured stirred yogurts were investigated through a physicochemical and sensory approach.

The influence of thickening agent and mechanical treatment on the retention of aroma compounds among different chemical class, by stirred yogurts, was quantified under equilibrium conditions. These two factors had a little influence on aroma compound retention, compared to the decreasing effect of the dairy protein concentration on aldehyde retention and the “salting out” effect of carbohydrates on esters. Moreover, experiments in dynamic condition showed that heat and mass transfer coefficients were not influenced by the composition or by the rheological properties of the yogurt.

The influence of the same variations of composition and rheological properties of yogurts, and the influence of the concentration of aroma compounds on the perception of texture and flavour were investigated in the presence and in the absence of olfactory perception. Besides, the impact of olfactory qualities and of the complexity of the flavouring agent on texture and flavour perceptions were investigated by three different sensory methodologies. Olfactory perception enhanced yogurt astringency. Increasing flavouring agent concentration or the complexity of the flavouring agent tended to decrease thickness in mouth. Yogurts with fatty notes were judged to be thicker than those presenting green notes. The addition of thickening agent depressed green apple notes. But the flavoring agent concentration did not significantly influenced the rheological properties of yogurts and the olfactif stimulus concentration, determined in static or dynamic conditions, is almost not dependant on thickening agent addition. Thus, these observations lead to conclude to texture/flavour interactions.

Keywords: texture/flavour interaction, stirred yogurt, release, retention, rheology, sensorial perception, flavour, thickening agent

LISTE DES COMMUNICATIONS LIEES A CE TRAVAIL

Publications

Paci E., Latrille E., Marin M., Martin N., Souchon I. 2003. Interactions between matrix and aroma compounds in flavoured fermented milks. Physicochemical and sensory approaches. *In* Flavour research at the dawn of the twenty-first century. Proceedings of the 10th Weurman Flavour Research Symposium. Le Quere, J. L. & Etiévant, P. (ed.). Tec & Doc et Intercept Scientific Technic Publisher.

Kora E. P., Latrille E., Souchon I., Martin N. 2003. Texture – flavor interactions: How mechanical treatment, thickener concentration and flavorant concentration affect perceived texture and flavour of low fat stirred yogurt. *Journal of Sensory Studies*, 18, 367-390.

Saint-Eve A., Paci Kora E., Martin N. 2004. Impact of flavour quality and complexity on the texture of low fat stirred yogurts assessed by three different sensory methods. *Food Quality and Preference* (Sous presse).

Kora E. P., Souchon I., Latrille E., Martin N., Marin M. 2004. Composition Rather Than Viscosity Modifies the Aroma Compound Retention of Flavored Stirred Yogurt. *Journal of Agriculture and Food Chemistry* (Sous presse).

Communications orales

Paci. E. 2001. Interactions agent de texture - perception aromatique. Point bibliographique. Communication au colloque du Réseau INRA Interactions Texture Flaveur (Nantes, Janvier 2001)

Paci. E. 2001. Interactions texture – flaveur, cas du yaourt brassé. Interactions physico-chimiques. Communication au colloque du Réseau INRA Interactions Texture Flaveur (Dijon, Octobre 2001).

Paci E., Latrille E., Marin M., Martin N., Souchon I. 2002. Interactions between matrix and aroma compounds in flavored fermented milks. Physicochemical and sensory approaches. 10th Weurman Flavour Research Symposium, 24-28 juin, Dijon (poster).

Paci. E. 2002. Interactions texture – flaveur dans le yaourt brassé. Approche physico-chimique et sensorielle. Communication au colloque du Réseau INRA Interactions Texture Flaveur (Grignon, Octobre 2002).

Martin N., Paci E., Saint-Eve A., Latrille E., Souchon I. 2003. Texture-flavor interactions in low fat stirred yogurts: how aroma quality and complexity affect texture and flavor perceptions – Fifth Rose Marie Pangborn Memorial Symposium. 20-24 juillet, Boston, USA (présentation orale).

TABLE DES MATIERES

| | |
|--|-----------|
| TABLE DES MATIERES..... | 1 |
| LISTE DES TABLEAUX..... | 5 |
| LISTE DES FIGURES..... | 8 |
| NOMENCLATURE..... | 13 |
| INTRODUCTION GENERALE..... | 17 |
| | |
| CHAPITRE I. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE | 22 |
| | |
| 1. FABRICATION ET CARACTERISATION DU YAOURT BRASSE ECREME | 24 |
| 1.1. <i>Fabrication du yaourt brassé écrémé</i> | 24 |
| 1.1.1. Définition et réglementation..... | 24 |
| 1.1.2. Matières premières et ingrédients | 25 |
| 1.1.3. Diagramme de fabrication du yaourt brassé sans matière grasse..... | 26 |
| 1.2. <i>Structure et comportement rhéologique des yaourts</i> | 28 |
| 1.2.1. Structure des yaourts sans matière grasse..... | 28 |
| 1.2.2. Comportement rhéologique..... | 33 |
| | |
| 2. PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES ET COMPORTEMENT DES COMPOSES D'AROME DANS LES GELS LAITIERS | 36 |
| 2.1. <i>Composés d'arôme</i> | 36 |
| 2.1.1. Les propriétés aux interfaces : équilibres thermodynamiques | 36 |
| 2.1.2. Les propriétés cinétiques : transfert des composés d'arôme | 39 |
| 2.2. <i>Interactions entre composés d'arôme et constituants du yaourt</i> | 41 |
| 2.2.1. Etudes en milieu modèle | 42 |
| 2.2.1.1. Effet des protéines lactières..... | 42 |
| 2.2.1.2. Effet des mono et disaccharides (sucres simples)..... | 45 |
| 2.2.1.3. Effet des agents épaississants | 46 |
| 2.2.2. Etudes des produits laitiers..... | 48 |
| 2.3. <i>Libération des composés d'arôme en conditions dynamiques</i> | 49 |
| | |
| 3. PROPRIETES SENSORIELLES DU YAOURT ET METHODES D'ETUDE DES INTERACTIONS TEXTURE/FLAVEUR..... | 55 |
| 3.1. <i>Qualités organoleptiques des yaourts : arôme, saveur, texture et sensations trigéminales</i> | 55 |
| 3.2. <i>Méthodes sensorielles d'étude des interactions texture-flaveur</i> | 57 |
| 3.2.1. Méthodes discriminatives..... | 57 |
| 3.2.2. Méthodes descriptives | 58 |
| 3.2.2.1. Analyse descriptive quantitative..... | 58 |

| | |
|---|-----------|
| 3.2.2.2. Autres méthodes descriptives | 63 |
| 3.2.3. Méthode non verbale : procédure de tri | 66 |
| 4. INTERACTIONS ENTRE TEXTURE ET FLAVEUR..... | 67 |
| 4.1. <i>Interactions entre la texture et l'arôme</i> | 68 |
| 4.1.1. Interactions physico-chimiques spécifiques entre agents de texture et composés d'arôme, ayant un impact sur les propriétés sensorielles | 68 |
| 4.1.2. Phénomènes de transfert liés à la concentration en agent de texture, ayant un impact sur la perception olfactive | 72 |
| 4.2. <i>Interactions sensorielles entre perceptions de texture et d'arôme</i> | 75 |
| 4.3. <i>Autres interactions sensorielles</i> | 76 |
| 4.3.1. Interactions entre la texture et la saveur..... | 76 |
| 4.3.2. Interactions entre l'arôme et la saveur | 79 |
| | |
| CHAPITRE II. MATERIELS ET METHODES | 82 |
| | |
| 1. PREPARATION DES MATRICES | 83 |
| 1.1. <i>Fabrication des yaourts brassés aromatisés</i> | 83 |
| 1.1.1. Préparation des matières premières..... | 83 |
| 1.1.2. Fermentation | 84 |
| 1.1.3. Modification de la texture des yaourts..... | 84 |
| 1.1.4. Aromatisation de la matrice | 85 |
| 1.2. <i>Préparation des matrices modèles</i> | 86 |
| | |
| 2. ANALYSES INSTRUMENTALES..... | 87 |
| 2.1. <i>Caractérisation physico-chimique des yaourts</i> | 87 |
| 2.1.1. Mesures des propriétés rhéologiques | 87 |
| 2.1.2. Mesures du pH des yaourts | 88 |
| 2.1.3. Dosage de la composition en composés d'arôme des yaourts | 89 |
| 2.2. <i>Mesures de la rétention et de la libération des composés d'arôme par analyse de l'espace de tête</i> | 89 |
| 2.2.1. Détermination des coefficients de partage gaz/matrice..... | 90 |
| 2.2.1.1. Mises au point méthodologiques | 91 |
| 2.2.1.2. Etude de l'effet des principaux constituants de la matrice laitière : protéines laitières, saccharose et épaississant (Plan d'expériences P1)..... | 94 |
| 2.2.1.3. Etude de l'effet du pH (Plan d'expériences P2)..... | 94 |
| 2.2.1.4. Etude de l'effet de l'épaississant et du traitement mécanique (Plan d'expériences P3)..... | 95 |
| 2.2.2. Cinétique de libération de l'hexanal (Plan d'expériences P4)..... | 95 |
| 2.3. <i>Mesures de la température en bouche et du flux salivaire</i> | 97 |
| 2.4. <i>Analyses statistiques des propriétés physico-chimiques</i> | 97 |

| | |
|---|-----|
| 3. ANALYSE SENSORIELLE | 99 |
| 3.1. <i>Impact du traitement mécanique et de la concentration en épaississant et en formule aromatique sur la perception de la texture et de la flaveur des yaourts (plan d'expériences S1)</i> | 99 |
| 3.1.1. Les sujets..... | 99 |
| 3.1.2. L'environnement de la dégustation..... | 100 |
| 3.1.3. Les produits..... | 100 |
| 3.1.4. Analyse descriptive quantitative | 101 |
| 3.1.4.1. Génération du vocabulaire et élaboration de la liste des descripteurs..... | 101 |
| 3.1.4.2. Entraînement du panel | 101 |
| 3.1.4.3. Organisation des séances du profil | 104 |
| 3.2. <i>Impact de la qualité et de la complexité aromatique sur la texture des yaourts, évaluées par trois différentes méthodes sensorielles (plan d'expériences S2)</i> | 105 |
| 3.2.1. Les sujets..... | 105 |
| 3.2.2. Les produits..... | 105 |
| 3.2.3. Procédure de tri..... | 106 |
| 3.2.4. Profil libre choix | 107 |
| 3.2.5. Analyse descriptive quantitative | 107 |
| 3.2.5.1. Elaboration de la liste des descripteurs | 107 |
| 3.2.5.2. Entraînement du panel | 108 |
| 3.2.5.3. Réalisation du profil sensoriel | 109 |
| 3.2.6. Organisation des séances..... | 109 |
| 3.3. <i>Analyses statistiques des résultats sensoriels</i> | 110 |

CHAPITRE III. RESULTATS ET DISCUSSIONS.....112

| | |
|---|-----|
| 1. LES PROPRIETES RHEOLOGIQUES DES YAOURTS | 114 |
| 1.1. <i>Choix des facteurs technologiques</i> | 114 |
| 1.2. <i>Effet des facteurs retenus : la concentration en épaississant et le traitement mécanique du caillé...</i> | 115 |
| 1.3. <i>Répétabilité et suivis des fabrications pour la mesure des propriétés rhéologiques des yaourts</i> | 117 |
| 2. LA RETENTION DES COMPOSES D'AROME DANS LES MATRICES LAITIERES | 118 |
| 2.1. <i>Effet des protéines laitières, des sucres et de l'épaississant sur la rétention des composés d'arôme par la matrice laitière.....</i> | 118 |
| 2.2. <i>Effet du pH sur la rétention des composés dans le yaourt</i> | 121 |
| 2.3. <i>Effets de l'épaississant et du traitement mécanique sur la rétention des composés d'arôme dans le yaourt</i> | 124 |
| 3. CINETIQUES DE LIBERATION DES COMPOSES D'AROME DANS LES YAOURTS BRASSES | 127 |
| 3.1. <i>Mesures de la température en bouche et de la quantité de salive produite lors de la consommation des yaourts.....</i> | 127 |

| | |
|--|------------|
| 3.2. Thermodépendance de la rhéologie des yaourts | 132 |
| 3.3. Thermodépendance de la volatilité des composés d'arôme | 133 |
| 3.4. Un dispositif expérimental original pour observer les transferts dans des systèmes clos : application à la libération de l'hexanal dans l'eau et dans des yaourts | 136 |
| 3.4.1. Transferts de chaleur | 136 |
| 3.4.2. Transferts de matière | 140 |
| | |
| 4. CARACTERISATION SENSORIELLE DES YAOURTS AROMATISÉS | 147 |
| 4.1. Impact du traitement mécanique, de l'épaississant et de la concentration en formule aromatique sur la perception de la texture et de la saveur des produits..... | 147 |
| 4.1.1. Capacité du panel à discriminer les produits selon les descripteurs de texture et de saveur | 147 |
| 4.1.2. Impact des facteurs de variation des propriétés rhéologiques sur la perception de texture | 149 |
| 4.1.3. Impact de la concentration en formule aromatique sur la perception de l'arôme | 152 |
| 4.1.4. Interactions texture-saveur | 153 |
| 4.1.4.1. Impact de la texture sur la perception de la saveur | 153 |
| 4.1.4.2. Impact de la formule aromatique sur la texture et la saveur | 154 |
| 4.2. Influence de la qualité et de la complexité aromatique sur la texture en bouche des yaourts, évaluées par trois procédures sensorielles..... | 157 |
| 4.2.1. Test de tri | 157 |
| 4.2.2. Profil libre choix | 161 |
| 4.2.3. Analyse quantitative descriptive | 164 |
| 4.2.3.1. Capacité du panel à discriminer les produits selon les descripteurs de texture et de saveur | 164 |
| 4.2.3.2. Impact du traitement mécanique sur la perception de texture | 167 |
| 4.2.3.3. Impact de la formule aromatique sur la perception de l'arôme..... | 168 |
| 4.2.3.4. Interactions texture-saveur | 171 |
| 4.2.4. Quelle méthode sensorielle pour examiner les interactions texture/saveur ? | 175 |
| | |
| 5. DISCUSSION GÉNÉRALE : QUELLE EST LA NATURE DES INTERACTIONS TEXTURE-SAVEUR OBSERVÉES, PHYSICO-CHIMIQUE ET/OU SENSORIELLE ? | 178 |
| | |
| CONCLUSION GÉNÉRALE..... | 185 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES..... | 191 |
| ANNEXES..... | 206 |

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre I : Synthèse bibliographique

| | |
|--|----|
| Tableau I-1 : Principaux composants du lait écrémé (Mietton et al., 1994) | 25 |
| Tableau I-2 : Principales méthodes utilisées pour quantifier les interactions entre les composés d'arôme et les constituants de la matrice alimentaire | 38 |
| Tableau I-3 : Transferts phase homogène/gaz | 40 |
| Tableau I-4 : Transferts en phase hétérogène (émulsion)/gaz, dans une phase homogène et liquide/liquide | 41 |
| Tableau I-5 : Descripteurs, définitions et références, utilisés dans la littérature pour caractériser les perceptions en bouche des yaourts nature | 57 |
| Tableau I-6 : Synthèse des travaux en milieux modèles (aqueux) étudiant l'impact de la texture sur la perception olfactive | 68 |
| Tableau I-7 : Synthèse des travaux étudiant l'impact de la texture sur la perception olfactive de produits alimentaires complexes | 69 |
| Tableau I-8 : Synthèse des travaux en milieu model (aqueux) étudiant l'impact de la texture sur la perception gustative | 76 |

Chapitre II : Matériels et Méthodes

| | |
|---|----|
| Tableau II-1 : Conditions de réalisation des différents niveaux du traitement mécanique | 85 |
| Tableau II-2 : Principales propriétés physico-chimiques des composés d'arôme utilisés pour l'aromatisation des yaourts. | 86 |
| Tableau II-3 : Concentrations des composés d'arôme dans les solutions de propylène glycol, préparées pour les différentes séries d'essais | 86 |
| Tableau II-4 : Plan d'expériences P1. Matrices étudiées pour l'analyse de l'effet des principaux constituants de la matrice laitière sur la rétention des composés d'arôme et la quantification des interactions. | 94 |

| | |
|--|-----|
| Tableau II-5 : Matrices étudiées et conditions opératoires mises en œuvre pour la détermination des cinétiques de transfert de masse (Plan d'expériences P4) | 96 |
| Tableau II-6 : Facteurs testés par ANOVA pour traiter les résultats des plans d'expériences physico-chimiques | 98 |
| Tableau II-7 : Plan d'expériences sensoriel 1 (S1). Niveaux des variables : concentration en épaississant, traitement mécanique et concentration de la formule aromatique | 100 |
| Tableau II-8 : Concentration de chaque composé d'arôme ($\mu\text{L}/\text{kg}$) par niveau de formule aromatique du premier plan d'expériences sensoriel (S1). | 100 |
| Tableau II-9 : Descripteurs retenus lors du premier plan d'expériences (S1) pour la caractérisation des yaourts brassés aromatisés sans matière grasse : références et protocoles de dégustation (PN = avec pince nez). | 101 |
| Tableau II-10 : Produits utilisés pour l'entraînement des sujets à l'évaluation de la texture et de la saveur. | 104 |
| Tableau II-11 : Concentrations des composés d'arôme ($\mu\text{L}/\text{kg}$) dans les 12 yaourts du plan d'expériences sensoriel 2 (S2) | 106 |
| Tableau II-12 : Descripteurs retenus lors du deuxième plan d'expériences (S2) pour la caractérisation des yaourts brassés aromatisés sans matière grasse : références et protocoles de dégustation lors de l'entraînement. | 108 |

Chapitre III : Résultats et Discussion

| | |
|---|-----|
| Tableau III-1 : Variations de la viscosité complexe ($\Delta \eta_0^*$) des yaourts, dues à des modifications de la composition ou de la procédure de fabrication | 114 |
| Tableau III-2 : Propriétés rhéologiques des produits du plan d'expériences sensorielles S1, provenant de différentes fabrications et valeurs de F (Fisher) ainsi que probabilités associées à l'ANOVA à un facteur (fabrication) | 117 |
| Tableau III-3 : Coefficients de partage gaz/liquide des composés d'arôme dans l'eau | 118 |
| Tableau III-4 : Effet de la matrice et des additifs sur la rétention à 4°C des composés d'arôme par rapport à l'eau (ANOVA à un facteur (matrice) et test SNK) | 119 |
| Tableau III-5 : Les coefficients de partage des composés d'arômes pour les yaourts à différents niveaux d'épaississant (0 g/L (0.) et 7 g/L (1.)) et traitement mécanique (faible (.1), moyen (.2) et fort (.3)) ainsi que les intervalles de confiance (T = 4°C) | 124 |

| | |
|---|-----|
| Tableau III-6 : Résultats de l'ANOVA à deux facteurs (épaississant, traitement mécanique avec interaction) : valeurs de P | 125 |
| Tableau III-7 : Température moyenne en bouche pour un panel de 14 sujets lors de la consommation de différents yaourts : fluide (yaourt 03) et épais (yaourt 11) | 129 |
| Tableau III-8 : Quantité de salive produite en bouche pour un panel de 14 sujets lors de la consommation de différents yaourts : yaourt fluide (yaourt 03) et yaourt épais (yaourt 11) | 130 |
| Tableau III-9 : Coefficients des pentes de la fonction $\text{Ln}(\eta^*_0) = f(\text{Température } (^\circ\text{C}))$ correspondantes aux différents modèles testés par le test d'égalité des pentes | 133 |
| Tableau III-10 : Résultats du test d'égalité des pentes de la fonction $\text{Ln}(\eta^*_0) = f(\text{Température } (^\circ\text{C}))$ correspondants aux différents modèles testés | 133 |
| Tableau III-11 : Valeurs de F (Fisher) et probabilités associées des ANOVA à trois facteurs (produit, répétition et sujet) | 148 |
| Tableau III-12 : Valeurs de F (Fisher) et probabilités associées des ANOVA à quatre facteurs : épaississant (E), traitement mécanique (TM), concentration en formule aromatique (FA) et sujet (plan d'expériences S1), sur les descripteurs de texture | 149 |
| Tableau III-13 : Coefficients de corrélation (r) entre les descripteurs sensoriels et les paramètres rhéologiques η^*_0 et η^*_{100} | 151 |
| Tableau III-14 : Nombre de citations des termes utilisés par le panel pour décrire la texture lors de la procédure de tri des six yaourts aromatisés avec un seul composé d'arôme et des 12 yaourts aromatisés avec un seul ou un mélange de composés d'arôme | 159 |
| Tableau III-15 : Corrélations entre les descripteurs individuels et axes GPA | 164 |
| Tableau III-16 : Valeurs de F et probabilités associées à l'ANOVA (produit, sujet) effectuée sur les notes d'intensité de 24 yaourts (12 yaourts TM1 et 12 yaourts TM3) | 167 |

LISTE DES FIGURES

Chapitre I : Synthèse bibliographique

- Figure I-1 : Diagramme de fabrication des yaourts brassés sans matière grasse (Loones, 1994) 26
- Figure I-2 : Modèle de structure de micelle de caséines selon Ono et Obata (1989) 29
- Figure I-3 : Effet du traitement thermique sur la microstructure du yaourt (Kessler, 1998) 30
- Figure I-4 : Structure chimique des pectines (R=CH₃: pectines hautement méthylées; R=H pectines faiblement méthylées) (Doublier *et al.*, 1992) 31
- Figure I-5 : Gélification par le calcium de la pectine LM (Rizzotti, 1994) 31
- Figure I-6 : Polymères d'amylose et d'amylopectine (Boursier, 1994) 31
- Figure I-7 : Microstructure du yaourt obtenue par microscopie électronique a) sans additif b) avec 2% d'amidon de maïs cireux pré-gélatinisé (Tamime et Robinson, 1985) 32
- Figure I-8 : Caractère rhéofluidifiant et thixotrope du yaourt brassé. Evolution de la viscosité apparente d'un échantillon de yaourt brassé soumis à différentes vitesses de cisaillement (Benezech et Maingonnat, 1993) 34
- Figure I-9 : Influence du pH sur les interactions des composés d'arôme avec le caséinate de sodium (5%, T = 40°C) 44
- Figure I-10 : Représentation schématique des étapes de transport des composés d'arôme de la consommation de l'aliment jusqu'à la perception sensorielle 49
- Figure I-11 : Intensité de perception de l'épaisseur, de la saveur sucrée et de l'arôme en fonction de la concentration des solutions en gomme de guar L (Baines et Morris, 1987) 72
- Figure I-12 : Relation entre l'espace occupée par chacune des gommes L (●), M (▲) et H (■) (c. [η]) et l'intensité aromatique des solutions (Baines et Morris, 1987) 73

Chapitre II : Matériels et Méthodes

- Figure II-1 : Représentation schématique de l'installation de traitement thermique du mélange laitier 83
- Figure II-2 : Fermenteur de 7 L utilisé pour la fabrication des yaourts. Positions : a) des sondes de pH et de

température pour le suivi de la fermentation b) du tapis chauffant assurant le maintien à la température de fermentation de 44,5°C c) de l'isolant thermique (mousse élastomère, Pum Plastiques, France). 84

Figure II-3 : Représentation schématique de l'installation de fermentation en fioles (250 mL) et de mesure en ligne du pH (CINAC, Corrieu *et al.* (1988)) : 1) Erlenmeyer; 2) Electrodes de pH (Ingold, Paris, France); 3) Sondes de température; 4) Bain-marie. 84

Figure II-4 : Spatule articulée utilisée pour le décaillage des yaourts. 84

Figure II-5 : Représentation schématique du module cône-plan du rhéomètre (Rheostress RSI, Haake). 87

Figure II-6 : Représentation schématique de l'équipement CPG-FID, avec un passeur automatique CombiPal, utilisé pour les analyses de l'espace de tête (HP6890, Allemagne). 90

Figure II-7 : Evolution de la concentration des composés d'arôme dans le yaourt (sans épaississant/traitement mécanique faible) au cours de sa "stabilisation" à 4°C. 92

Figure II-8 : Variabilité de la détermination du coefficient de partage gaz/matrice pour quatre ratios quantité de produit volume du flacon : 1g/flacon, 2 g/flacon, 5 g/flacon et 10 g/flacon. 92

Figure II-9. Dispositif de chauffage des échantillons et de mesure de la température 96

Chapitre III : Résultats et Discussion

Figure III-1 : Surface de réponse de la viscosité complexe a) à faible contrainte (η^*_0) et b) à forte contrainte 100 Pa (η^*_{100}) des yaourts en fonction de la concentration en épaississant et du traitement mécanique appliqué 115

Figure III-2 : Effet du lait, du saccharose et de l'épaississant sur les coefficients de partage gaz/matrice à 4°C. Les barres correspondent aux intervalles de confiance de détermination des $k_{i, \text{gaz/matrice}}$ 118

Figure III-3 : Effet du pH sur le $k_{i, \text{gaz/yaourt}}$ 122

Figure III-4 : Surface de réponse du coefficient de partage gaz/matrice en fonction de la concentration en épaississant (E) et du traitement mécanique appliqué (TM) 124

Figure III-5 : Température moyenne du yaourt épais (yaourt 11) en bouche pour chaque sujet a) entre 5 à 10 secondes ; b) entre 10 à 30 secondes 128

Figure III-6 : Cercle de corrélation des variables : température du yaourt épais (E_p = yaourt 11) et fluide (F = yaourt 03) en bouche entre 5 et 10 secondes (TYaourtEp5-10, TYaourtF5-10) et entre 10 et 30 secondes (TYaourtEp10-30, TYaourtF10-30), poids de salive produite entre 5 et 10 secondes et entre 10

| | |
|--|-----|
| (PoidsSaliveYFT10, PoidsSaliveYEpT10) et 30 secondes (PoidsSaliveYFT30, PoidsSaliveYEpT30) et poids de yaourt initiale (PoidsYaourtEpT10, PoidsYaourtEpT10, PoidsYaourtFT30, PoidsYaourtFT30) | 130 |
| Figure III-7 : Viscosité complexe moyenne (η^*) des yaourts en fonction de la température et intervalles de confiance | 132 |
| Figure III-8 : Volatilité de l'hexanal à partir d'une solution aqueuse et des yaourts en fonction de la température | 135 |
| Figure III-9 : Cinétique de transfert de chaleur dans l'eau et dans les yaourts, lors de l'application de différents gradients de température [T _{initiale} , T _{finale}] | 136 |
| Figure III-10 : Les constantes thermiques de temps lors de l'application de différents échelons de température [T _{initiale} , T _{finale}] (°C) pour l'eau et de 4°C à 45°C pour les yaourts de propriétés rhéologiques différentes | 138 |
| Figure III-11 : Cinétique de la température (▲) et de la concentration de l'espace de tête en hexanal (◆) du yaourt sans épaississant et avec traitement mécanique fort (yaourt 03) lors de l'échauffement de 4 à 45°C | 140 |
| Figure III-12 : Représentation du transfert de matière monodirectionnel dans le dispositif expérimental (selon Marin <i>et al.</i> (1999a)) | 141 |
| Figure III-13 : Evolution de la concentration de l'hexanal en phase gazeuse déterminée expérimentalement et prédit par le modèle, ainsi que de la concentration dans la couche limite pour la solution aqueuse chauffée de 4°C à 30°C | 143 |
| Figure III-14 : Evolution de la concentration en hexanal de la phase gazeuse déterminée expérimentalement et prédit par le modèle, ainsi que de la concentration dans la couche limite pour la solution aqueuse chauffée de 4°C à 45°C | 143 |
| Figure III-15 : Evolution de la concentration en hexanal de la phase gazeuse déterminé expérimentalement et prédite par le modèle mathématique, ainsi que de la concentration dans la couche limite pour le yaourt sans épaississant/avec traitement mécanique fort (03) chauffé de 4°C à 45°C | 143 |
| Figure III-16 : Evolution de la concentration en hexanal de la phase gazeuse déterminé expérimentalement et prédite par le modèle mathématique, ainsi que de la concentration dans la couche limite, pour le yaourt avec épaississant/avec traitement mécanique faible (11), chauffé de 4°C à 45°C | 143 |
| Figure III-17 : Diffusion de l'hexanal dans le yaourt, lors de l'échauffement de 4°C à 45°C | 144 |
| Figure III-18 : a) Nombre de sujets utilisant chaque descripteur pour discriminer significativement (ANOVA à un facteur, P < 0,1) les produits. b) Nombre de descripteurs utilisés par chaque sujet pour discriminer | |

| | |
|---|-----|
| significativement les produits (ANOVA à un facteur $P > 0,1$) | 147 |
| Figure III-19 : ACP réalisée sur les notations du descripteur épais des 8 produits (individus) par les 10 sujets (variables) | 149 |
| Figure III-20 : Intensités moyennées par niveau de traitement mécanique et résultats du test SNK pour les six descripteurs montrant un effet significatif du traitement mécanique | 150 |
| Figure III-21 : Intensités moyennes et résultats du test SNK pour les descripteurs de texture montrant des différences significatives entre les concentrations en épaississant 0 g/L et 7 g/L | 151 |
| Figure III-22 : Intensités moyennes par produit et résultats du test de Student pour la note pomme verte | 152 |
| Figure III-23 : Intensités moyennes par produit et résultats du test de Student pour la note banane | 152 |
| Figure III-24 : Intensités moyennes et résultats du test de Student de l'arôme pomme verte pour les couples de produits variant uniquement en concentration en épaississant 0 g/L et 7 g/L | 154 |
| Figure III-25 : Intensité de l'astringence des huit yaourts du plan d'expériences S1, évalués avec et sans pince nez | 155 |
| Figure III-26 : Intensités moyennes par produit et résultats du test de Student pour le descripteur de texture épais montrant un effet concentration en formule aromatique significatif | 156 |
| Figure III-27 : Solution MDS tridimensionnelle résultant du tri selon la texture des six produits TM1 aromatisés avec un seul composé d'arôme | 158 |
| Figure III-28 : Intensité moyenne du caractère épais des produits aromatisés avec les composés purs | 159 |
| Figure III-29 : Solution MDS tridimensionnelle résultant du tri selon la texture des 12 yaourts TM1 aromatisés avec un seul (H, T2H, PE, AA, OC, DI) ou un mélange des composés d'arôme (H-AA, H-OC, AA-OC, M3, M5, M6) | 160 |
| Figure III-30 : Intensité moyenne du caractère épais des produits aromatisés avec les composés purs et les mélanges | 161 |
| Figure III-31 : a) Nombre des sujets utilisant chaque descripteur b) Nombre de descripteurs utilisés par chaque sujet pour décrire les produits | 162 |
| Figure III-32 : Premier plan factoriel du consensus des produits de GPA effectué sur les évaluations de texture du profil libre choix des 12 yaourts | 163 |

| | |
|---|-----|
| Figure III-33 : a) Nombre de sujets utilisant chaque descripteur pour discriminer significativement les produits (ANOVA à un facteur, $P < 0,05$). b) Nombre de descripteurs utilisés par chaque sujet pour discriminer significativement les produits (ANOVA à un facteur, $P < 0,05$) | 165 |
| Figure III-34 : ACP réalisée sur les notations du descripteur nappant pour les 24 produits (individus) par les 16 sujets (variables). Produits à texture maximum (TM1) et minimum* (TM3) | 166 |
| Figure III-35 : Notation et résultats du test SNK des produits TM3 (*) et TM1 pour les descripteurs de texture discriminants : épais, collant, lisse et crémeux | 167 |
| Figure III-36 : Intensité moyenne de la note beurre des 24 produits (12 TM1 et 12 TM3) et résultats du test SNK | 169 |
| Figure III-37 : Premier plan factoriel de l'ACP sur les notations du QDA des 12 produits soumis à TM1 | 170 |
| Figure III-38 : Premier plan factoriel de l'ACP sur les notations de l'analyse descriptive des 12 produits TM3 | 171 |
| Figure III-39 : Notation et résultats du test SNK des produits TM3 (*) et TM1 pour la saveur sucrée | 172 |
| Figure III-40 : Notation et résultats du test SNK des produits TM3 (*) et TM1 pour la saveur acide | 172 |

Chapitre IV : Conclusion générale

| | |
|---|-----|
| Figure IV-1. Effets de la formulation sur la perception sensorielle des yaourts brassés sans matière grasse | 189 |
|---|-----|

NOMENCLATURE

| | |
|----------------------------------|---|
| A | Surface de l'interface liquide/gaz (m^2) |
| a_{therm} | Constante thermique de temps (s^{-1}) |
| Bi | Nombre de Biot (-) |
| C(t) | Concentration en fonction du temps ($kg.m^{-3}$) |
| c^* | Concentration critique ($g.L^{-1}$) |
| c. $[\eta]$ | Espace occupé par le polymère |
| C_i^{matrice} | Concentration du composé i dans la matrice ($g.m^{-3}$) ou ($mg.L^{-1}$) |
| C_i^{gaz} | Concentration du composé i dans la phase gazeuse en équilibre avec la matrice ($g.m^{-3}$) |
| $C'_{i,l}$ | Concentration du composé dans la phase liquide ($kg.m^{-3}$) ou ($mg.kg^{-1}$) |
| C_∞ | Concentration à l'infini ($kg.m^{-3}$) |
| c_b | Concentration en macromolécules |
| Ci | Concentration du composé i ($kg.m^{-3}$) ou ($mg.kg^{-1}$) |
| D | Coefficient de diffusion du composé d'arôme dans la phase liquide ($m^2.s^{-1}$) |
| D_i | Coefficient de diffusion de i dans la solution ($m^2.s^{-1}$) |
| F | Nombre de Fischer |
| Fo | Nombre de Fourier (-) |
| g | Constante d'accélération ($m.s^{-2}$) |
| h | Coefficient de transfert de chaleur par convection au niveau de l'interface gaz/produit ($W.m^{-2}.K^{-1}$) |
| I_{max} | Intensité maximale du descripteur (-) |
| J(t) | Flux du composé d'arôme ($kg.m^{-2}.s^{-1}$) |
| J_i | Densité de flux du constituant i ($kg.s^{-1}$) |
| $K_{mol}^{\text{air / matrice}}$ | Coefficient de partage du composé i entre l'air et la matrice (-), rapport de fraction molaire |
| k | Constante de Boltzman (-) |
| K_b | Constante de liaison macromolécule/composé d'arôme (-) |
| k_g | Coefficient de transfert par convection dans la phase gazeuse ($m.s^{-1}$) |
| $k_{i,\text{gaz/eau}}$ | Coefficient de partage gaz eau pour le composé i (-) |
| $k_{i,\text{gaz/matrice}}$ | Coefficient de partage gaz matrice pour le composé i (-) |
| $k_{i,\text{gaz/yaourt}}$ | Coefficient de partage gaz yaourt pour le composé i (-) |

| | |
|------------------|--|
| Log P | Log du Coefficient de partage octanol/eau |
| m_i | Quantité de matière (kg) |
| n | Indice d'écoulement (-) |
| P_i^{sat} | Pression de vapeur saturante du composé i à la température du système (Pa) |
| P^{Tot} | Pression totale dans le système (Pa) |
| r | Rayon de la molécule (m) |
| R | Epaisseur de la couche de transfert (m) |
| Ra | Nombre de Rayleigh (-) |
| S | Section de surface (m ²) |
| T | Température (K) |
| t | Temps (s) |
| T | Température à l'instant t (°C) |
| T ₀ | Température initiale (°C) |
| T _∞ | Température à l'équilibre (°C) |
| T _{max} | Temps correspondant à l'intensité maximale (s) |
| T _{tot} | Durée de la perception (s) |
| x_i | Fraction molaire du composé i dans la matrice (mol/mol) |
| y_i | Fraction molaire du composé i dans l'air (mol/mol) |
| V | Volume phase gazeuse (m ³) |
| Z | Constante qui dépend du nombre de Biot (-) |

Alphabet Grec

| | |
|----------------|--|
| α | Diffusivité thermique dans le produit (m ² .s ⁻¹) |
| β | Coefficient de dilatation thermique (K ⁻¹) |
| $\dot{\gamma}$ | Vitesse de cisaillement (s ⁻¹) |
| γ_i | Coefficient d'activité du composé i dans la matrice (-) |
| η | Viscosité dynamique de la solution (Pa.s) |
| η_a | Viscosité apparente à la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ (Pa.s) |
| η^*_0 | Viscosité complexe à faible contrainte (Pa.s) |
| η^*_{100} | Viscosité complexe à contrainte 100 Pa (Pa.s) |
| θ^* | Température réduite (-) |

| | |
|-----------|---|
| λ | Conductivité thermique du produit ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) |
| μ | Viscosité (Pa.s) |
| ν | Viscosité cinématique ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$) |
| τ | Contrainte de cisaillement (Pa) |
| τ_0 | Seuil d'écoulement (Pa) |

Abréviations

| | |
|---------|---|
| AA | Acétate d'amyle |
| ACP | Analyse en Composantes Principales |
| AFC | Analyse factorielle des correspondances |
| ANOVA | Analyse de variances |
| API | Atmospheric Pressure Chemical Ionisation |
| CMC | Carboxy methyl cellulose |
| CPG | Chromatographe en phase gazeuse |
| CPG-FID | Chromatographie en phase gazeuse – Détecteur à ionisation de flamme |
| DE | Degré d'estérification |
| DI | Diacétyle |
| E | Epaississant |
| EPICS | Experimental Physic and Industrial Control System |
| GPA | Analyse procustéenne généralisée |
| GPC | Generalized Procustre Composant |
| H | Hexanal |
| HM | Pectines hautement méthylées |
| HPC | Hydroxy propyle cellulose |
| HPMC | Hydroxy propyle méthyle cellulose |
| LM | Pectines faiblement méthylées |
| LUMO | Lowest Unoccupied Molecular Orbital |
| M | Molaire |
| MDS | Multidimensional Scaling |
| Mg | Moyenne géométrique |
| MS | Matière sèche |
| OC | γ -octalactone |
| P | Probabilité |

| | |
|---------------|---|
| PE | Pentanoate d'éthyle |
| PN | Pince – Nez |
| ppb | Milligrammes par tonne |
| ppm | Milligrammes par kilogramme |
| Produit (ijk) | i = niveau de concentration en épaississant (0 = sans, 1 = 7 g/L) ; j = niveau de traitement mécanique (1 = faible, 2 = moyen, 3 = fort) ; k = niveau de concentration en formule aromatique (1, 2, 3, 4) |
| PRV | Phase Ratio Variation |
| PTR | Proton Transfert Reaction |
| QDA | Analyse descriptive quantitative |
| QFP | Quantitative Flavor Profiling |
| RMN | Résonance magnétique nucléaire |
| SM | Spectromètre de Masse |
| SNK | Test de comparaisons multiples de Student-Newman-Keuls |
| T2H | Trans-2-hexenal |
| TM | Traitement mécanique |
| TM1, 2, 3 | Traitement mécanique faible, moyen, fort |
| ΔI | Variation d'intensité |

INTRODUCTION GENERALE

Les produits laitiers frais fermentés, comme le yaourt, sont des aliments de grande consommation dans de nombreux pays. La dynamique actuelle du marché des denrées alimentaires oblige les industriels à formuler constamment de nouveaux produits. Ainsi, l'intérêt récent des consommateurs pour des produits allégés en matière grasse a conduit à l'utilisation d'ingrédients tels que des agents de texture, ou des épaississants ou encore des gélifiants. Or, toute variation de la composition de l'aliment entraîne une modification de sa structure, de ses propriétés rhéologiques et de ses caractéristiques sensorielles, notamment de la texture en bouche et de l'arôme, qui déterminent largement l'acceptabilité des produits. Un changement de composition et de texture de la matrice nécessite la recherche d'une nouvelle aromatisation des produits. La formulation de nouveaux aliments reste encore empirique et, de ce fait, est longue et coûteuse. Dans ce contexte, une meilleure connaissance des mécanismes physico-chimiques et sensoriels qui régissent la perception sensorielle est recherchée pour tendre vers une formulation raisonnée de ces produits.

La perception de l'arôme d'un aliment résulte de la stimulation des récepteurs olfactifs par les composés odorants présents dans le produit. Ces composés sont de petites molécules, appartenant à un grand nombre de familles chimiques, dont la propriété commune est d'être volatile. Ces petites molécules, même si elles sont présentes en faible concentration dans le produit, ne sont pas neutres vis-à-vis de la matrice alimentaire. Les interactions avec les différents constituants de la matrice déterminent, pour partie, leur libération vers la phase gazeuse, vecteur de la molécule d'arôme vers les récepteurs olfactifs. Des facteurs physiologiques prennent également part à la perception sensorielle. Ainsi, la mastication, la dilution par la salive, l'échauffement du produit ou encore le débit respiratoire vont affecter la

perception (Guinard *et al.*, 1997 ; Buettner, 2002 ; van Ruth et Roozen, 2000). De nombreux mécanismes physiques et physico-chimiques régissent la concentration en stimulus olfactif. Mais, la consommation d'un produit implique également la stimulation simultanée de plusieurs sens, comme par exemple celle des mécanorécepteurs, responsables de la perception de la texture en bouche. Les interactions sensorielles peuvent donc également intervenir entre les différentes modalités de perception (Noble, 1996 ; Rolls, 2001).

Ainsi la perception de la flaveur d'un produit intègre de nombreuses étapes qui sont regroupées en deux catégories. La première concerne le produit et les mécanismes physico-chimiques et physiques responsables de la génération du stimulus à l'origine du signal sensoriel. La deuxième catégorie caractérise le sujet consommant le produit, et intègre de nombreux facteurs tant physiologiques que cognitifs liés au sujet lui-même. Une meilleure compréhension de la perception et en particulier des interactions entre la texture et l'arôme d'un produit est donc indispensable, afin d'identifier l'importance des interactions tant physico-chimiques que sensorielles pour la formulation de nouveaux produits.

Dans la littérature, de nombreuses recherches ont été conduites sur les interactions composés d'arôme/matrice ou texture/flaveur (arôme et saveur), mais essentiellement sur des systèmes modèles. Ainsi, il ressort que les constituants majeurs du yaourt, protéines lactières et sucres, interagissent avec les composés d'arôme, induisant une augmentation ou une diminution de leur volatilité, en fonction de leur classe chimique et de leurs propriétés thermodynamiques tels que la polarité et l'hydrophobicité (Solms *et al.*, 1973 ; Landy *et al.*, 1995 ; Fischer et Widder, 1997 ; Jouenne et Crouzet, 2000). Des interactions spécifiques entre les agents de texture et les molécules odorantes ont également été soulignées (Godshall et Solms, 1992 ; Arvisenet *et al.*, 2002). De plus, la libération des composés pendant la consommation peut être limitée par les propriétés rhéologiques de la matrice (Harrison et

Hills, 1997 ; Bakker *et al.*, 1998 ; Nahon *et al.*, 2000). Par ailleurs, des études sensorielles montrent que l'ajout des agents de texture entraîne une diminution de l'intensité de perception des descripteurs d'arôme ou de saveur, mais cet effet est dépendant du couple composé d'arôme / agent de texture (Pangborn et Szczesniak, 1974 ; Jaime *et al.*, 1993 ; Yven *et al.*, 1998 ; Guinard et Marty, 1995) et des propriétés rhéologiques de la matrice (Moskowitz et Arabie, 1970 ; Izutsu *et al.*, 1981 ; Baines et Morris, 1987). De nombreuses explications sont avancées par les auteurs pour représenter les mécanismes, mais rares sont les études couplant effectivement les analyses physico-chimiques et sensorielles, ce qui rend alors difficile la validation des hypothèses. Cependant, des travaux récents ont mis en évidence que les analyses physico-chimiques, effectuées en ligne lors de la consommation de solutions aqueuses ou de différents gels, ne peuvent pas expliquer les différences sensorielles perçues, ce qui tendrait à souligner l'existence d'interactions sensorielles (Hollowood *et al.*, 2002 ; Weel *et al.*, 2002). De plus, les études sont aujourd'hui conduites pour l'essentiel sur des matrices modèle et non sur des produits réels (Guichard *et al.*, 1991 ; Cayot *et al.*, 2000), ce qui rend difficile l'exploitation sensorielle en raison de la faible acceptation des produits modèles par le panel sensoriel. Il apparaît donc nécessaire de conduire des études couplant analyses physico-chimiques et sensorielles, et ce sur des produits alimentaires complexes (Lee *et al.*, 1995 ; Brennan *et al.*, 2002).

Dans ce contexte, le travail présenté dans ce mémoire vise une meilleure compréhension de la nature des interactions texture – flaveur dans un produit réel ciblé, le yaourt brassé aromatisé. Pour ce faire, une double approche, fondée sur des caractérisations physico-chimiques et sensorielles, a été mise en œuvre. L'impact de variations maîtrisées des propriétés rhéologiques, induites par des modifications de la composition et/ou de la fabrication des yaourts, sur la volatilité et sur la cinétique de libération dans l'air d'une

gamme de composés d'arôme a été étudié. En parallèle, l'influence de ces facteurs opératoires (formulation et procédé) et de la concentration en formule aromatique ou de la qualité et complexité de l'aromatisation sur la perception sensorielle a été examinée selon plusieurs méthodologies d'analyses sensorielles. L'ensemble de ces démarches expérimentales a été mis en place pour identifier l'importance relative des mécanismes physico-chimiques et sensoriels.

Hormis l'introduction et la conclusion, le manuscrit, résultat de ce travail, est donc organisé en trois grands chapitres.

Le premier chapitre consiste en une synthèse bibliographique sur les interactions composés d'arôme/matrice et texture/flaveur, par référence à la matrice laitière choisie. En premier lieu, la fabrication et la caractérisation du produit cible de cette étude, le yaourt brassé aromatisé, sont présentées. Après un rappel des principales méthodes de mesure des propriétés physico-chimiques, les données bibliographiques sur la rétention et la libération des composés d'arôme en présence des constituants caractéristiques du yaourt ont été rassemblées. Les méthodes sensorielles d'étude des interactions texture-flaveur sont ensuite décrites. De l'état des connaissances des interactions relevées dans la littérature, ressort clairement l'intérêt de la double approche physico-chimique et sensorielle.

Dans le deuxième chapitre sont alors exposés le large éventail des matériels et les méthodes mis en œuvre dans le cadre du travail expérimental. Les techniques de caractérisation des propriétés rhéologiques et physico-chimiques sont détaillées. Les systèmes d'observation, en conditions d'équilibre et en dynamique, et les protocoles expérimentaux sont précisés. Plusieurs méthodes d'évaluation sensorielle des produits sont abordées dans cette étude dont la perception olfactive dissociée de la perception de texture par l'utilisation

d'un pince nez. Une attention particulière a été portée à la description des principes et des choix qui président chacune des méthodes afin que l'exploitation des données en soient facilitées.

Les résultats sont ensuite développés dans un troisième chapitre où ils sont discutés en cinq étapes. Tout d'abord est présentée la caractérisation rhéologique des produits qui débouche sur le choix de deux facteurs de variation des propriétés rhéologiques : la concentration en épaississant et le traitement mécanique. La deuxième étape porte sur l'étude, à l'équilibre thermodynamique, de l'effet de ces facteurs opératoires et des constituants du yaourt sur la volatilité de composés d'arôme appartenant à différentes classes chimiques. La libération d'un des composés d'arôme, en condition dynamique, est alors exploitée dans une troisième partie. La caractérisation sensorielle des mêmes produits aromatisés à différentes concentrations en formule aromatique est ensuite développée dans une quatrième partie. L'effet de la complexité et de la qualité aromatique sur la perception de la texture y est traité. Enfin, dans une cinquième et dernière partie, une discussion fondée sur l'ensemble des résultats physico-chimiques et sensoriels permet de faire la synthèse sur les interactions texture-flaveur identifiées.

Chapitre I.

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

La synthèse bibliographique a pour objectif de présenter les différents résultats de la littérature qui aideront à une meilleure compréhension de la nature des interactions entre la texture et la flaveur dans les produits laitiers fermentés. Elle se divise en cinq parties principales.

La première partie s'intéresse à la définition du produit cible pour l'ensemble de notre étude expérimentale, le yaourt brassé sans matière grasse, à sa composition, sa fabrication et sa caractérisation structurale et rhéologique.

La deuxième vise à renseigner sur les aspects théoriques et méthodologiques de l'étude du comportement des composés d'arôme dans une matrice, en conditions statique et dynamique. Peu de travaux étant mené sur les produits laitiers, un état des connaissances sur l'impact de chaque constituant important du yaourt sur la rétention des composés d'arôme est présenté. Enfin, les études concernant la libération des composés en conditions dynamiques, plus proches des conditions de perception lors de la consommation des produits, sont exposées.

La suite du chapitre intègre la perception sensorielle. Cette troisième partie s'intéresse donc à la caractérisation sensorielle des yaourts et aux méthodes mises en œuvre pour étudier les interactions entre sens. Enfin, la dernière partie est consacrée à un état de l'art sur les interactions texture-flaveur. Il en ressort la nécessité d'une approche couplant analyses physico-chimiques et sensorielles pour comprendre le rôle respectif des mécanismes physico-chimiques et sensoriels sur la perception sensorielle.

1. FABRICATION ET CARACTERISATION DU YAOURT BRASSE ECREME

1.1. FABRICATION DU YAOURT BRASSE ECREME

1.1.1. Définition et réglementation

Dans la législation française, la dénomination "yaourt" ou "yoghourt" est réservée aux laits fermentés obtenus par le développement des seules bactéries lactiques *Lactobacillus delbrueckii* sous-espèce *bulgaricus* et *Streptococcus thermophilus*, qui doivent êtreensemencées simultanément et trouvées vivantes dans le produit à raison d'au moins 10^7 bactéries.g⁻¹. La quantité d'acide lactique libre ne doit pas être inférieure à 0,8 g/100 g lors de la vente au consommateur (Mahaut *et al.*, 2000). L'ajout d'additifs (agent de texture, etc..) dans les yaourts est autorisé par la réglementation de la majorité des pays européens, mais pas en France. Dans ce cas, les produits sont appelés "produits laitiers frais fermentés". Lors de cette étude, bien que des agents de texture soient ajoutés aux produits, seule la dénomination yaourt (au sens européen) sera retenue pour faciliter la lecture.

En fonction de la technologie de fabrication, les yaourts sont divisés en deux groupes :

- **yaourts fermes**, dont la fermentation a lieu en pots. Ce sont généralement des yaourts nature ou aromatisés.
- **yaourts brassés**, dont la fermentation a lieu en cuve avant le conditionnement. Ce sont généralement des yaourts brassés nature ou aux fruits.

Le yaourt est un produit laitier connu depuis l'antiquité, mais les premières productions industrielles datent seulement de 1919. En France, l'industrie du yaourt a connu un grand essor dans les années 70-80 (Janniaux *et al.*, 2000), passant d'une production de 150 000 T dans les années 60, à 600 000 T à la fin des années 80. Les yaourts et les produits fermentés frais, identifiés comme aliments bénéfiques pour la santé, sont aujourd'hui des produits de grande consommation. Ainsi, selon une enquête du Centre National Interprofessionnel de l'Economie Laitière (CNIEL), la production de yaourts et d'autres laits fermentés ne cesse de croître et est parvenue à 1 435 993 T en 2002. La dynamique actuelle

de ce marché oblige donc les industriels à formuler sans cesse de nouveaux produits laitiers frais.

1.1.2. Matières premières et ingrédients

La principale matière première pour la fabrication des yaourts est *le lait* dont, pour l'essentiel, le lait de vache. Il est constitué d'environ 88% d'eau et de 12 % de matière sèche contenant des glucides, des protéines, des lipides et des minéraux (Tamime et Robinson, 1985). L'objet de cette étude étant les yaourts sans matière grasse, nous allons nous limiter à la composition du lait écrémé (tableau I-1). Après l'eau, les constituants les plus abondants sont les glucides, essentiellement représentés par le lactose. Les principaux constituants protéiques sont les caséines (82%). La β -lactoglobuline est la protéine sérique la plus abondante (45%).

Tableau I-1. Principaux composants du lait écrémé (Mietton *et al.*, 1994)

| | Composition moyenne du lait écrémé (g/kg) |
|--|---|
| Eau | 912 - 903 |
| Carbohydrates (essentiellement lactose) | 50 - 52 |
| Caséines | 22 - 28 |
| Protéines sériques (ou lactosérum) (essentiellement β -lactoglobuline) | 7 - 8 |
| Sels + autres constituants | 8 - 9 |

Afin d'augmenter la viscosité apparente et la consistance des yaourts (Schkoda *et al.*, 2001 ; Van Marle, 1998), la teneur en matière sèche du lait écrémé utilisé est augmentée au préalable jusqu'à 10-12%. Après concentration (par évaporation ou osmose inverse) ou, plus fréquemment, addition de poudre de lait écrémé ou de protéines de lactosérum (Mahaut *et al.*, 2000), on parle alors de *lait écrémé fortifié ou enrichi*.

Dans le cas des yaourts brassés sans matière grasse, des *agents de texture* (épaississants ou gélifiants) sont souvent ajoutés. Ils améliorent l'apparence, la viscosité et la consistance des yaourts. Les additifs les plus fréquemment utilisés sont : la gélatine, les alginates, les celluloses, les amidons, les carraghénanes et les pectines. Leur concentration est

déterminée en fonction de leur pouvoir épaississant et leur pouvoir gélifiant. Dans certains cas, la réglementation fixe les quantités maximales autorisées.

Les fruits dans les yaourts sont apportés sous forme de préparations de fruits avec ou sans sucres ajoutés. Les agents de texture, incorporés dans la préparation de fruit, participent également à l'amélioration de la texture des yaourts. Les fruits les plus consommés sont les fruits rouges et les fruits exotiques.

1.1.3. Diagramme de fabrication du yaourt brassé sans matière grasse

La fabrication des yaourts, à partir du lait enrichi, se fait en trois étapes principales : a) le traitement thermique ; b) la fermentation ; c) le conditionnement et le stockage (figure I-1).

a) Traitement thermique

Le lait enrichi, éventuellement sucré, subit un traitement thermique. Le barème de traitement thermique le plus couramment utilisé est de 90-95°C pendant 3 à 5 minutes (Mahaut *et al.*, 2000 ; Boudier, 1990). Ce traitement a de multiples effets sur la flore microbienne ainsi que sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles du lait. Tout d'abord, il crée des conditions favorables aux développements des bactéries lactiques. Il détruit les germes pathogènes et indésirables (Boudier, 1990) et inactive des inhibiteurs de croissance tels que les lactopéroxydases (Farkye et Imafidon, 1995). De même, il réduit les sulfures toxiques et entraîne la production d'acide formique qui est un facteur de croissance pour *L. bulgaricus* (Loones, 1994). Le traitement thermique a également un effet sur la conformation tridimensionnelle des protéines, induisant la modification de leurs propriétés fonctionnelles. Il dénature la majorité des protéines du lactosérum (85%) qui se fixent ainsi sur les molécules de caséines. Enfin, il modifie les équilibres salins, entraînant une augmentation de la taille des micelles de caséines, de leur stabilité et de la quantité d'eau liée (Mahaut *et al.*, 2000).

Au niveau rhéologique, ces modifications se traduisent par une amélioration après fermentation de la fermeté des gels (Kalab *et al.*, 1976 ; Mottar *et al.*, 1989). De plus, le traitement thermique entraîne une production plus importante d'acétaldéhyde, le composé responsable de l'arôme "yaourt" (Singh, 1983).

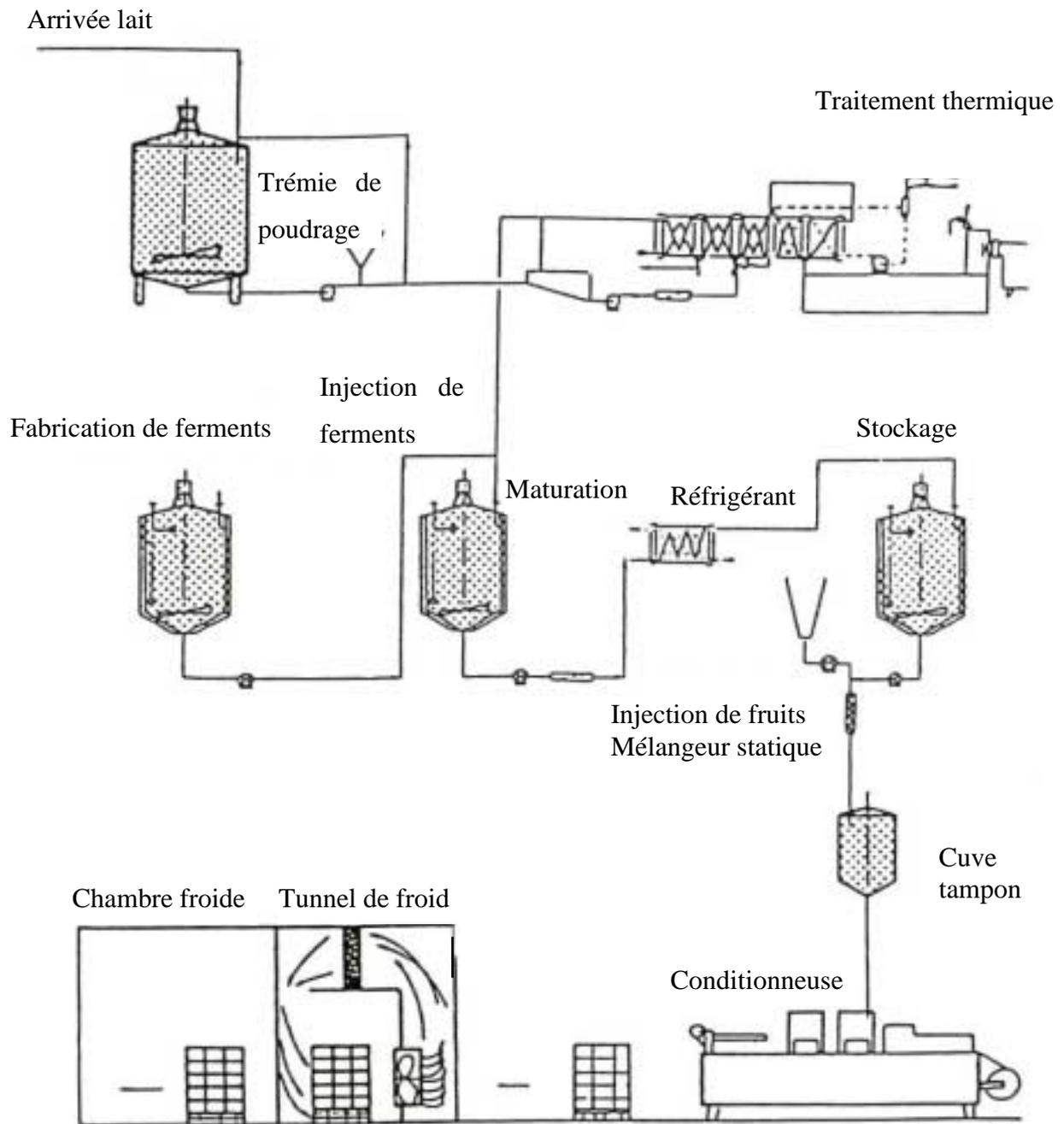


Figure I-1. Diagramme de fabrication des yaourts brassés sans matière grasse (Loones, 1994).

b) Fermentation lactique

Le lait, enrichi et traité thermiquement, est refroidi à la température de fermentation, 40-45°C. Cette température correspond à l'optimum de développement symbiotique des bactéries lactiques (Loones, 1994). Leur inoculation se fait à un taux assez élevé, variant de 1% à 7%, pour un ensemencement indirect à partir d'un levain avec un ratio *Streptococcus thermophilus/Lactobacillus bulgaricus* de 1,2 à 2 pour les yaourts nature, et pouvant atteindre 10 pour les yaourts aux fruits (Boudier, 1990 ; Mahaut *et al.*, 2000). L'ensemencement direct à partir de bactéries lactiques concentrées congelées se fait à des taux de l'ordre de 0,03%. Les deux espèces *Streptococcus thermophilus* et *Lactobacillus bulgaricus* vivent en symbiose et en synergie. Lors de leur croissance, elles dégradent le lactose en acide lactique, entraînant une baisse du pH et la gélification du milieu avec des modifications structurales irréversibles. En outre, ces bactéries produisent des composés carbonylés volatils (l'acétaldéhyde, le diacétyl, l'acétoïne, l'acétate d'éthyle) (Imhof *et al.*, 1994 ; Ott *et al.*, 1997) et des exopolysaccharides (Cerning *et al.*, 1990) qui participent, respectivement, à l'élaboration de l'arôme et de la texture des yaourts.

Lorsque le pH atteint une valeur comprise entre 4,7 et 4,3, un refroidissement en deux temps (rapide jusqu'à 25°C, puis plus lent jusqu'à 5°C) est appliqué afin de stopper la fermentation. En effet, l'activité des bactéries lactiques est limitée pour des températures inférieures à 10°C (Tamime et Robinson, 1985). Avant refroidissement, un brassage peut être réalisé selon différentes techniques : par passage du caillé au travers d'un filtre ou d'un tamis, ou encore, par simple agitation mécanique dans la cuve. Ce traitement permet d'améliorer l'onctuosité du produit et de réduire la synérèse due à l'exsudation du lactosérum. Le refroidissement est réalisé au moyen d'échangeurs à plaques ou tubulaire (Mahaut *et al.*, 2000) où le yaourt subit également un traitement mécanique par cisaillement.

c) Conditionnement et stockage

L'ajout éventuel des fruits intervient avant le conditionnement. Enfin, les yaourts, conditionnés dans des pots en verre ou en plastique, sont stockés en chambres froides à 4°C en passant au préalable dans des tunnels de refroidissement. A ce stade, ils sont prêts à être consommés. La durée limite de leur consommation est de 28 jours.

Pendant le stockage, les bactéries lactiques maintiennent une activité réduite. Cette évolution, appelée post-acidification, se traduit par une légère baisse du pH, surtout pendant les 2 premiers jours de stockage.

1.2. STRUCTURE ET COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES YAOURTS

La transformation du lait en yaourt s'accompagne de la mise en place d'une structure complexe et d'un changement important des propriétés rhéologiques en passant d'un liquide newtonien à un gel viscoélastique à déstructuration non réversible. Les additifs et les étapes du procédé de fabrication jouent également un rôle majeur sur le comportement rhéologique du yaourt qui sera apprécié par le consommateur.

1.2.1. Structure des yaourts sans matière grasse

a) Gélification acide

Les structures principales impliquées lors de gélification acide du lait sont les micelles de caséine. En effet, dans le lait, les différents types de caséines (α_{S1} -, α_{S2} -, β - et κ) s'associent pour former des micelles, de structure sphérique supramoléculaire et de diamètre moyen 150 nm. Différents modèles théoriques de l'organisation micellaire sont proposés dans la littérature (Cayot et Lorient, 1998). Les auteurs s'accordent néanmoins sur une structure générale très hiérarchisée (figure I-2). La micelle est composée d'un cœur hydrophobe essentiellement constitué de caséines α et β . Les κ - caséines, dont la partie terminale est très hydrophile et chargée négativement, sont situées à la surface des micelles et assurent le maintien en suspension dans la phase aqueuse en constituant une sorte de chevelure. La micelle possède un degré d'hydratation élevée. La structure micellaire est maintenue grâce à des liaisons faibles, des ponts salins impliquant le calcium ou le phosphate de calcium et des groupements phosphoryles ou carboxyles de certaines chaînes latérales des caséines, ainsi que des interactions hydrophobes.

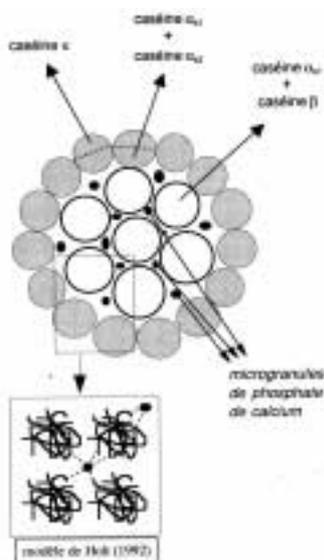


Figure I-2. Modèle de structure de micelle de caséines selon Ono et Obata (1989).

Lors de la baisse du pH, due à la fermentation lactique, les micelles de caséines subissent des changements substantiels. Le déplacement de l'équilibre acido-basique entraîne une diminution progressive de la charge ionique des micelles qui devient nulle. En parallèle, une solubilisation du phosphate de calcium micellaire est observée, entraînant la dissolution de la structure micellaire. Par la suite, la solubilité des caséines se trouve fortement diminuée, ainsi que leur capacité d'hydratation. Le pH auquel commence la gélification du lait dépend de la température et des prétraitements thermiques du lait (Tamime et Robinson, 1985). En dessous d'un pH de 5,5, lorsque la majorité des ions calcium et phosphate ont quitté la micelle, celle-ci reste encore visible au milieu d'une quantité croissante de très petites particules jusqu'à ce qu'un pH de 5,2 soit atteint (Heertje *et al.*, 1985 ; Visser *et al.*, 1986). Pour des pH plus bas, des particules de caséines se créent à nouveau par la formation des liaisons hydrophobes, hydrogènes et électrostatiques. Bien qu'elles ressemblent aux micelles de caséines initiales, elles sont plus grosses et très différentes à cause de l'absence de phosphate de calcium. Les particules ainsi formées constituent un réseau donnant naissance à un gel retenant la phase aqueuse. A un pH inférieur au point isoélectrique des caséines (pH = 4,60), le réseau se stabilise et n'évolue pratiquement plus. Pendant la phase de coagulation, les caséines entraînent avec elles les protéines sériques.

La microstructure du yaourt est fonction de la concentration en matière sèche (Schkoda *et al.*, 1998 ; Van Marle, 1998), de la méthode d'enrichissement du lait (Tamime *et al.*, 1984), du traitement thermique (Kessler, 1998) mais aussi des souches bactériennes

utilisées et de leur capacité à synthétiser des polysaccharides exocellulaires (EPS), augmentant la viscosité du gel (Hassan *et al.*, 1995). Ainsi, les travaux de Kessler (1998) montrent que les micelles de caséines d'un yaourt fabriqué à partir de lait chauffé forment des chaînettes bien liées entre elles, tandis qu'elles forment des agrégats dans un yaourt fabriqué à partir de lait non chauffé (figure I-3). Cette différence est essentiellement due au comportement des β -lactoglobulines.

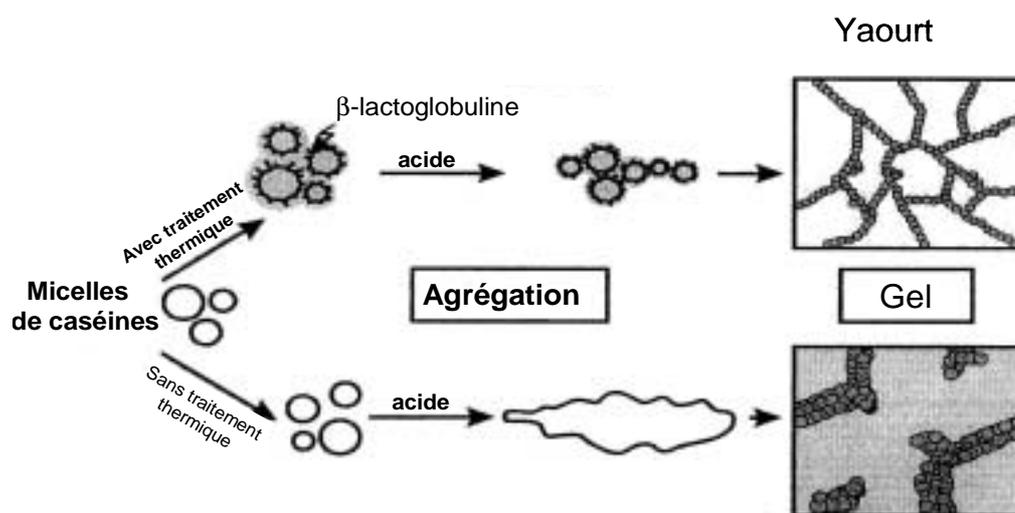


Figure I-3. Effet du traitement thermique sur la microstructure du yaourt (Kessler, 1998)

Enfin, les sucres et les autres constituants mineurs restent solubilisés dans la phase aqueuse.

b) Effet des épaississants

Les manipulations successives du gel lors de la fabrication du yaourt brassé (brassage, pompage, brassage lors du mélange avec les fruits) le fragilisent et le rendent moins consistant, en favorisant la synérèse. Des agents de texture sont alors utilisés, des macromolécules hydrosolubles (hydrocolloïdes) qui conduisent à une fixation de l'eau et à une augmentation de la viscosité (Tamime et Robinson, 1985). En général, les macromolécules texturantes forment des réseaux tridimensionnels par des liaisons avec les constituants du yaourt ou les ions calcium. Parmi les agents de texture pouvant intervenir dans la fabrication des yaourts brassés, nous avons choisi un mélange pectine + amidon, de plus en plus utilisé dans l'industrie. Nous ne décrivons ici que ceux utilisés lors de notre étude.

Les pectines sont des épaississants anioniques, extraits des fruits tels que les agrumes ou les pommes. Le constituant principal du squelette pectique est un acide galacturonique lié en $\alpha(1-4)$. Des groupements rhamnosés interrompent cette chaîne linéaire sur laquelle s'attachent également des chaînes latérales de sucres neutres (Doublier *et al.*, 1992 ; Pérez *et al.*, 2000) (figure I-4). Les propriétés des pectines dépendent de leur degré d'estérification (DE), qui est le nombre de fonctions acides estérifiées pour 100 monomères d'acide galacturonique. Les pectines hautement méthylées (HM, DE >50) gélifient en milieux acides (pH < 3,5) et très sucrés (60% de la matière sèche). Les plus adaptées aux yaourts sont les pectines faiblement méthylées (HM, DE <50). Elles forment des gels par interaction avec les cations divalents présents dans le milieu. L'acidité et la teneur en sucres influencent la vitesse et la température de gélification (Rizzotti, 1994 ; Degussa Texturant Systems, 2003). Ainsi dans les yaourts, le processus de gélification fait appel à la formation de zones de contact dans lesquelles le Ca^{2+} est lié aux maillons pectiques disposés en une structure type "boîte à œufs" (figure I-5).

Les amidons sont essentiellement constitués de deux homopolymères de D-glucose : l'amylose et l'amylopectine. Le ratio entre les deux composants est dépendant de l'origine botanique de l'amidon, mais en règle générale, l'amylopectine est majoritaire. Par exemple, l'amidon de maïs cireux contient essentiellement de l'amylopectine.

L'amylose se présente sous la forme d'une chaîne linéaire de 500 à 6000 unités de D-glucose (figure I-6). Les chaînes d'amylose adoptent des conformations hélicoïdales, maintenues par des liaisons hydrogène entre les unités glucosiles. Ces hélices forment des cavités hydrophobes susceptibles de complexer de nombreux composés. L'amylopectine est une macromolécule ramifiée en grappe, d'une masse moléculaire 10 à 1000 fois plus élevée que celle de l'amylose.

Les propriétés texturantes des amidons dépendent du ratio amylose sur amylopectine. Les granules d'amidon natif n'étant pas solubles dans l'eau, un chauffage est nécessaire. Ainsi, le chauffage d'une suspension d'amidon dans un excès d'eau à des températures supérieures à 60°C conduit à un gonflement irréversible des granules d'amidon et à leur solubilisation. Lors du refroidissement, les macromolécules d'amylose et d'amylopectine se réorganisent et s'associent. C'est ce que l'on nomme la rétrogradation. Ce phénomène se traduit par une augmentation de la viscosité des solutions, voire une formation de gel. Les gels d'amidon sont constitués d'un réseau tridimensionnel de polysaccharides, essentiellement d'amylose, agrégés par des liaisons hydrogène, renfermant des granules d'amidon enrichis en amylopectine. De

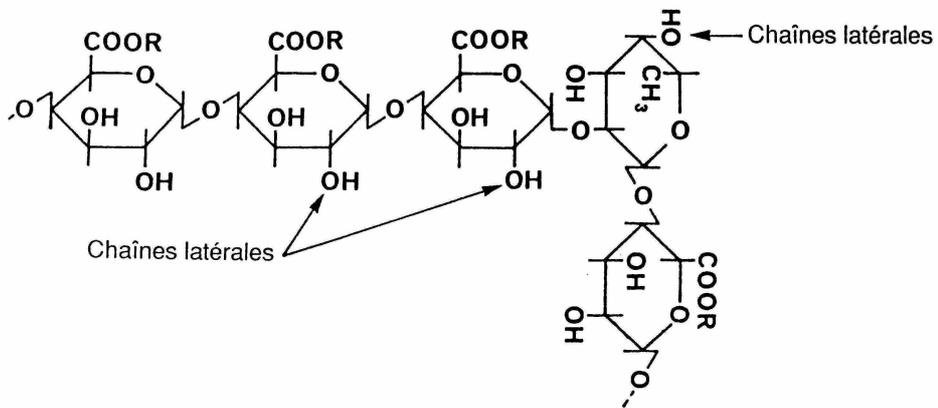


Figure I-4. Structure chimique des pectines (R=CH₃ : pectines hautement méthylées ; R=H pectines faiblement méthylées) (Doublie*et al.*, 1992).

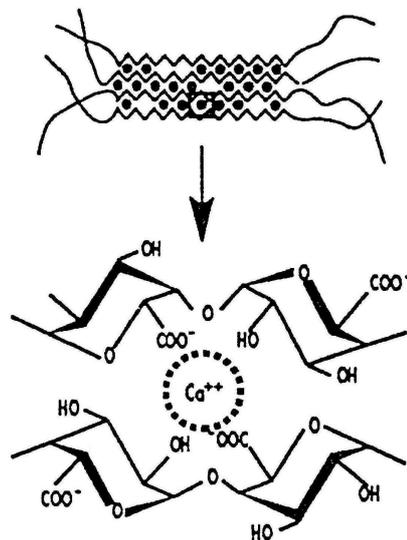


Figure I-5. Gélification par le calcium de la pectine LM (Rizzotti, 1994)

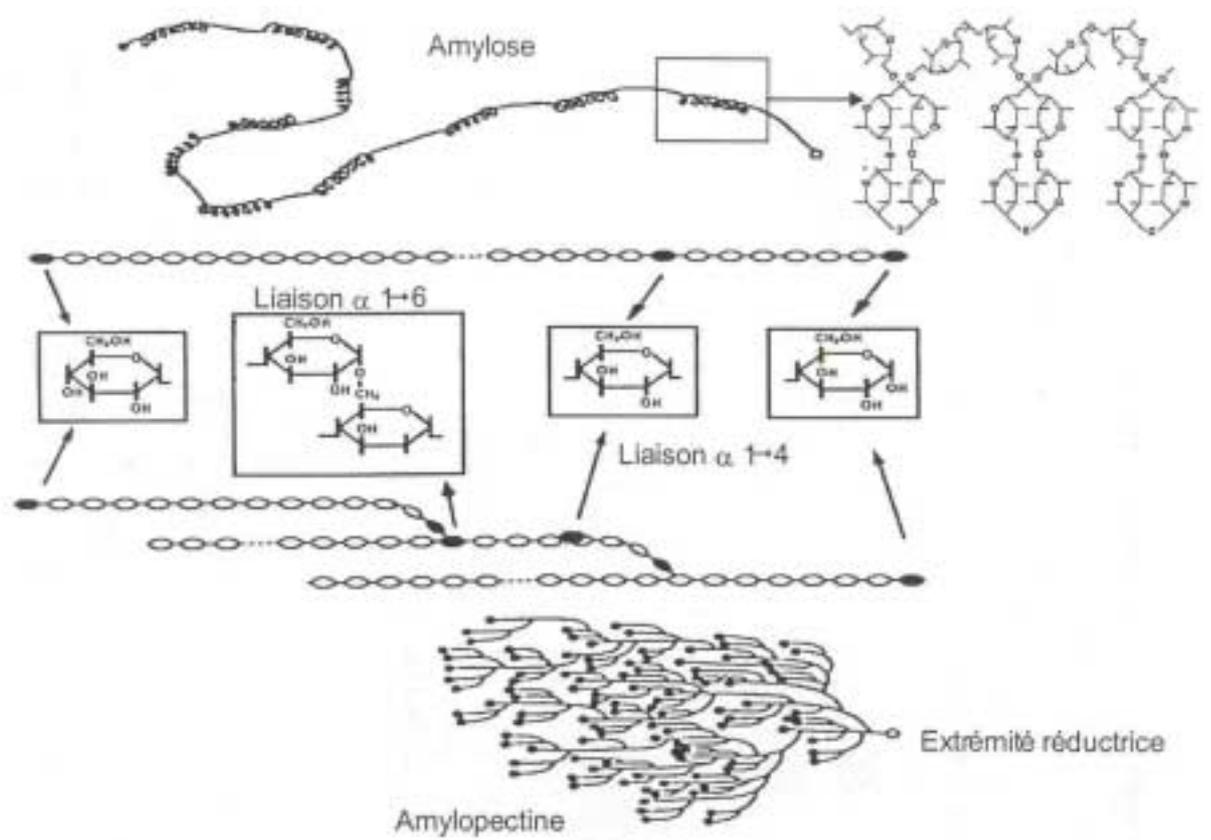


Figure I-6. Polymères d'amylose et d'amylopectine (Boursier, 1994).

ce fait, plus les amidons sont riches en amylopectines, plus ils présentent un faible degré de gélification. Afin d'améliorer les propriétés technologiques et fonctionnelles des amidons natifs, de nouveaux amidons ont été développés par modifications chimiques et/ou physiques telles que la réticulation, la stabilisation ou la pré-gélatinisation.

Dans le cas d'une matrice laitière, l'ajout d'amidon entraîne la formation d'une structure tridimensionnelle plus dense, comme illustrée sur la figure I-7.

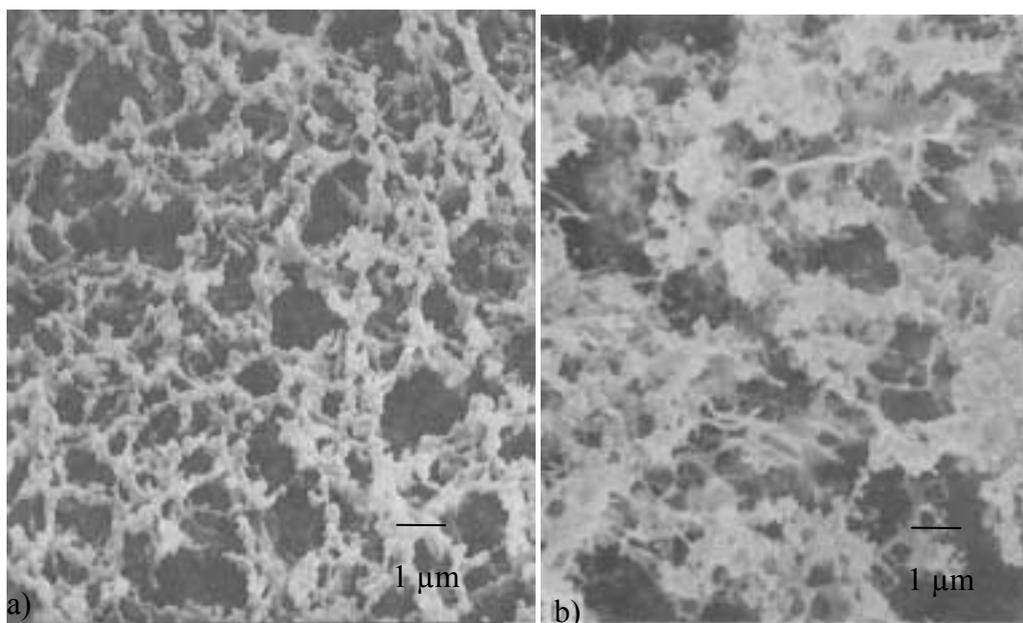


Figure I-7. Microstructure du yaourt obtenue par microscopie électronique a) sans additif b) avec 2% d'amidon de maïs cireux pré-gélatinisé (Tamime et Robinson, 1985).

Ainsi la microstructure d'un yaourt à 2% d'amidon de maïs cireux pré-gélatinisé est constituée de filaments courts et de feuillets (Tamime et Robinson, 1985). Les terminaisons libres des filaments d'amidon apparaissent fréquemment liées avec des agglomérats de caséines.

c) Effet du traitement mécanique

Au cours de la fabrication du yaourt, les différents traitements et, en particulier, les étapes de pompage conduisent à une déstructuration partielle du gel. En effet, le réseau caséique du gel lactique se dégrade progressivement, sous l'effet du cisaillement, en chaînes de caséines de taille de plus en plus petites (Hess *et al.*, 1997).

1.2.2. Comportement rhéologique

a) Propriétés rhéologiques des yaourts

La connaissance du comportement rhéologique du yaourt est nécessaire pour la conception et le dimensionnement des installations de transformation, sous réserve de maîtriser les contraintes (cisaillements) notamment lors des étapes de brassage et de pompage ainsi que lors des échanges de chaleur. La connaissance des propriétés rhéologiques permet également d'appréhender la qualité en terme de texture des produits finis.

Le yaourt est défini comme un fluide viscoélastique. Il possède donc à la fois les propriétés visqueuses d'un liquide et les propriétés élastiques d'un solide. Le comportement rhéologique du yaourt est non-newtonien, ce qui veut dire que la viscosité du produit dépend de la vitesse de cisaillement ou de la contrainte exercée. La loi de Newton s'écrit:

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \text{constante} \quad [\text{I-1}]$$

où μ = viscosité (Pa.s), τ = contrainte de cisaillement (Pa), $\dot{\gamma}$ = vitesse de cisaillement (s^{-1}).

Dans le cas des yaourts, la viscosité diminue quand la vitesse de cisaillement augmente. C'est un fluide rhéofluidifiant. On parle alors de viscosité apparente à une vitesse de cisaillement donnée. Les suspensions de polymères (polysaccharides, etc...) présentent également le même comportement. Le modèle le plus classique pour décrire le comportement d'un fluide rhéofluidifiant est le modèle d' Herschel Bulkley :

$$\eta_a = K \cdot \dot{\gamma}^{n-1} + \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} \quad [\text{I-2}]$$

avec η_a , viscosité apparente à la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ (Pa.s) ; K , indice de consistance (Pa.s^n) ; n , indice d'écoulement (sans unité) ; τ_0 , seuil d'écoulement (Pa).

Pour le yaourt brassé, le modèle se simplifie par une relation puissance car le seuil d'écoulement est nul ($\tau_0 = 0$).

Par ailleurs, le comportement rhéologique des yaourts est dépendant des traitements mécaniques subis ultérieurement. Si les contraintes de cisaillement sont trop fortes, le gel ne retrouve plus sa structure initiale. C'est un fluide partiellement thixotrope. Ce dernier comportement révèle l'importance primordiale de connaître et de maîtriser l'histoire du produit dans le procédé. Des modèles cinétiques tels que celui de De Kee *et al.* (1983) permettent de décrire ces comportements. Une illustration du caractère rhéofluidifiant thixotrope des yaourts est présentée sur la figure I-8.

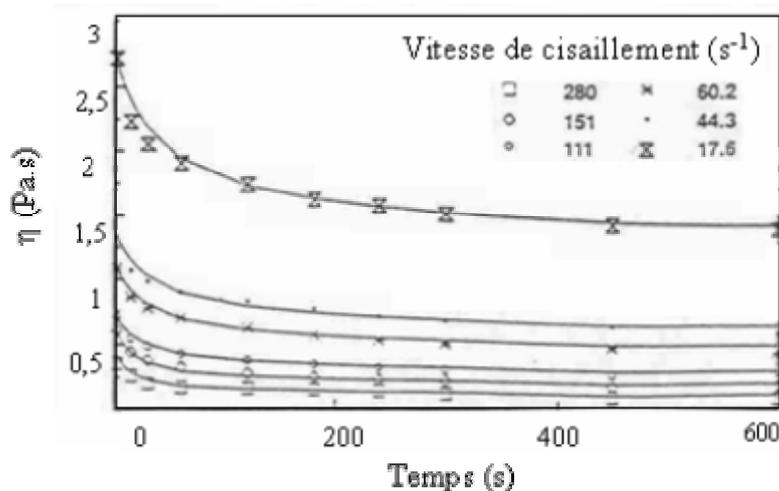


Figure I-8. Caractère rhéofluidifiant et thixotrope du yaourt brassé. Evolution de la viscosité apparente d'un échantillon de yaourt brassé soumis à différentes vitesses de cisaillement (Benezech et Maingonnat, 1993).

b) Méthodes de caractérisation

Le yaourt étant un produit de comportement rhéologique complexe, sa caractérisation s'avère assez délicate. Différents appareils de laboratoire sont utilisés pour caractériser leurs propriétés rhéologiques, à savoir le viscosimètre Brookfield, les rhéomètres rotatifs, les pénétromètres, ou encore, l'entonnoir de Posthumus. Généralement, les viscosimètres permettent de mesurer uniquement les propriétés visqueuses (viscosité apparente), tandis que les rhéomètres mesurent les propriétés visco-élastiques. En fonction de la géométrie du module de mesure, des contraintes ou des vitesses de cisaillement appliquées, les analyses réalisées déstructurent plus ou moins le gel lactique.

Les pénétromètres ou les appareils de traction/compression sont largement utilisés pour caractériser la fermeté du yaourt ferme ou du yaourt brassé avant son brassage (O'Neil *et al.*, 1979 ; Barrantes *et al.*, 1996). Hess *et al.* (1997), à l'aide d'un pénétromètre TA-XT2, ont déterminé les propriétés filantes du yaourt.

L'entonnoir de Posthumus est une méthode simple et rapide pour mesurer la viscosité du yaourt brassé, qui est souvent appliquée en industrie laitière (Hellings *et al.*, 1986). Mais, à cause de la géométrie de l'appareil, les cisaillements diffèrent d'un produit à l'autre. Une comparaison des cinétiques d'écoulement des yaourts brassés est néanmoins possible.

Le *viscosimètre Brookfield* est également un appareil relativement simple, utilisé en routine, pour déterminer la texture des yaourts. Comme l'entonnoir de Posthumus, il ne permet de mesurer qu'un seul paramètre, la viscosité Brookfield. Les mesures sont très dépendantes des dimensions du module de l'appareil et du récipient de yaourt utilisé.

Une caractérisation plus complète des propriétés rhéologiques des yaourts brassés est obtenue à l'aide des *rhéomètres rotatifs*. Deux types de mesures sont possibles :

- A vitesse imposée. La vitesse de rotation ou la déformation sont imposées.
- A contrainte imposée. Un couple de torsion est imposé.

Diverses géométries des modules existent : cône-plan, plan-plan et cylindres coaxiaux. Les systèmes cône-plan permettent de créer une vitesse de cisaillement uniforme dans l'entrefer, et sont donc les plus adaptés aux produits rhéofluidifiants, tels que le yaourt. Les mesures peuvent être effectuées en régime harmonique ou en continu. Elles consistent à imposer une grandeur (vitesse ou contrainte) dont l'amplitude varie de façon sinusoïdale avec une fréquence d'oscillation fixée. Pour un fluide purement élastique, la contrainte est en phase avec la déformation, tandis que pour un fluide purement visqueux, la contrainte est déphasée de 90° par rapport à la déformation. Dans le cas d'un fluide viscoélastique, tel que le yaourt, la contrainte est déphasée d'un angle compris entre 0 et 90° . Les composantes élastiques (G' (Pa)) et visqueuses (G'') sont calculées à partir de la grandeur enregistrée et de son déphasage par rapport à la grandeur imposée. La viscosité complexe du produit, prenant en compte les deux composantes, permet de caractériser le comportement rhéologique. De nombreux auteurs ont caractérisé les propriétés rhéologiques des yaourts à l'aide de rhéomètres rotatifs (Skriver *et al.*, 1993 ; Van Marle, 1998 ; Lucey *et al.*, 1998) en effectuant des balayages en fréquence et en contrainte.

2. PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES ET COMPORTEMENT DES COMPOSES D'AROME DANS LES GELS LAITIERS

2.1. COMPOSES D'AROME

Les composés d'arôme sont des molécules organiques de faible masse moléculaire (<400 Da), dont la tension de vapeur, à pression atmosphérique et à température ambiante, est suffisamment élevée pour qu'ils se trouvent en partie à l'état gazeux dans l'atmosphère et puissent provoquer un stimulus au contact de la muqueuse olfactive (Richard, 1992).

Ces molécules dites volatiles sont généralement présentes dans les aliments en très grand nombre, mais à de très faibles concentrations (variant de quelques milligrammes par tonne (ppb) à quelques milligrammes par kilogramme (ppm)). Elles appartiennent à de nombreuses classes chimiques : hydrocarbures terpéniques, alcools aliphatiques et cycliques, saturés et insaturés, esters, cétones, aldéhydes, composés soufrés ainsi que divers hétérocycles azotés et oxygénés. Cette grande diversité de structures chimiques conduit à un large spectre de propriétés physico-chimiques.

La caractérisation physico-chimique des composés d'arôme dans une matrice donnée comprend la détermination des propriétés d'équilibre et des propriétés cinétiques : les propriétés d'équilibre rendent compte des phénomènes aux interfaces liquide-vapeur, liquide-liquide ou liquide-solide, et les propriétés cinétiques caractérisent les vitesses de transfert des composés au sein d'une même phase (coefficient de diffusion) ou entre deux phases (coefficient de transfert).

2.1.1. Les propriétés aux interfaces : équilibres thermodynamiques

a) Principes

Les composés d'arôme sont toujours des molécules volatiles, mais cette volatilité varie fortement selon la molécule et selon le milieu dans lequel elle se trouve. La volatilité d'une molécule d'arôme dans un milieu donné est caractérisée par son partage, à l'équilibre, entre le milieu où elle se trouve et la phase gazeuse environnante, dans des conditions de pression et de température définies. Cet équilibre, régi par les lois de la thermodynamique, s'écrit :

$$K_{mol}^{gaz/matrice} = \left[\frac{y_i}{x_i} \right]_{Equilibre} = \frac{\gamma_i P_i^{sat}}{P^{Tot}} \quad [I-3]$$

$K_{mol}^{gaz/matrice}$ est le coefficient de partage du composé i entre l'air et la matrice, y_i et x_i sont respectivement les fractions molaires du composé i dans l'air et dans la matrice (mol/mol), γ_i le coefficient d'activité du composé i dans la matrice (sans dimension), P_i^{sat} sa pression de vapeur saturante à la température du système (Pa) et P^{Tot} la pression totale dans le système (Pa).

Les molécules d'arôme peuvent également être caractérisées par leur polarité, qui se traduit par des affinités différentes pour certaines phases ou sites spécifiques. Cette affinité peut être caractérisée à l'équilibre, comme dans le cas de la volatilité, par des coefficients de partage (Seuvre *et al.*, 2000) ou par des constantes d'association (Pelletier *et al.*, 1998). Une grandeur de plus en plus utilisée dans le domaine des composés d'arôme est la constante d'hydrophobicité. Elle est définie comme le logarithme décimal du coefficient de partage du composé d'arôme entre l'octanol, pris comme phase de référence, et l'eau, à température fixée (25°C):

$$\log P = \left[\frac{C_i^{oc\ tan\ ol}}{C_i^{eau}} \right]_{Equilibre, T=25^\circ C} \quad [I-4]$$

avec $C_i^{oc\ tan\ ol}$ et C_i^{eau} , les concentrations du composé dans l'octanol et dans l'eau respectivement (en g.m³ ou mol.m³)

Un composé sera dit "plutôt hydrophobe" lorsqu'il aura un logP supérieur à 2 et, à l'inverse, "plutôt hydrophile" pour un logP inférieur à 1.

Les composés d'arôme ne sont pas neutres vis-à-vis de la matrice dans laquelle ils se trouvent et interagissent avec les autres constituants du milieu. Les liaisons établies sont de nature électrostatique et se divisent en deux grands groupes :

- **Liaisons chimiques ou de valence (> 100 kJ/mol).** Irréversibles, elles mettent en jeu des échanges d'électrons. Il s'agit de liaisons covalentes et ioniques.
- **Interactions physico-chimiques (< 45 kJ/mol).** Ce sont des liaisons réversibles. Différents types se rencontrent : interactions électrostatiques faibles par des forces de répulsion ou d'attractions (forces de Van der Waals), liaisons hydrogènes, interactions hydrophobes et rétention par encombrement stérique (complexes d'inclusion).

Ces interactions à l'échelle moléculaire vont se traduire au niveau macroscopique par des modifications des équilibres thermodynamiques entre phases qui gouvernent les propriétés physico-chimiques. Ainsi, la détermination des grandeurs caractéristiques des équilibres aux interfaces, tels les coefficients de partage, ne renseigne pas sur la nature des liaisons mises en jeu, mais permettent de quantifier les interactions. Cette approche proposée par Buttery *et al.* (1969) et Solms *et al.* (1973) a été largement développée dans la littérature afin de mieux décrire le comportement des composés d'arôme dans les matrices alimentaires.

b) Méthodes

Les méthodes quantifiant les interactions entre les composés d'arôme et les constituants d'une matrice sont nombreuses. Elles se classent en deux groupes (tableau I-2) :

1. les méthodes permettant la détermination de grandeurs absolues, telles que les coefficients de partage ou les constantes d'affinité,
2. les méthodes permettant la détermination de grandeurs relatives par comparaison à une référence caractérisée dans des conditions identiques.

Les méthodes basées sur l'analyse de l'espace de tête sont les plus couramment utilisées pour déterminer la teneur en composés d'arôme des yaourts (Stevenson *et al.*, 1996) et pour quantifier les interactions composés d'arôme/matrice. Toutefois, les écarts entre les valeurs mesurées peuvent parfois être très importants (Chaintreau *et al.*, 1995 ; Sancho *et al.*, 1997). L'analyse de l'espace de tête statique ("headspace statique") consiste à analyser la composition de la phase gazeuse au-dessus du produit. Après un temps de mise à l'équilibre, la prise d'échantillon se fait à l'aide d'une seringue à gaz (étanche), suivie d'une injection dans un chromatographe en phase gazeuse (CPG) (Stevenson *et al.*, 1996). L'étape d'étalonnage ainsi que celle de l'échantillonnage sont essentielles et sont bien souvent des sources d'erreurs. Pour cette raison, des méthodes ne nécessitant pas d'étalonnage, telles que les méthodes PRV, EPICS ou encore la dilution exponentielle ont été proposées. Toutefois toutes ces méthodes sont respectivement peu adaptées aux composés peu volatils ($k < 10^{-4}$), aux composés peu solubles et aux mélanges complexes de composés volatils. Par ailleurs, lors de la mesure, l'équilibre gaz-liquide ne doit pas être perturbé par le prélèvement. La méthode de l'espace de tête statique présente néanmoins l'avantage d'être relativement simple d'utilisation, car elle ne demande pas une préparation préalable des échantillons. De plus, elle élimine les interférences dues à d'éventuelles impuretés ou à des pics des solvants (inévitables pour les méthodes employant des solvants liquides). Cependant, la méthode de l'espace de tête

Tableau I-2. Principales méthodes utilisées pour quantifier les interactions entre les composés d'arôme et les constituants de la matrice alimentaire.

| | Grandeur déterminée | Principe de la méthode | Spécificité de la méthode | Références |
|---|---|---|--|--|
| Méthodes permettant d'accéder à des grandeurs absolues | Coefficient de partage gaz / liquide | Analyse statique de l'espace de tête (Headspace Statique) | PRV "Phase Ratio Variation" | Ettre <i>et al.</i> (1993) , Jouquand et Giampaoli (2002) |
| | | | EPICS "Equilibrium Partitioning in Closed Systems" | Gosset (1987) |
| | | | LC-HS "liquid calibration" | Chaintreau <i>et al.</i> (1995), Jung et Ebeler (2003), Meynier <i>et al.</i> (2003) |
| | | | VPC-HC "Vapor Phase Calibration" | Conner <i>et al.</i> (1998) |
| | Analyse dynamique de l'espace de tête (Headspace dynamique) | Dilution Exponentielle | Leroi <i>et al.</i> (1977), Jouenne et Crouzet 2000) | |
| | | Espace de tête dynamique à l'équilibre | Landy <i>et al.</i> (1996), Le Thanh <i>et al.</i> (1993) | |
| | Coefficient de partage liquide / liquide | Analyse chromatographique à l'équilibre de chacune des phases | Equilibre entre deux phases peu ou pas miscibles | Piraprez <i>et al.</i> (1998) |
| | Constante d'affinité | Chromatographie liquide | Immobilisation de la macromolécule sur une colonne | Sostman et Guichard (1998) |
| Dialyse à l'équilibre | | | Membrane semi-perméable | O'Neill et Kinsella (1987), Fares <i>et al.</i> (1998) |
| Méthodes permettant d'accéder à des grandeurs relatives | % de rétention | Espace de tête dynamique couplée à l'adsorption | Système "Purge & Trap" | Fabre <i>et al.</i> (2002) |
| | | Espace de tête statique couplée à l'adsorption | SPME "Solid Phase Micro Extraction" | Fabre <i>et al.</i> (2002) |

nécessite des concentrations relativement fortes en composés d'arôme, car sa sensibilité est assez basse. Un autre inconvénient est le risque de condensation des composés d'arôme sur la paroi de la seringue d'échantillonnage.

Pour pallier à ce manque de sensibilité, des méthodes couplant l'analyse de l'espace de tête avec une étape de pré-concentration par adsorption ont été développées. Le principal inconvénient de ces méthodes est qu'elles ne permettent d'accéder qu'à des grandeurs relatives difficilement exploitables dans des modèles physiques de transfert de matière.

Les méthodes décrites précédemment mettent en évidence les interactions composés d'arôme/matrice. Pour identifier la nature des liaisons mises en jeu, d'autres mesures doivent être effectuées. Ainsi, les méthodes spectrales telles que la spectroscopie infrarouge, la résonance magnétique nucléaire (RMN) et la résonance paramagnétique électronique basées sur l'absorption d'énergie par les molécules lors de leur irradiation, fournissent des informations sur la mobilité et la conformation moléculaire.

2.1.2. Les propriétés cinétiques : transfert des composés d'arôme

a) Principes

Lors de la consommation d'un produit alimentaire, le système n'est plus en équilibre. Les composés d'arôme diffusent notamment à travers le produit et la salive et sont libérés dans la cavité buccale. L'étude des transferts de matière permet de décrire la libération des composés d'arôme. Le transport (par diffusion) des composés d'arôme est dû à un gradient de potentiel chimique. En régime stationnaire, le mécanisme de diffusion en solution diluée est représentée par la loi de Fick qui exprime la quantité de matière diffusante m_i du constituant i , traversant pendant un temps t , la section de surface S selon une direction normale à la surface sur une distance dx .

$$J_i = \frac{dm_i}{dt} = -SD_i \frac{dC_i}{dx} \quad [I-5]$$

avec J_i , densité de flux du constituant i ($\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}$) et D_i , le coefficient de diffusion du constituant i dans la solution ($\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$).

Le coefficient de diffusion d'un constituant i dans une solution dépend de la masse, de la forme et du volume molaire du constituant, de la viscosité de la solution et de la température. Ainsi, le coefficient de diffusion D_i est inversement proportionnel à la viscosité selon la loi de Stokes-Einstein :

$$D_i = \frac{kT}{6\pi\eta r} \quad [I-6]$$

avec k , la constante de Boltzman ; T , la température (K); η , la viscosité dynamique de la solution (Pa.s) et r , le rayon de la molécule (m).

En régime transitoire, pour un transfert monodirectionnel selon x , la relation, appelée deuxième loi de Fick, découle des bilans de matière :

$$\frac{\partial C_i(t, x)}{\partial t} = D_i \frac{\partial^2 C_i}{\partial x^2} \quad [I-7]$$

Dans un fluide en mouvement (liquide ou gaz), la relation empirique du flux de matière est, quant à elle, de la forme :

$$J_i = Sk(C_{i_1} - C_{i_2}) \quad [I-8]$$

avec k , le coefficient de transfert de matière ($m.s^{-1}$) et C_{i_1} et C_{i_2} les concentrations du constituant i dans une des phases et à l'interface des phases.

Lors de la mise en bouche, le produit peut subir un échauffement (cas du yaourt). Des transferts de chaleur sont alors couplés à la libération des composés d'arôme. Les lois de Fourier, analogues aux lois de Fick, peuvent être utilisées pour décrire les transferts de chaleur (Bird *et al.*, 1960).

b) Méthodes

Les travaux conduits sur l'analyse des transferts de composés d'arôme entre deux phases sont relativement récents. Les méthodes développées sont toutes basées sur le même principe qui consiste à suivre l'évolution de la concentration dans l'espace de tête au-dessus du produit en fonction du temps. Les conditions opératoires de la cellule où se déroule le transfert, le type de détection associé et le mode d'exploitation varient selon les auteurs. Des exemples sont donnés aux tableaux I-3 et I-4.

Certaines études ont été conduites dans des cellules de transfert fermées (flacon étanche) (Bakker *et al.*, 1998). Les résultats expérimentaux montrent qu'il est difficile dans cette configuration d'accéder précisément à la concentration initiale dans la phase gazeuse, en raison du régime transitoire. Des expérimentations menées dans des systèmes ouverts permettent un meilleur contrôle des conditions initiales (Marin *et al.*, 1999 ; Nahon *et al.*, 2000).

Dans le cas des détecteurs classiques FID ou SM, une séparation est nécessaire avant la détection, limitant sensiblement le nombre de composés d'arôme étudié simultanément. L'application de nouvelles méthodes, tels que l'"Atmospheric Pressure Chemical Ionisation"

Tableau I-3. Transferts phase homogène/gaz

| | Variables contrôlées | Auteurs | Modèle cinétique | Paramètres calculés | Variables mesurées et méthodes associées |
|------------------------|--|---|--|--|--|
| Système fermé | - Agitation | Bakker <i>et al.</i> (1998) | Théorie de pénétration de Harrison et Hills (1997) | - Coefficient de transfert de matière - Pente initiale | $C_{\text{gaz}}(t)$ (15 min.) CPG |
| Système ouvert | - Débit de gaz - Salive - Température - Agitation | Roberts et Acree (1995) Roberts <i>et al.</i> (1996) | Semi-Empirique | - $k_{\text{gaz/liquide}}$ - Constante de temps - Pente initiale | $C_{\text{gaz}}(t)$ (20 min.) SM |
| | - Débit de gaz - Agitation | Nahon <i>et al.</i> (2000) | Théorie de pénétration de Harrison et Hills (1997) | - $k_{\text{gaz/liquide}}$ - Coefficient de transfert de matière | C_{gaz} (10 min.) Tenax CPG |
| | - Débit de gaz - Mastication | van Ruth et Roozen (2000) | Empirique | Pente initiale de libération | $C_{\text{gaz}}(t)$ (12 min.) Tenax CPG-SM |
| | - Débit de gaz | Marin <i>et al.</i> (1999) | Convectif | - $k_{\text{gaz/liquide}}$ - Coefficient de transfert de matière | $C_{\text{gaz}}(t)$ (17 min.) API-MS |
| Mesures in vivo | | Linforth <i>et al.</i> (2000) | Semi-Empirique "QSPR*" | - $C_{\text{gaz}} \text{ max}$ - $C_{\text{gaz}}(t)$ | $C_{\text{gaz}} \text{ max}$ pendant respiration (3 min.) API** -MS |
| | | Mayr <i>et al.</i> (2003) | Descriptif | - | C_{gaz} pendant respiration (10 min.) PTR*+ -SM |

*QSPR = Quantitative Structure Property Relationships ** API= Atmospheric Pressure Chemical Ionisation; *+ PTR = proton transfert reaction.

(API)(Taylor *et al.*, 2000) ou le "Proton Transfert Reaction" (PTR) (Mayr *et al.*, 2003), couplées à un spectromètre de masse, permet le suivi de la concentration en phase gazeuse d'une dizaine de composés d'arôme en mélange, sous réserve d'un calibrage préalable. Dans ce cas, les analyses sont réalisables en ligne. L'échantillonnage peut être effectué "in vitro" ou "in vivo" dans la cavité buccale (mouth-space (Taylor et Linforth, 1996)) ou nasale (nose-space (Baek *et al.*, 1999)). Cependant les techniques API ou PTR reposent sur des équipements très coûteux. De plus, ils sont difficiles à maîtriser et des résultats non quantitatifs ou encore des problèmes de sélectivité de ionisation des molécules ont été rapportés (Taylor *et al.*, 2000).

Le mode d'exploitation des courbes de cinétique obtenues (variation de la concentration en phase gazeuse en fonction du temps) varie selon les auteurs. Certains auteurs (van Ruth *et al.*, 2000 ; Mayr *et al.*, 2003) adoptent une approche descriptive et caractérisent l'évolution du comportement d'un composé dans une matrice par la pente initiale de la courbe qui traduit la vitesse initiale de libération du composé. D'autres auteurs se basent sur la théorie des transferts de matière (Harrison et Hills, 1997 ; Bakker *et al.*, 1998 ; Nahon *et al.*, 2000 ; Rega *et al.*, 2002). L'étude des transferts au sein d'une phase homogène (Rega *et al.*, 2002 ; Covarrubias-Cervantes *et al.*, 2002) donne notamment accès au coefficient de diffusion.

Les transferts des composés d'arôme entre deux phases liquides ont également été examinés (Rogacheva *et al.*, 1999 ; Seuvre *et al.*, 2000). Des exemples sont cités dans le tableau I-4.

2.2. INTERACTIONS ENTRE COMPOSES D'AROME ET CONSTITUANTS DU YAOURT

Le yaourt est un produit alimentaire de rhéologie complexe, constitué essentiellement de protéines lactiques, de sucres et éventuellement d'épaississants. Ces constituants peuvent interagir avec les composés d'arôme, déplacer les équilibres thermodynamiques composés d'arôme/matrice et, par conséquent, modifier la concentration en composés d'arôme dans la phase gazeuse, à l'origine du stimulus sensoriel. Les composants de la matrice et la structure du yaourt peuvent également jouer un rôle majeur sur la mobilité des composés d'arôme (transfert de matière).

Tableau I-4. Transferts en phase hétérogène (émulsion)/gaz, dans une phase homogène et liquide/liquide

| | | Variables contrôlées | Auteurs | Modèle cinétique | Paramètres calculés | Variables mesurées et méthodes associées |
|--|-----------------------|------------------------------------|--|---|---|--|
| Transferts en phase hétérogène (émulsion)/gaz | Système fermé | Agitation | Salvador <i>et al.</i> (1994) | Empirique | Vitesse de libération ($\mu\text{g/L}\cdot\text{s}^{-1/2}$) | $C_{\text{gaz}}(t)$ (90 min.) CPG-FID |
| | Système ouvert | - Débit de gaz - Agitation | De Roos et Wolswinkel (1994) | Transfert convectif ("Non-équilibre partition") | Cinétique de libération | $C_{\text{liquide}}(t)$ (15 min.) HPLC |
| | | Débit de gaz | Doyen <i>et al.</i> (2001) | Modèle diffusif et convectif | - Diffusion - Coefficient de transfert de matière | $C_{\text{gaz}}(t)$ (60 min.) API-MS |
| | | Débit de gaz | Haahr <i>et al.</i> (2000) | Empirique exponentiel | Pente initiale | $C_{\text{gaz}}(t)$ (10 min.) Tenax CPG-SM |
| Transfert dans une phase homogène | Système fermé | Transferts en conditions statiques | Rega <i>et al.</i> (2002) | Diffusion fickienne | Diffusion | $C_{\text{gel}}(t)$ (110 heures) Profil de concentration CPG |
| | | Transferts en conditions statiques | Covarrubias-Cervantes <i>et al.</i> (2002) | Diffusion fickienne | Diffusion | $C_{\text{gel}}(t)$ Profil de concentration CPG |
| Transfert liquide-liquide | Système fermé | | Rogacheva <i>et al.</i> (1999) | Théorie de Levisch (transfert aux surfaces) | Coefficient de transfert | $C_{\text{liquide}}(t)$ CPG |
| | | | Seuvre <i>et al.</i> (2002) | Empirique exponentiel | Flux initial à l'interface eau/migliole | $C_{\text{eau}}(t)$ (300 heures) CPG |

2.2.1. Etudes en milieu modèle

La majorité des études relatives aux interactions composés d'arôme/protéines laitières, composés d'arôme/sucres ou encore composés d'arôme/épaississant a été conduite dans des solutions aqueuses d'un seul constituant à différentes concentrations. De plus, la comparaison des résultats de la littérature paraît peu aisée en raison de la diversité des méthodes et des grandeurs déterminées : rétention relative en pourcentage par rapport à une matrice de référence, coefficients d'activité (γ), coefficients de partage gaz / liquide exprimés à partir du rapport soit de fractions molaires (K), soit de concentrations exprimées en mol.L⁻¹ ou en g.L⁻¹ (k).

Les composés d'arôme choisis pour notre étude expérimentale appartiennent à quatre classes chimiques différentes : des aldéhydes (l'hexanal et le trans-2-hexenal), des esters (l'acétate d'amyle et le pentanoate d'éthyle), des cétones (le diacétyl) et des lactones (la γ -ctalactone). L'analyse des travaux de la littérature est donc plus ciblée sur ces quatre classes chimiques.

2.2.1.1. Effet des protéines laitières

De nombreuses études ont été réalisées sur les interactions protéines-composés d'arôme, mais peu d'entre elles concernent les caséines (les protéines majoritaires dans les produits laitiers). En revanche, de nombreux auteurs se sont intéressés à l'effet de la β -lactoglobuline sur les composés d'arôme.

Les interactions entre caséines et composés d'arôme dépendent de la nature chimique des composés d'arôme et de la concentration en caséines.

Les aldéhydes interagissent fortement avec les caséines (Solms *et al.*, 1973 ; Lubbers *et al.*, 1998). En effet, Maier (1970) a montré qu'ils réagissent avec les groupements NH₂ et SH des aminoacides, en particulier des cystéines. Ces liaisons peuvent être réversibles ou non. Fares *et al.* (1998) ont constaté des liaisons réversibles dans le cas des aldéhydes cycliques tels que l'acétaldéhyde. La rétention augmente avec la concentration en caséines. Fischer et Widder (1997) ont observé que la variation de la concentration en caséinates de sodium de 3% à 12% entraîne une augmentation de la rétention de l'heptanal de 7% à 65%.

Concernant **les esters**, les interactions avec les caséines paraissent dépendantes de leur hydrophobicité (Landy *et al.*, 1995 ; Landy *et al.*, 1997). Dans des solutions de caséinate de

sodium (5 g/L), la rétention d'une série d'esters d'éthyle (acétate, butanoate et hexanoate) augmente avec la longueur de la chaîne carbonée de 0 à 38 % (Landy *et al.*, 1995). Ces observations mettent en évidence le caractère hydrophobe des interactions esters/caséines. Comme dans le cas des aldéhydes, ces interactions sont logiquement dépendantes de la concentration en caséines. Ainsi, dans une solution à 50 g/L de caséinate de sodium, la rétention de la même série d'esters double par rapport à une solution à 5 g/L (Landy *et al.*, 1995). De même, Fischer et Widder (1997) ont constaté une rétention de près de 50% plus élevée du butyrate d'éthyle dans une solution de caséines à 12 % par rapport à une solution à 6%.

Quant aux **cétones**, la nature des interactions avec les caséines semble moins connue. Des liaisons hydrophobes (Lubbers *et al.*, 1998) ou chimiques (Fares *et al.*, 1998) pourraient être impliquées. Là aussi la rétention dépend de la concentration en protéine. Landy *et al.* (1995) montrent que la volatilité du diacétyle n'est pas significativement affectée par l'ajout de 5 g/L de caséinate de sodium, alors qu'elle diminue de 22% en présence de 50 g/L.

De nombreuses études mettent en évidence **des interactions entre la β -lactoglobuline**, la protéine la plus abondante du lactosérum (environ 55%), et des composés d'arôme de différentes classes chimiques. Ainsi les **aldéhydes** (Mills et Solms, 1984 ; Sostman et Guichard, 1998), les **esters** (Charles *et al.*, 1996 ; Pelletier *et al.*, 1998 ; Reiners *et al.*, 2000 ; Fabre *et al.*, 2002) et les **cétones** (O'Neill et Kinsella, 1987 ; Jouenne et Crouzet, 2000 ; Sostman et Guichard, 1998 ; Andriot *et al.*, 2000) sont retenus par cette protéine par des liaisons hydrophobes.

En effet, il est maintenant bien établi que la poche hydrophobe de la β -lactoglobuline correspond à un site primaire de liaison pour les composés d'arôme (Wishnia et Pinder, 1966 ; Dufour et Haertlé, 1990). L'existence d'un site secondaire à la surface de la protéine, postulé par Dufour *et al.* (1990), a été confirmé par Molinari *et al.* (1996) par résonance magnétique nucléaire (RMN).

En règle générale, plus les composés sont hydrophobes, plus ils sont susceptibles d'interagir avec la β -lactoglobuline. Néanmoins, l'encombrement stérique de la molécule est également à prendre en compte (Pelletier *et al.*, 1998 ; Jouenne et Crouzet, 2000). Ainsi, pour un même nombre d'atomes de carbone, les composés ramifiés ont une moins grande affinité pour la protéine comparativement aux composés linéaires (Pelletier *et al.*, 1998).

Les interactions composés d'arôme/protéines laitières dépendent de nombreux autres facteurs, en particulier :

- le nombre de composés d'arôme en mélange en raison de phénomènes de compétition (Sostman et Guichard, 1998) ;
- la température de la matrice qui augmente la volatilité des composés d'arôme ;
- le pH : la variation du pH s'accompagne d'une modification de la conformation des protéines lactières et peut avoir un impact sur la rétention des composés d'arôme. Peu d'études examinent l'effet du pH sur les interactions caséines/composés d'arôme. Overbosch *et al.* (1991) reportent une augmentation de la rétention des aldéhydes (hexanal et butanal) ainsi que du diacétyl, avec l'augmentation du pH de 5 à 6,8, mais aucun effet n'est observé sur l'heptanone (figure I-9). Les auteurs suggèrent des interactions spécifiques entre les aldéhydes ou la cétone et les caséines.

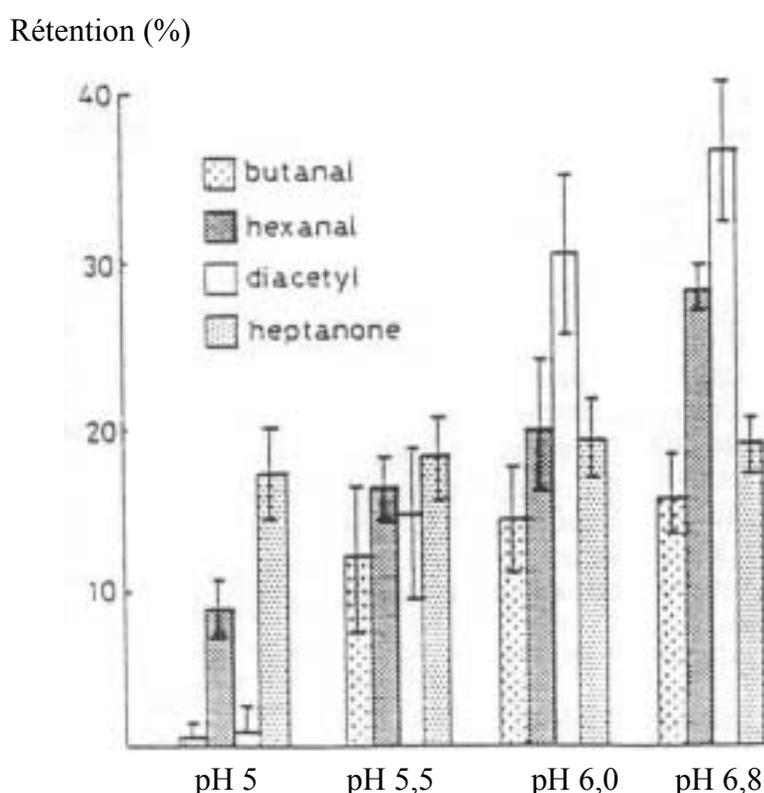


Figure I-9. Influence du pH sur les interactions des composés d'arôme avec le caséinate de sodium (5%, T = 40°C).

Concernant la β -lactoglobuline, une augmentation de la rétention des composés d'arôme a été constatée avec une augmentation du pH de 2 à 9, liée à une meilleure accessibilité des sites primaires ou secondaires de liaison hydrophobe, suite aux modifications de la flexibilité de la protéine (Jouenne et Crouzet, 2000).

2.2.1.2. Effet des mono et disaccharides (sucres simples)

De nombreux auteurs ont mis en évidence un effet de l'ajout de sucres simples sur la rétention des composés d'arôme, dépendant de la nature du composé et, en particulier, de son hydrophobicité. La plupart des auteurs observent une libération dans la phase gazeuse des composés les plus hydrophobes en présence de sucres. Kieckbusch et King (1979) ont constaté des coefficients de partage gaz/solution plus élevés en présence de saccharose pour les acétates d'alkyle (C1 à C5). Par ailleurs, l'effet observé est d'autant plus marqué que la chaîne carbonée est longue. De même, Carelli *et al.* (1991) montrent une augmentation du coefficient de l'activité (γ) des esters avec la longueur de leur chaîne carbonée. Nahon *et al.*, (2000) constatent un comportement variable des composés d'arôme avec la concentration en saccharose de 0 à 60 % (p/V). Le coefficient de partage gaz/solution de saccharose des esters augmente fortement quand la teneur en saccharose augmente, surtout pour les concentrations élevées, tandis que celui de l'hexanal n'est pas affecté. Ainsi, l'ajout de 10% de saccharose en solution aqueuse entraîne une augmentation du $k_{\text{gaz/matrice}}$ d'environ 10% pour l'acétate d'éthyle, de 21% pour le butanoate de méthyle et de 25% pour le butanoate d'éthyle. En revanche, Nawar (1971) observe une diminution de la volatilité de l'hexanal lorsque la concentration en saccharose augmente de 0 à 60%. Friel *et al.* (2000) ont déterminé la volatilité de 40 composés d'arôme de différentes classes chimiques dans des solutions de 0 à 65% (p/v) de saccharose. A partir de ces mesures expérimentales et des paramètres microscopique et macroscopique caractérisant les composés d'arôme, les auteurs ont construit un modèle empirique permettant de prédire la rétention de composés d'arôme dans des solutions aqueuses de saccharose. Selon ce modèle, la volatilité des composés est essentiellement déterminée par le logP, l'énergie LUMO (Lowest Unoccupied Molecular Orbital) et l'indice de connectivité. Sur les 40 composés d'arôme de différentes classes chimiques étudiés pour le modèle, en présence de saccharose en solution aqueuse, ils observent un "salting out" pour 29 composés (tel que l'acétate d'isoamyle et l'hexanoate d'éthyle), un "salting in" pour huit composés (tel que le décanoate d'éthyle), tandis que la volatilité de trois composés (tel que l'acétaldéhyde) n'a pas été modifiée. La concentration relative dans la phase gazeuse au dessus de solutions de saccharose de 10 autres composés d'arôme est prédite de manière satisfaisante par le modèle ($R^2 = 0,81$).

La majorité des auteurs attribue les effets observés, non pas à l'interaction des sucres (simples) avec les composés d'arôme, mais à leur interaction avec l'eau. L'addition de solutés tel que le saccharose induit un changement de la fraction molaire de la phase liquide en monopolisant des molécules d'eau pour leur solvatation. En effet, Richardson *et al.* (1987) ont

constaté par RMN une diminution de la mobilité de l'eau avec l'augmentation de la concentration en saccharose.

Dans les matrices laitières où les sucres natifs (lactose) ou ajoutés (saccharose) sont des composants importants, leur effet sur la volatilité des composés d'arôme ne doit pas être négligé.

2.2.1.3. Effet des agents épaississants

L'ajout d'hydrocolloïdes n'entraîne pas uniquement des modifications de composition de la matrice mais modifie également ses propriétés rhéologiques. De nombreux auteurs ont observé une diminution de la libération des composés d'arôme en présence d'agents épaississants. Elle peut être due à deux mécanismes différents : 1) une augmentation de la rétention des composés d'arôme par des interactions physico-chimiques avec l'épaississant et/ou 2) une réduction de la diffusion des composés suite à l'augmentation de la viscosité apparente. Ces phénomènes paraissent très dépendants de la nature des hydrocolloïdes et de la nature des composés d'arôme (Syrbe *et al.*, 1998 ; Stevenson *et al.*, 1996). Il est donc impossible de tirer des lois générales sur l'effet des agents épaississants sur la rétention des composés d'arôme car chaque agent de texture doit être considéré individuellement. De nouveau, nous limiterons notre état des connaissances sur les pectines et les amidons, utilisés lors de notre étude expérimentale.

L'effet des pectines sur la rétention des composés d'arôme dépend de leur degré d'estérification et de leur concentration. Pour les pectines hautement méthylés (HM), Guichard *et al.* (1991) ont constaté une diminution de la concentration en esters (tel que l'hexanoate d'éthyle) et en aldéhydes (tel que le trans-2-hexenal) dans la phase gazeuse au-dessus des gels. En revanche, pour des solutions aqueuses, Voilley *et al.* (1999) n'observent de différences ni de la concentration de l'espace de tête, ni du coefficient d'activité des esters et des aldéhydes en présence de pectines HM. De même, Rega *et al.* (2002) concluent que l'ajout de pectines dans une solution aqueuse n'influence pas le coefficient de partage gaz/solution d'esters et d'aldéhydes. Ces résultats amènent à émettre l'hypothèse que l'effet des pectines sur la perception de l'arôme n'est pas dû à des interactions spécifiques pectines/composés d'arôme mais plutôt à une diminution de la mobilité des composés d'arôme au sein de la matrice gélifiée.

Les observations sur l'effet des pectines faiblement méthylés (LM) sont contrastées. Guichard *et al.*, (1991) ne constatent pas d'effet de l'ajout de différentes concentrations en pectines LM dans des gels sur la concentration en esters ou en aldéhydes de la phase gazeuse. Braudo *et al.* (2000) ont mis en évidence, par la méthode de dialyse à l'équilibre, une interaction spécifique entre des méthylcétones aliphatiques de plus de six atomes de carbone et des pectines LM en solution. Les auteurs suggèrent que cette interaction est due à des liaisons de Van der Waals entre les groupements alkyle des cétones et les régions hydrophobes des pectines. En milieu acide, les interactions entre les composés d'arôme hétérocycliques et les pectines seraient dues à des liaisons hydrogènes.

De nombreuses études ont porté sur les interactions entre les composés d'arôme et les amidons. Elles soulignent l'importance de l'origine botanique des amidons, des traitements appliqués ainsi que de la nature des composés d'arôme. Différents mécanismes sont impliqués : formation de complexes d'inclusion, liaisons hydrogènes et interactions hydrophobes. Solms et ses collaborateurs (Solms *et al.*, 1973 ; Godshall et Solms, 1992) ont rapporté la formation de complexes d'inclusion entre l'amylose et des composés d'arôme de différentes classes chimiques (ligands). Leur inclusion s'effectue à l'intérieur de l'hélice hydrophobe. La stabilité des complexes a été corrélée aux dimensions de l'hélice qui dépendent des dimensions du ligand. Les ponts hydrogènes formés entre les unités glucoses adjacentes, les forces hydrophobes et les interactions dipolaires, créés entre le ligand et la macromolécule, seraient à la base de la stabilité de la structure. La polarité plus forte et la solubilité des composés d'arôme, en plus de leur forme et de leur taille, influencent la structure et la stabilité des complexes.

D'autres études suggèrent l'existence d'interactions entre les composés d'arôme et l'amylopectine (Langourieux et Crouzet, 1994 ; Arvisenet *et al.*, 2002). Ainsi, la rétention de l'acétate d'isoamyle en présence de maïs cireux, constitué uniquement d'amylopectine, confirme cette hypothèse (Langourieux et Crouzet, 1994).

En règle générale, quelque soit le traitement de l'amidon de maïs et la teneur en amylose, la rétention augmente avec la polarité du composé d'arôme. Ainsi, Boutboul *et al.* (2002) ont étudié l'influence de la teneur en amylose et des caractéristiques physiques (surface spécifique, forme et taille des granules) d'amidons de maïs d'origine différente et ayant subi des traitements différents. Les auteurs constatent que l'ordre croissant de la rétention correspond à l'ordre de polarité croissante, avec d-limonène < hexanoate d'éthyle < octanal < 1-hexanol.

Par ailleurs, d'autres auteurs ont mis en évidence l'existence de phénomènes de compétition, de synergie ou d'inhibition entre les composés d'arôme quant à leur aptitude à interagir avec les amidons (Godshall et Solms, 1992 ; Arvisenet *et al.*, 2002).

En conclusion, les agents de texture ajoutés dans nos yaourts ne sont pas neutres vis-à-vis du comportement des composés d'arôme dans la matrice. Ils sont susceptibles d'interagir avec les molécules odorantes et diminuer leur volatilité, voire leur mobilité au sein de la matrice.

2.2.2. Etudes des produits laitiers

L'ensemble des études citées précédemment a été conduit sur des milieux modèles simples, des solutions aqueuses ou des gels d'un seul constituant. Dans une matrice complexe, tels que les yaourts aromatisés, les composés d'arôme interagissent avec tous les constituants. Les conclusions obtenues dans des milieux simples peuvent aider à la compréhension des phénomènes, mais ne peuvent pas être directement appliquées aux produits réels.

Dans une étude très récente, Meynier *et al.* (2003) examinent la volatilité à 30°C des aldéhydes et des esters dans un lait écrémé par comparaison avec l'eau. Les auteurs observent de fortes diminutions du coefficient de partage $k_{\text{gaz/liquide}}$ des aldéhydes, de 40% pour l'hexanal et de 90% pour le trans-2-hexenal, mais moindre pour les esters (allant de 6 à 25%). Meynier *et al.* (2003) suggèrent des liaisons spécifiques, partiellement irréversibles du trans-2-hexenal avec les protéines laitières et des interactions hydrophobes pour les autres composés.

Enfin, rares sont les études réalisées sur les interactions constituants/composés d'arôme dans les yaourts brassés. Lee *et al.* (1995) et Lo *et al.* (1996) ont étudié l'impact de la concentration en matières sèches (MS) (sans matière grasse), de la concentration en épaississant et du pH sur la volatilité du diacétyl, de l'acétaldéhyde et de l'éthanol dans un lait acidifié. Ni la concentration en épaississant (gomme de guar) de 0,1 à 0,5%, ni la diminution du pH de 4,6 à 4,4, n'affectent le coefficient de partage gaz/lait acidifié (à 30°C) des trois composés d'arôme. En revanche, une augmentation la concentration en MS de 6% à 12% entraîne une augmentation de la volatilité des composés d'arôme. Les auteurs expliquent ce dernier résultat, soit par une augmentation des interactions protéine/protéine qui diminuerait le nombre de sites disponibles susceptibles de fixer les composés d'arôme, soit par un effet "salting out" dû à la présence du lactose.

Ainsi, dans une matrice telle que le yaourt, le comportement des composés d'arôme va être déterminé par l'effet combiné de tous les constituants.

2.3. LIBERATION DES COMPOSES D'AROME EN CONDITIONS DYNAMIQUES

La perception sensorielle induite par la consommation d'un aliment est un processus dynamique, régi par plusieurs facteurs de nature physico-chimique et sensorielle (figure I-10). Tout d'abord, la perception aromatique est déterminée par la quantité de composés d'arôme disponibles, non retenus par des liaisons physico-chimiques avec les constituants de la matrice, comme nous l'avons exposé précédemment. Ensuite, le flux du composé qui stimule les récepteurs olfactifs dépend de phénomènes de transfert de masse à travers le produit et à l'interface produit/phase gazeuse. Des méthodes physico-chimiques permettent d'appréhender ces deux étapes.

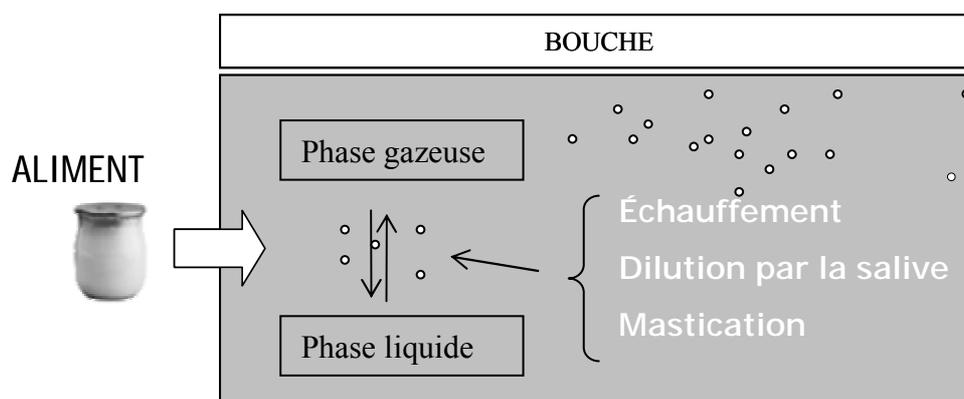


Figure I-10. Représentation schématique des étapes de transport des composés d'arôme de la consommation de l'aliment jusqu'à la perception sensorielle.

Mais, lors de la consommation, d'autres facteurs interviennent : le changement de température, la mastication, le flux salivaire et le transport convectif des composés d'arôme libérés de la matrice et entraînés vers l'épithélium olfactif lors du cycle de respiration.

De nombreux auteurs se sont intéressés aux phénomènes de libération des composés d'arôme en conditions dynamiques. Sans vouloir être exhaustif, les principales études seront exposées en fonction des événements "majeurs" survenant lors de la consommation en bouche.

a) Echauffement du produit

Lors de sa mise en bouche, un aliment de type produit frais (ou congelé) subit un réchauffement. L'augmentation de la température dans un intervalle de 10°C à 20°C peut affecter de manière significative la volatilité des composés d'arôme (Kieckbusch et King, 1979 ; Overbosch *et al.*, 1991 ; Roberts et Acree, 1995). En effet, l'explication physique de l'augmentation de la volatilité repose sur les lois thermodynamiques (équation I-3). Le coefficient de partage air/matrice d'un composé d'arôme est directement proportionnel à la pression de vapeur saturante du composé pur (P^{sat}), qui suit une loi exponentielle lorsque la température augmente. C'est cette évolution qui gouverne principalement l'influence de la température sur le coefficient de partage, car le coefficient d'activité varie peu avec la température, en comparaison avec la variation de P^{sat} .

Toutefois, c'est le temps de séjour de l'aliment en bouche qui va déterminer l'augmentation de la température et, par conséquent, celle de la volatilité des composés.

b) Dilution de l'aliment par la salive

La consommation d'un aliment est accompagnée d'une sécrétion de salive par les glandes salivaires. La haute polarité, la présence d'enzymes, ainsi que le pH neutre de la salive ont un impact sur la volatilité de certains composés d'arôme (Van Ruth *et al.*, 2001 ; Friel et Taylor, 2001 ; Buettner, 2002). Ainsi, Van Ruth *et al.* (2001) constatent un effet différencié de la présence de la salive : les protéines de la salive induisent une diminution de la rétention de composés d'arôme très volatils, tel que l'acétate d'éthyle, et une augmentation de celle des composés moins volatils et hydrophobes tels que le heptanal, l'hexanal et le butyrate d'éthyle.

Mais le flux salivaire semble dépendre de l'aliment (Taylor et Linforth, 1996). Par exemple, aucune dilution significative n'a été observée lors de la consommation de boissons. Pour un produit semi-liquide tel que le yaourt, l'influence de la salive mériterait d'être étudiée.

c) Destruction de la matrice par la mastication

La mastication augmente la surface de contact et le flux des composés d'arôme libérés est amélioré. De plus, la mastication peut modifier le profil aromatique du produit. Buettner et Schieberle (2000) ont montré que la quantité résiduelle de composés d'arôme dans une solution aqueuse après une mastication de 5 secondes ou de 1 minute varie jusqu'à 50%. Fait marquant, cette diminution est d'autant plus élevée que la longueur de la chaîne carbonée augmente.

Le temps de mastication est dépendant de la structure du produit et peut varier fortement d'un produit à l'autre. Par exemple, un quartier d'orange est mastiqué pendant un laps de temps, tandis que le jus d'orange ne reste en contact avec la cavité buccale que quelques secondes. Le temps de mastication, et donc le temps de séjour, pour un produit semi-liquide tel que le yaourt serait également faible.

d) Transfert des composés d'arôme vers la phase gazeuse

Les études instrumentales, intégrant les facteurs physiologiques qui interviennent lors de la consommation, sont peu nombreuses. Des tentatives de prédiction du comportement des composés d'arôme, dans des milieux simples, en conditions les plus proches possibles des conditions de consommation des produits, ont été entreprises par différents auteurs. Leurs modèles sont construits à partir de deux approches : théoriques (Overbosch *et al.*, 1991 ; Harrison et Hills, 1997) et empiriques (De Roos et Wolswinkel, 1994 ; Roberts et Acree, 1995 ; Friel *et al.*, 2000). Seuls les résultats marquants des travaux les plus récents sont rapportés ici.

Overbosch *et al.* (1991) proposent un modèle mécanistique de diffusion convective pour prédire la libération des composés d'arôme à partir d'une solution aqueuse en bouche. Les lois physiques telles que la loi de Fick sont à la base de leur théorie. Les paramètres du modèle sont le coefficient de partage ($k_{\text{gaz/produit}}$), les coefficients de diffusion dans l'eau et dans le gaz ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) ainsi que le débit de gaz ($\text{m} \cdot \text{s}$) qui entraîne les composés d'arôme vers l'épithélium olfactif. Les auteurs concluent que pour des composés très volatils ($k_{\text{gaz/produit}} > 10^{-2}$ à 25°C) leur libération est déterminée essentiellement par la diffusion dans l'eau (D_{eau}).

De manière analogue, Marin *et al.* (1999) ont proposé un modèle convectif qui permet de déterminer le flux des composés d'arôme libéré à partir de solutions aqueuses. Selon ce modèle, cette libération dépend bien évidemment du $k_{\text{gaz/eau}}$, mais aussi des coefficients de transfert de matière dans les deux phases. Le modèle a été validé pour cinq composés d'arôme en solutions (2-5 diméthylpyrazine, diacétyl, acétaldéhyde, menthone, sulfure de diméthyle), puis exploité sur des émulsions liquides (Doyen *et al.*, 2001). D'une manière générale, les auteurs concluent également que pour $k_{\text{gaz/eau}} < 10^{-4}$, le transfert de masse dans la phase gazeuse devient limitant, tandis que pour des $k_{\text{gaz/eau}} > 10^{-3}$, c'est le transfert dans la phase liquide qui est limitant.

Harrison et Hills (1997) ont développé quant à eux des modèles de prédiction de la libération des composés d'arôme à partir de plusieurs matrices dont des solutions de macromolécules. Les auteurs supposent que la phase liquide est agitée. Ils utilisent une cinétique de réaction du premier ordre pour prédire les interactions réversibles des arômes avec les macromolécules. La libération des composés à travers l'interface produit/phase gazeuse est représentée quant à elle par la théorie de pénétration. D'après ce modèle, la concentration en phase gazeuse des composés d'arôme au cours du temps dépend en particulier : 1) de la constante de liaison macromolécule/composé d'arôme (K_b) et de la concentration en macromolécules (c_b) qui déterminent le coefficient de partage $k_{\text{gaz/produit}}$; 2) du coefficient de transfert de matière ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$). Le coefficient de transfert de matière varie avec la racine carrée du coefficient de diffusion (équation de Stoke-Einstein) et, en conséquence, est inversement proportionnel à la racine carrée de la viscosité de la solution (Pa.s). Les auteurs prédisent la libération de deux composés d'arôme (diacétyle et heptan-2-one) à partir de solutions de polymères, dont les K_b sont connues. Il ressort que le K_b ne limite pas la vitesse de libération des composés volatils, tant que la quantité de composé libre initialement présente est très importante.

Ce modèle a été validé par les travaux de Bakker *et al.* (1998). Les auteurs suivent, au cours du temps, la concentration du diacétyle dans la phase gazeuse au-dessus d'une solution à différentes concentrations en gélatine. La cellule est régulée en température et agitée. Les auteurs constatent que la concentration en gélatine de 0 à 20 % entraîne une diminution de la vitesse de libération du diacétyle de 90% et du coefficient de partage $k_{\text{gaz/liquide}}$ de 60%. Par ailleurs, le coefficient de transfert de matière diminue bien proportionnellement à la racine carrée de la viscosité de la solution.

Nahon *et al.* (Nahon *et al.*, 1998 ; Nahon *et al.*, 2000) utilisent également l'équation de Harrison et Hills (1997) pour représenter la libération d'un arôme d'orange à partir de solutions à différentes concentrations en saccharose, agitées et avec ajout de salive. Les auteurs concluent qu'à des concentrations faibles en saccharose (<20%), c'est le coefficient de partage $k_{\text{gaz/liquide}}$ qui contrôle la libération, tandis qu'à fortes concentrations le coefficient de transfert de matière a un plus fort impact.

D'autres auteurs ne s'appuient pas sur une formulation mathématique, mais s'appliquent à reproduire le comportement de composés d'arôme dans des milieux simples, épais ou sucrés, à l'aide de "bouches artificielles". Ainsi, le système mis en place par Roberts *et al.* (Roberts et Acree, 1995 ; Roberts *et al.*, 1996) intègre l'addition de salive

artificielle, la régulation de la température à 37°C, la régulation du flux salivaire et la simulation des mouvements mécaniques de la mastication (vitesse de cisaillement de 100 s⁻¹). Dans ces conditions, les auteurs étudient l'effet de la viscosité ainsi que du type d'additif (saccharose, gomme guar et carboxyméthylcellulose) sur la libération des composés d'arôme mesurée en ligne dans un courant gazeux.

Pour une même viscosité de la solution, la concentration en composés d'arôme de la phase gazeuse varie d'une solution à l'autre. Cette observation confirme que les interactions avec la matrice, à même niveau de propriété rhéologique, affectent la libération des composés d'arôme.

Cependant, la réalisation d'une bouche artificielle est très complexe si on veut prendre en compte tous les paramètres physiologiques régissant la libération des composés en bouche. De plus, le temps d'analyse instrumentale est parfois trop long par rapport au temps de libération lors de la consommation d'un produit. Des mesures directes lors de la consommation du produit en bouche sont recherchées (Taylor et Mottram, 1996). Les techniques API-MS (Taylor et Mottram, 1996 ; Taylor *et al.*, 2000) et PTR-MS permettent de suivre en temps réel la libération des composés d'arôme dans l'air expiré à chaque cycle de respiration-expiration d'un sujet. Taylor *et al.* (2001), étudiant la consommation de gels biphasiques aromatisés à différentes concentrations en gélatine et agar, concluent que la libération des composés d'arôme est dépendante à la fois de la nature des composés d'arôme et de celle des gels. En revanche, Weel *et al.* (2002) et Hollowood *et al.* (2002), appliquant la technique API-MS, n'observent pas de différence de concentration des composés d'arôme libérés dans la cavité nasale lors de la consommation de gels de protéines sériques ou encore de solutions sucrées à différentes concentrations en hydroxy propyle méthyle cellulose (HPMC).

L'ensemble de ces études montre que la libération des composés d'arôme lors de la consommation, du produit reste un phénomène à explorer.

En conclusion, la majorité des modèles théoriques ou travaux expérimentaux révèlent que l'ajout d'agent de texture ou de sucres simples modifie la libération de composés d'arôme lors de la consommation du produit. Le coefficient de partage gaz/produit du composé d'arôme, bien qu'étant une grandeur thermodynamique à l'équilibre, constitue souvent un paramètre déterminant de la cinétique de libération. Dans des milieux modèles, la viscosité paraît avoir un impact négatif sur le coefficient de transfert de masse et donc sur la libération des composés d'arôme. Cependant, pour être sûr de l'impact sensoriel, la modification des

propriétés physico-chimiques et de la cinétique de libération des composés d'arôme doit être perceptible par les sujets. De plus, au niveau de la perception par le consommateur, d'autres mécanismes et interactions peuvent également intervenir dans l'appréciation finale du produit.

3. PROPRIETES SENSORIELLES DU YAOURT ET METHODES D'ETUDE DES INTERACTIONS TEXTURE/FLAVEUR

L'analyse sensorielle est et demeure aujourd'hui une approche indispensable à l'évaluation de la qualité d'un produit alimentaire. Etroitement associée à la caractérisation des propriétés physico-chimiques, elle peut être un outil d'aide à la maîtrise de la qualité et la formulation des produits transformés. Suite à la présentation des interactions composées d'arôme/produit en liaison avec les propriétés physico-chimiques des composés d'arôme et de celles du produit cible, l'objectif de ce chapitre est de faire l'état de l'art des qualités organoleptiques des yaourts et des méthodes sensorielles qui permettent d'étudier les interactions texture/flaveur.

3.1. QUALITES ORGANOLEPTIQUES DES YAOURTS : AROME, SAVEUR, TEXTURE ET SENSATIONS TRIGEMINALES

La qualité organoleptique des aliments regroupe les propriétés d'un produit perceptibles par les organes des sens (ISO 5492, 1992). Au cours de ce travail, nous nous intéresserons essentiellement aux sensations en bouche perçues lors de la consommation du produit : l'arôme, la saveur, la texture et les sensations trigéminales. Arôme et saveur peuvent également être regroupés sous le terme unique de flaveur.

L'odeur et **l'arôme** sont perceptibles par l'organe olfactif, l'odeur en "flairant" certaines substances volatiles, l'arôme par voie retro-nasale lors de la dégustation (ISO 5492, 1992). Dans les deux cas, les substances volatiles stimulent les récepteurs olfactifs qui sont placés dans la partie supérieure des fosses nasales. Dans un produit alimentaire, de nombreux composés d'arôme sont présents, mais pour qu'ils participent à l'arôme du produit, il faut que leur quantité soit supérieure à leur seuil de perception. Ce seuil est défini comme la quantité la plus basse du stimulus qui peut être perçue (Meilgaard *et al.*, 1991) et varie beaucoup d'un individu à l'autre (Lawless *et al.*, 1994). Pour l'arôme " yaourt ", l'acétaldéhyde est considéré comme le principal composé d'arôme, mais la 2,3 pentanedione, le dimethylsulfure, le limonène et l'undecanal ont également un impact (Imhof *et al.*, 1994). Par ailleurs, de nombreuses notes aromatiques supplémentaires peuvent être apportées au yaourt par ajout de composés d'arôme et de préparation de fruits.

La saveur correspond à la sensation perçue par l'organe gustatif lorsqu'il est stimulé par certaines substances solubles (ISO 5492, 1992). Les papilles gustatives sont localisées essentiellement au niveau de la langue. Cette réception chimio-sensorielle s'effectue en présence de la salive qui joue donc un rôle très important. Le yaourt est caractérisé par une saveur acide (Marshall, 1987) due à la présence d'acide lactique, produit à partir du lactose par les bactéries lactiques au cours de la fermentation. D'autres saveurs du yaourt, mais moins intenses, sont les saveurs sucrée et amère. La saveur sucrée est due à la présence du lactose non hydrolysé et du galactose produit au cours de la fermentation. Elle peut être renforcée par ajout de saccharose. La saveur amère, considérée indésirable, est due aux peptides amers produits par certains ferments ou à une contamination par des germes protéolytiques (Biliaderis *et al.*, 1992 ; Weber, 1994).

La texture est définie comme l'ensemble des propriétés mécaniques, géométriques et de surface d'un produit, perceptibles par les mécanorécepteurs, les récepteurs tactiles, et éventuellement les récepteurs visuels et auditifs (ISO 5492, 1992). Les propriétés mécaniques sont celles liées à la réaction du produit à une contrainte. Elles sont divisées en cinq caractéristiques primaires : dureté, cohésion, viscosité, élasticité et adhérence. Les propriétés géométriques sont celles liées aux dimensions, à la forme et à l'arrangement des particules dans un produit. Les propriétés de surface sont celles liées aux sensations telles que celles produites par l'eau et la matière grasse. La texture en bouche des yaourts est caractérisée le plus fréquemment par le caractère épais, nappant et "mouthfeel" (tableau I-5). Dans notre étude l'astringence sera aussi considérée comme un attribut de texture. En effet, Breslin *et al.* (1993) ont démontré que les perceptions tactiles sont la base primaire de cette sensation et les sensations gustatives sont secondaires.

Les sensations trigéminales sont les sensations véhiculées par le nerf trijumeau. Il innerve tout le visage, peau et muqueuses par trois branches principales : les branches ophtalmique, maxillaire et mandibulaire. Les fibres du nerf trijumeau peuvent être activées par des stimuli de nature différente : mécaniques, thermiques ou chimiques (irritants) (Dessirier, 1999). En réalité, les composés chimiques irritants peuvent stimuler également d'autres nerfs au niveau de la muqueuse orale et nasale (corde du tympan, nerf vague, glossopharyngien). A notre connaissance, aucune étude ne décrit les perceptions trigéminales associées au yaourt.

Les propriétés organoleptiques des yaourts fermes ou brassés, fabriqués selon différentes conditions opératoires (traitements thermiques du lait, souches de bactéries

Tableau I-5. Descripteurs, définitions et références, utilisés dans la littérature pour caractériser les perceptions en bouche des yaourts nature.

| Descripteur | Définition ou référence | Auteurs |
|-------------------------------|--|--|
| Texture en bouche "mouthfeel" | Sensation lisse perçue en écrasant le produit entre la langue et le palais | Rohm <i>et al.</i> (1994) |
| "mouthfeel" | Sensation en bouche relative à la densité et viscosité- faibles valeurs pour les produits liquides (watery) qui disparaissent rapidement et fortes pour les produits qui remplissent (fill) et restent en bouche | Folkenberg et Martens (2003) |
| Épais | Résistance du produit à s'écouler, évaluée en écrasant le produit entre la langue et le palais | Martin <i>et al.</i> (1999) |
| Nappant | Capacité du produit à former un film tapissant la bouche | Martin <i>et al.</i> (1999) |
| Poudreux | Perception de farineux sur la langue | Folkenberg et Martens (2003) |
| Arôme acétaldéhyde | Lait additionné de 0,66 mg/L ou de 0,2 mg/L d'acétaldéhyde | Harper <i>et al.</i> (1991) |
| | Solution aqueuse à 0,66 mg/L d'acétaldéhyde | Barnes <i>et al.</i> (1991) |
| | Similaire à l'arôme d'un fruit trop mûre | Folkenberg et Martens (2003) |
| Arôme yaourt | Yaourt avec 30 mg/L d'acétaldéhyde | Martin <i>et al.</i> (1999) |
| Arôme crémeux | Yaourt du commerce avec 30% de matières grasses | Martin <i>et al.</i> (1999) |
| Arôme levure | Solution à 1g/L de levure | Harper <i>et al.</i> (1991) |
| | Solution à 0,8 g/L de levures déshydratés du pain | Martin <i>et al.</i> (1999) |
| Arôme lait | Lait à 20 g/L de matière grasse | Harper <i>et al.</i> (1991) |
| Arôme lait cuit | Lait à 20 g/L de matière grasse chauffé à 90°C pendant 30s | Harper <i>et al.</i> (1991) |
| | Lait à 20 g/L de matière grasse chauffé à 92°C et refroidi à la température ambiante | Barnes <i>et al.</i> (1991) |
| | Similaire à l'arôme d'une soupe à lait cuit ("cooked buttermilk") | Folkenberg et Martens (2003) |
| Arôme brûlé | Yaourt préparé avec du lait stérilisé | Martin <i>et al.</i> (1999) |
| Saveur, flaveur | Intensité de la flaveur typique du yaourt (légèrement astringente à cause de la présence de l'acétaldéhyde et de composés aromatiques mineurs) | Rohm <i>et al.</i> (1994) |
| Acide | Solution à 3,2 g/L d'acide lactique | Harper <i>et al.</i> (1991) |
| | Solution à 1,6 g/L d'acide lactique | Barnes <i>et al.</i> (1991) |
| | Solution à 1 g/L d'acide lactique | Martin <i>et al.</i> (1999) |
| | Saveur acide basique | Folkenberg et Martens (2003) |
| Amer | Solution à 0,8 g/L de caféine | Harper <i>et al.</i> (1991) Barnes <i>et al.</i> (1991) |
| | Solution à 7,5 g/L de L-leucine | Martin <i>et al.</i> (1999) |
| | Saveur amère basique | Folkenberg et Martens (2003) |
| Astringent | Solution à 1,1 g/L d'aluminium | Harper <i>et al.</i> (1991) Barnes <i>et al.</i> (1991) |
| | Solution à 0,8 g/L d'aluminium | Martin <i>et al.</i> (1999) |
| | Absorbe la salive comme une banane insuffisamment mûre | Folkenberg et Martens (2003) |
| Sucré | Solution à 50 g/L de saccharose | Harper <i>et al.</i> (1991) Barnes <i>et al.</i> (1991) |
| | Saveur sucrée basique | Folkenberg et Martens (2003) |

lactiques, pH et température de fermentation) et de compositions différentes (en protéines laitières, etc...), ont été caractérisées par de nombreux auteurs (Barnes *et al.*, 1991b ; Harper *et al.*, 1991 ; Muir et Hunter, 1992 ; Skriver *et al.*, 1993 ; Rohm *et al.*, 1994 ; Martin *et al.*, 1999 ; Ott *et al.*, 2000). Beaucoup moins d'études sont disponibles dans la littérature pour les produits laitiers fermentés aromatisés (Barnes *et al.*, 1991a ; Stampanoni, 1994 ; Wendin *et al.*, 1997). Le tableau I-5 synthétise les principaux descripteurs utilisés dans la littérature pour caractériser les perceptions en bouche du yaourt nature, leur définition et les références utilisées lors de l'entraînement des sujets.

3.2. METHODES SENSORIELLES D'ETUDE DES INTERACTIONS TEXTURE-FLAVEUR

L'analyse sensorielle met en œuvre le sujet comme "instrument de mesure". Les méthodes utilisées pour caractériser les produits alimentaires peuvent être divisées en deux groupes principaux : méthodes discriminatives et méthodes descriptives. Il existe par ailleurs des méthodes non verbales, telles que le tri, encore peu utilisées par les analystes sensoriels.

3.2.1. Méthodes discriminatives

Les méthodes discriminatives visent à détecter la présence ou l'absence de différence sensorielle entre deux produits. Ces méthodes ne permettent ni d'identifier, ni de quantifier les différences. Les tests sont le plus souvent "à choix forcé", car une réponse est imposée aux sujets. Le principe de ces méthodes est le suivant : les sujets doivent comparer plusieurs échantillons et reconnaître ceux qui sont identiques entre eux ou différents (Touraille, 1998). Ils sont très simples à mettre en œuvre et à interpréter. Les principales épreuves appartenant à ce groupe sont l'épreuve triangulaire, l'épreuve duo-trio, l'épreuve par paire, l'épreuve A-non A, les épreuves p parmi n.

Les méthodes discriminatives ont un vaste domaine d'application et elles sont, le plus souvent, le préalable à des épreuves plus complexes comme les analyses descriptives. Par exemple, Cayot *et al.* (1998) débutent l'étude des interactions texture-flaveur dans des crèmes desserts, par des tests triangulaires. Ainsi, les auteurs s'assurent que le type d'amidon induit des différences de perception olfactive des produits avant d'examiner plus minutieusement ces interactions par une analyse descriptive.

3.2.2. Méthodes descriptives

Leur but est de décrire la nature des perceptions et de quantifier leur intensité, de manière à donner une carte d'identité du produit précise, reproductible et compréhensible par tous.

La première méthode descriptive décrite est la méthode du profil de flaveur (Flavour Profil Method), développée dans les années 50 par Little *et al.* (Murray *et al.*, 2001). Ultérieurement, Stone *et al.* (1974) apportent des améliorations méthodologiques et mettent au point l'analyse descriptive quantitative (QDA[®]) ou profil sensoriel conventionnel. De nombreuses variantes du profil sensoriel conventionnel existent aujourd'hui : le profil libre choix, le profil flash, le profil quantitatif de flaveur (QFP ou Quantitative Flavor Profiling), le profil de texture, la méthode SpectrumTM et la méthode de temps-intensité (Urdapilleta, 2001). Seules les analyses les plus fréquemment mise en œuvre vont être détaillées dans la suite de ce chapitre.

3.2.2.1. Analyse descriptive quantitative

Barthélémy (1998) définit l'analyse descriptive comme : la recherche d'un nombre minimum de descripteurs qui permettront de donner le maximum d'information sur les propriétés sensorielles du produit à analyser ; la mesure de l'intensité de la sensation perçue pour chacun des descripteurs choisis ; la construction du profil du produit à l'aide de l'ensemble des descripteurs quantifiés.

De nombreux auteurs utilisent l'analyse descriptive quantitative pour examiner les interactions texture-flaveur dans des produits laitiers (Wendin *et al.*, 1997 ; Hansson *et al.*, 2002) ou des milieux modèles (Pangborn et Szczesniak, 1974 ; Lundgren *et al.*, 1986 ; Walker et Prescott, 2000 ; Kälviäinen *et al.*, 2000).

L'application de cette méthode passe par plusieurs étapes, détaillées ci-dessous.

a) Sélection du jury

La littérature répertorie quatre critères sur lesquels doit porter la sélection (Lesschaeve, 1997) :

1. les aptitudes sensorielles : sensibilité normale, capacité discriminative, aptitude à décrire les sensations perçues, capacité à analyser des aliments complexes, aptitude à mémoriser et à reconnaître les arômes, à travailler sur des concepts abstraits ;

2. la personnalité du sujet, sa motivation à participer à l'étude ;
3. l'état de santé du sujet, le suivi d'un régime alimentaire spécifique ou l'existence d'allergies particulières ;
4. la disponibilité.

Les aptitudes sensorielles peuvent être testées à l'aide de nombreux tests sensoriels. La norme (ISO, 1993) recommande la réalisation de tests d'appariement, de classement et d'épreuves discriminatives et d'identification. Ces tests doivent être adaptés aux produits à caractériser (Issanchou et Lesschaeve, 1995).

La nécessité de considérer des critères liés à la personnalité pour sélectionner des sujets est soulignée par différents auteurs (Henderson et Vaisey, 1970 ; Lesschaeve, 1997 ; Murray *et al.*, 2001). Il est, en effet, souhaitable que les sujets manifestent de l'intérêt et de l'enthousiasme pour le travail proposé : il est conseillé d'éliminer les individus dominateurs ou passifs, voir indécis.

Les nombreux auteurs qui utilisent l'analyse descriptive pour examiner les interactions texture-flaveur (Pangborn et Szczesniak, 1974 ; Lundgren *et al.*, 1986 ; Guichard *et al.*, 1991 ; Wendin *et al.*, 1997 ; Kälviäinen *et al.*, 2000 ; Walker et Prescott, 2000), travaillent généralement avec un panel de 5 à 20 sujets mais rapportent rarement une étape de sélection des sujets. La disponibilité des sujets pour des études longues reste de manière générale un critère important pour le recrutement. Néanmoins, des exemples d'étape de sélection des sujets peuvent être mentionnés. Hansen et Heinis (1992) ont constitué un panel de 11 sujets, sélectionnés parmi 45 candidats à l'aide de tests de reconnaissance et de classement de solutions de caséine et de protéines de lactosérum aromatisées avec trois concentrations différentes en benzaldéhyde, citral et d-limonène. Les auteurs ont retenu les sujets ayant plus de 80 % de réponses justes.

b) Choix des descripteurs

Les descripteurs doivent répondre aux critères de : pertinence, précision, pouvoir discriminant, exhaustivité et éventuellement indépendance (MacLeod *et al.*, 1998). Le choix des descripteurs peut être effectué selon une des trois procédures suivantes : une liste préétablie est imposée aux sujets, la liste est élaborée par les sujets, ou une combinaison des deux procédures précédentes.

Dans le cas où il n'existe pas de liste prédéfinie, chaque sujet décrit tout d'abord individuellement les produits présentés (généralement représentatifs de la gamme des différences des produits étudiés) avec tous les termes qui lui viennent à l'esprit. Dans un

deuxième temps, la liste des descripteurs cités par les sujets est mise en commun et réduite après discussion. Les termes hédoniques, les termes non pertinents et les synonymes sont notamment éliminés. Ensuite, les sujets notent l'intensité de perception des termes de la liste réduite à partir d'une dégustation d'un nombre réduit de produits. Une deuxième réduction de la liste peut être effectuée en se basant sur la moyenne géométrique du nombre de citations du descripteur et de la somme des intensités données par l'ensemble du panel pour ce descripteur. La moyenne géométrique permet de donner le même poids aux descripteurs qui sont peu cités, mais évalués très intenses et aux descripteurs très cités mais perçus de faible intensité.

D'autres traitements statistiques peuvent être effectués à partir de cette deuxième liste. Barthélémy (1998) préconise la constitution pour chaque catégorie de descripteurs (aspect, flaveur, texture) d'une matrice descripteur/produit qui peut être soumise à une analyse factorielle des correspondances (AFC). Une classification ascendante hiérarchique des descripteurs peut aussi être effectuée. La liste définitive des descripteurs est fixée en choisissant les descripteurs les plus représentatifs de chaque groupe issus des analyses statistiques. Cependant, les outils statistiques doivent demeurer un guide et non le seul outil de décision (Stone *et al.*, 1980). La discussion avec l'animateur et entre les membres du panel est essentielle pour parvenir à un consensus.

Le nombre de descripteurs nécessaire pour caractériser les produits augmente très vite avec leur complexité. Cela représente un frein à l'analyse de produits complexes. Ainsi, dans des solutions aqueuses, Pangborn et Szczesniak (1974), afin d'étudier l'effet du type d'épaississant et de la viscosité sur les perceptions de texture et de flaveur, ont retenus quatre descripteurs, correspondant à chacune des catégories de perception. Baines et Morris (1987) n'en utilisent que trois. En revanche, pour des bonbons contenant différents épaississants, le panel de Kälviäinen *et al.* (2000) a utilisé 9 descripteurs : trois pour l'arôme, un pour la saveur et cinq pour la texture. De même, pour caractériser des laits acidifiés aromatisés et épaissis, neuf descripteurs ont été retenus par Wendin *et al.* (1997) : deux pour l'odeur, l'arôme et la saveur et trois pour la texture. Le nombre de descripteurs par catégorie de perception dépend des caractéristiques du produit. Par exemple, pour un produit à l'arôme complexe comme les confitures de fraise, épaissies avec différentes pectines, le panel construit par Guichard *et al.* (1991) a retenu 10 descripteurs d'arôme et seulement deux descripteurs pour la saveur et trois pour la texture.

c) L'échelle de notation

L'échelle de notation permet de quantifier l'intensité des perceptions. Les échelles d'intensité les plus souvent utilisées sont : ordinale (classement), d'intervalle, structurée en catégories numériques ou non structurées, et de rapport (Montet, 2001). Les différentes expérimentations réalisées pour comparer plusieurs types d'échelles donnent des résultats contradictoires. Elles ne permettent pas d'établir, de façon évidente, la supériorité d'une échelle sur une autre (Montet, 2001).

Dans la littérature relative aux interactions texture/flaveur, les échelles d'intervalle structurées (Pangborn et Szczesniak, 1974 ; Burns et Noble, 1985 ; Brennan *et al.*, 2002) ou non structurés trouvent une utilisation plus régulière (Lundgren *et al.*, 1986 ; Chai *et al.*, 1991 ; Jaime *et al.*, 1993 ; Wendin *et al.*, 1997 ; Yven *et al.*, 1998 ; Kälviäinen *et al.*, 2000 ; Walker et Prescott, 2000), mais les échelles de rapport sont également pratiquées dans le cas de procédures d'estimation de la grandeur (Moskowitz et Arabie, 1970 ; Baines et Morris, 1987 ; Hollowood *et al.*, 2002).

d) L'entraînement des sujets et le contrôle des performances

Après avoir choisi des descripteurs et de l'échelle de notation, les sujets sont entraînés à leur utilisation. L'entraînement consiste à homogénéiser la valeur sémantique des termes utilisés par le jury et à déterminer les protocoles de dégustation, surtout pour la texture. Il est également utile d'élaborer un lexique définissant chacun des termes employés. Des références externes concrètes représentant le descripteur peuvent être fournies aux sujets afin de les aider à créer les concepts sensoriels associés (Murray *et al.*, 2001). Pour des attributs complexes, les sujets peuvent ne pas être capable de généraliser les références standard aux produits à analyser (Murray *et al.*, 2001). Il est donc préférable que les sujets soient entraînés sur l'utilisation des descripteurs en prenant des références dans l'espace des produits à caractériser. Des exemples de références proposées pour l'entraînement des sujets à l'évaluation de yaourts naturels sont présentés dans le tableau I-5.

Lors de l'entraînement, il est important de suivre l'évolution des sujets afin d'adapter la suite du programme d'entraînement. Les critères sur lesquels porte l'évaluation des performances des sujets sont (Issanchou, 1997) :

- *le pouvoir discriminant* : l'aptitude des sujets à discriminer des échantillons qui varient dans les intensités des descripteurs. Il est généralement évalué par ANOVA à 1 facteur (produit) par sujet. Les sujets sont considérés comme

discriminant significativement les produits pour des probabilités associées inférieures à 0,05 ou 0,1. Une interprétation plus précise peut être obtenue par le F de Fisher. Cet indicateur permet de comparer la variance introduite par rapport à l'erreur de mesure, et correspond à la discrimination individuelle de chacun des sujets (Couronne, 2001).

- *la répétabilité* qui est évaluée en se basant sur le terme d'erreur (MSE) de l'ANOVA à 1 facteur (produit).
- *l'accord entre sujets sur l'utilisation des descripteurs et de l'échelle de notation.* L'existence d'une interaction calculée par l'ANOVA à 2 facteurs (produit, sujet) signale un désaccord entre les sujets.

Une meilleure discrimination des produits selon les descripteurs de texture par rapport aux descripteurs d'arôme est décrite par plusieurs auteurs. Ainsi, Lundgren *et al.* (1986) utilisent le profil conventionnel pour caractériser des gels formulés à trois concentrations en pectines et trois concentrations en arôme orange ont montré que le descripteur de texture différenciait l'espace produit sensiblement plus que le descripteur d'arôme : la fermeté des gels variait de l'ordre de six points sur une échelle de 10 et l'arôme orange d'un maximum de deux points. Cette observation peut être due à des différences de variations de texture et d'arôme intrinsèques aux produits, mais aussi à des différences de facilité de perception. Murray *et al.* (2001) considèrent que la description et la compréhension des descripteurs d'arôme, par exemple fruité, est plus difficile car ils représentent des percepts sensoriels plus complexes que d'autres, par exemple les descripteurs de couleur. Par conséquent, un nombre plus important de séances doit être prévu à l'entraînement sur les descripteurs d'arôme par rapport aux descripteurs des autres modalités sensorielles.

e) Organisation des séances

Le principe de base qui régit l'environnement de toute mesure sensorielle est l'obtention de la part du sujet d'une réponse qui ne dépend que du stimulus et qui, par conséquent, ne soit pas biaisée par l'environnement (Stringler, 1998). Tous les facteurs extrinsèques au produit (température, quantité présentée, récipient, ..) doivent être absolument constants.

Les échantillons sont codés avec des nombres à trois chiffres pris au hasard et sont présentés à l'aveugle. Ils peuvent être présentés simultanément (Mälkki *et al.*, 1993) ou de

façon monadique, c'est-à-dire l'un après l'autre (Pangborn et Szczesniak, 1974 ; Kälviäinen *et al.*, 2000 ; Walker et Prescott, 2000 ; Brennan *et al.*, 2002). Dans le premier cas, l'évaluation de chaque produit est relative aux autres produits évalués. Dans le deuxième cas, le sujet note dans l'absolu en faisant appel aux références construites lors de l'entraînement.

Dans le cas d'une évaluation monadique des produits, l'ordre de leur dégustation peut induire des artefacts dans le jugement des sujets dus à des effets de rang et de report (Callier, 2001). Par exemple, il a été constaté lors de nombreuses études que le produit évalué en premier a tendance à être surnoté par rapport aux produits évalués aux rangs suivants. L'effet de report provient du ou des produits précédant le produit évalué. Il paraît donc très important d'équilibrer le plan de présentation des produits par rapport à ces effets. Différentes possibilités existent : ordre de présentation aléatoire, plan en carrés latins, etc...(McFie *et al.*, 1989).

Afin d'éliminer l'effet du premier échantillon et recalibrer les sujets dans la gamme des produits, un échantillon d'échauffement peut être introduit pour débiter les séances d'analyse sensorielle (Pangborn et Szczesniak, 1974 ; Baines et Morris, 1987). Ainsi, Pangborn et Szczesniak (1974) présentent en début de séance deux produits contenant les concentrations maximales des deux facteurs de variation. La dégustation initiale d'échantillons contenant les concentrations maximales de stimuli gustatifs ou olfactifs est discutable au vu des phénomènes d'adaptation pouvant intervenir et altérer la justesse des notations. Des concentrations modérées paraissent plus adéquates pour initier la séance de dégustation sensorielle.

3.2.2.2. Autres méthodes descriptives

L'analyse descriptive conventionnelle permet d'obtenir la carte sensorielle détaillée et très complète des produits, mais nécessite des séances d'entraînement qui sont longues et coûteuses. De plus, il n'est pas rare que des désaccords entre les sujets subsistent dans l'interprétation des descripteurs, même après un entraînement important (Williams et Arnold, 1985). Par ailleurs, Lawless (1999) discute les limites liées à l'utilisation de la QDA pour la caractérisation d'arômes complexes. Le processus de notation de l'intensité olfactive par les sujets est basé sur un modèle psychophysique qui considère les odeurs ou les arômes comme des percepts analysables indépendamment. Or, les mélanges complexes d'odorants peuvent

être perçus comme unitaires. Le même phénomène peut-être constaté pour les arômes et les saveurs congruents (Hoang Dung, 2000). Pour ces raisons, d'autres méthodes d'analyses ont été développées.

a) Profil libre choix

Le profil libre choix est une méthode alternative qui présente l'avantage de limiter ou supprimer l'entraînement et d'éviter les désaccords éventuels des sujets dans l'utilisation de descripteurs communs. Elle a été développée par Williams et Langron (1984). Chaque sujet utilise ses propres termes et dispose d'une fiche individualisée pour caractériser l'espace produit.

La difficulté majeure dans l'utilisation de cette méthode réside dans l'interprétation des descripteurs, car les sujets non entraînés ont des capacités très différentes à s'exprimer (Lachnit *et al.*, 2003). Les données obtenues peuvent être traitées au moyen d'une méthode multidimensionnelle, l'Analyse Procustéenne Généralisée. Cette méthode permet de superposer les espaces produits des différents sujets tout en maintenant les relations entre produits. L'interprétation des axes s'avère souvent délicate, surtout pour les descripteurs d'arôme, en raison de la diversité des descripteurs individuels (Lachnit *et al.*, 2003) et, lorsqu'un même descripteur est utilisé par plusieurs sujets, de la variabilité des corrélations observées. Cependant le profil libre choix reste une méthode descriptive très rapide dont les résultats se sont avérés comparables à ceux de la méthode classique (Williams et Arnold, 1985 ; Lachnit *et al.*, 2003).

Peu d'auteurs utilisent la méthode du profil libre choix pour étudier les interactions texture-flaveur. Jaime *et al.* (1993) l'ont appliquée pour examiner l'impact de la concentration en gélatine et agents aromatisants sur la perception sensorielle d'un dessert modèle.

b) Méthode de Temps-Intensité

La perception des stimuli lors de la consommation d'un aliment est un processus dynamique. Or, aucune des méthodes d'analyse sensorielle décrites auparavant ne permet de prendre en compte la dimension temporelle des perceptions. La méthode de temps-intensité décrit l'intensité perçue au cours du temps. Pour un sujet, un produit et un descripteur, les résultats se présentent sous forme d'une courbe qui exprime l'intensité perçue en fonction du temps (Giboreau, 2001). Pour différencier les produits, les auteurs extraient généralement quatre paramètres des courbes temps-intensité : l'intensité maximale du descripteur (I_{\max}), le

temps qui correspond à l'intensité maximale (T_{\max}), la durée de la perception (T_{tot}) et l'aire sous la courbe.

La méthode de temps-intensité présente, cependant, des limites, mises en évidence par divers auteurs. Godart et Sauvageot (1993) montrent que les résultats du panel dépendent des instructions reçues lors de l'entraînement. De plus, de par sa lourdeur, un nombre réduit de descripteurs peut être évalué. La limitation à une seule échelle d'évaluation à la fois peut également induire des biais dans la réponse (Lawless et Clark, 1992). Par ailleurs, malgré l'entraînement, les sujets présentent de grandes différences dans l'utilisation de l'échelle, rendant le traitement des résultats peu aisé (Giboreau, 2001). Bien que différentes méthodes de traitement aient été proposées (Mac Fie et Liu, 1992 ; Overbosch *et al.*, 1986 ; Dijksterhuis et Eilers, 1997) aucune ne fait l'unanimité.

La méthode a été initialement développée pour étudier la persistance des saveurs sucrée, amère ou de l'astringence (Cliff et Heymann, 1993 ; Piggott *et al.*, 2000). Ultérieurement, elle a également été appliquée pour étudier les relations texture/flaveur dans des gels. Ainsi, plusieurs auteurs ont étudié, en temps-intensité, l'impact de la texture sur la perception olfactive au cours de la consommation (Mälkki *et al.*, 1993 ; Guinard et Marty, 1995 ; Linfoth *et al.*, 1999). Guinard et Marty (1995) ont travaillé avec un panel constitué de 20 sujets entraînés, qui évaluaient l'intensité de l'arôme du d-limonène, du benzaldéhyde et du butyrate d'éthyle de différents gels. Un temps de mastication de 15 secondes était imposé aux sujets. En revanche, Linfoth *et al.* (1999) n'imposent pas de temps de mastication dans leur étude de gels aromatisés. Par conséquent, les T_{\max} varient fortement d'un individu à l'autre, reflétant les différences interindividuelles de mastication. Malgré ces différences, les auteurs parviennent à montrer un effet significatif du type d'épaississant sur l'intensité maximale de l'arôme.

Malgré les inconvénients cités, la méthode temps-intensité étant la seule méthode sensorielle dynamique, elle connaît actuellement un grand essor. L'équipe de Taylor (Baek *et al.*, 1999) a mis en place un dispositif qui est particulièrement attrayant car il permet le couplage du temps-intensité avec les méthodes d'analyse physico-chimique API-MS qui permettent de suivre la libération de composés volatils et sapides au cours de la consommation.

3.2.3. Méthode non verbale : procédure de tri

La méthode de tri ne requiert pas de description des produits. De ce fait, elle est simple, rapide et facilement applicable à des sujets novices (Falahee et Macrae, 1995 ; Tang et Heymann, 1999). Cette méthode consiste à présenter l'ensemble des produits simultanément aux sujets et leur demander de les trier en groupes selon leur similitude. Une matrice de similitude est obtenue en sommant sur l'ensemble du groupe le nombre de fois que chaque paire de produits a été placée dans un même groupe. La matrice obtenue est analysée avec la technique de Multidimensionnal Scaling qui permet de positionner les produits évalués dans un espace à n dimensions de sorte que les distances dans l'espace obtenu soient les plus proches possibles des distances données par les sujets. L'inconvénient de cette méthode est qu'aucune information quantitative concernant le degré de ressemblance n'est obtenue.

A notre connaissance, les auteurs n'ont pas eu recours à cette méthode d'analyse sensorielle pour examiner les interactions texture-flaveur.

4. INTERACTIONS ENTRE TEXTURE ET FLAVEUR

Nous avons montré précédemment que les constituants du yaourt peuvent réagir avec les composés d'arôme, et de ce fait, modifier leur rétention et leur libération au cours de la consommation. D'autres événements s'ajoutent lors de la mise en bouche : la mastication, la température ainsi que la dilution par la salive. S'intéressant plus particulièrement au consommateur, le juge final de la qualité du produit, des interactions entre les différentes modalités sensorielles peuvent également avoir lieu. En effet, la consommation d'un produit stimule généralement simultanément le système visuel, olfactif, gustatif, somato-sensoriel et trigéminal. La représentation d'une modalité sensorielle peut être modifiée par les informations provenant d'une autre modalité. Ainsi, Rolls (2001) a montré que les projections olfactives et gustatives convergent au niveau de l'amygdale et que des modifications du signal gustatif sont provoquées par la superposition d'un signal olfactif. Le cortex orbitofrontal contiendrait des neurones multimodaux et serait la structure la plus probablement impliquée dans de telles interactions. Elles résulteraient de l'expérience perceptuelle qui accompagne la consommation d'un produit (Frank et Byram, 1988 ; Stevenson *et al.*, 1998). La complexité des phénomènes conduisant à la perception de l'arôme d'un produit alimentaire, montre ainsi que des considérations uniquement physico-chimique ou sensorielle ne peuvent suffire. Une double approche, physico-chimique et sensorielle, s'impose pour mieux comprendre la part de chaque type d'interaction et leur rôle dans la perception.

La compréhension de la nature des interactions texture-flaveur nécessite donc l'analyse des résultats sensoriels sans omettre l'aspect physico-chimique. Pour chaque type d'interaction, texture-arôme, texture-saveur et arôme-saveur, nous allons commencer par les études sensorielles suggérant des phénomènes de nature physico-chimique : des interactions spécifiques entre les stimuli et les constituants de la matrice ainsi que le transfert des stimuli vers les récepteurs olfactifs. Enfin des travaux suggérant des interactions purement sensorielles seront abordés. L'objectif principal de ce travail étant l'examen des interactions texture-arôme, l'accent porte sur les études axées sur cette problématique.

4.1. INTERACTIONS ENTRE LA TEXTURE ET L'ARÔME

Dans la majorité des travaux, l'impact de la texture sur la perception olfactive est indirectement examiné en étudiant l'effet de facteurs modifiant les propriétés rhéologiques des produits sur la perception de l'arôme. Bien que de nombreux auteurs aient exploré cette problématique, les études sont menées principalement dans des milieux modèles : des solutions ou des gels aqueux épaissis avec des agents de texture et aromatisés. Par ailleurs, les agents de texture ainsi que les gammes de concentrations testées sont très différents et la caractérisation des propriétés rhéologiques des produits est effectuée avec des méthodes variées. De plus, les hypothèses explicatives émises par les auteurs semblent conditionnées par les méthodes d'analyse employées. De ce fait, la comparaison et la généralisation des effets observés deviennent très difficiles. Néanmoins, l'ensemble des études, synthétisé dans les tableaux I-6 et I-7, révèle trois axes principaux de réflexion, détaillés ci-dessous.

4.1.1. Interactions physico-chimiques spécifiques entre agents de texture et composés d'arôme, ayant un impact sur les propriétés sensorielles

a) Un nombre plus important de travaux examinent l'effet des agents de texture sur la perception olfactive plutôt que le phénomène inverse (l'impact des composés d'arôme sur la perception de la texture).

La majorité des auteurs qui examinent plusieurs agents de texture et/ou composés d'arôme s'accordent sur un impact de l'ajout d'agents de texture sur la perception d'arôme dépendant du couple agent de texture/composé d'arôme. Toutefois, la mise en évidence d'un effet du type d'agent de texture nécessite l'examen de matrices iso-intenses en texture perçue ou d'iso-valeurs des propriétés rhéologiques. Bien que de nombreux auteurs testent plusieurs agents de texture lors de la même étude, peu respectent ces conditions permettant de conclure sur la nature des interactions.

Pangborn et Szczesniak (1974), les premiers auteurs à s'intéresser au sujet, ont réalisé une étude très complète. Les auteurs ont testé toutes les combinaisons de cinq hydrocolloïdes à quatre concentrations conférant quatre iso-niveaux de viscosité perçue, et de quatre composés d'arôme, de propriétés physico-chimiques différentes, à trois concentrations, soit en tout 320 échantillons. L'étude est effectuée en solution aqueuse, mais la gamme de

Tableau I-6. Synthèse des travaux en milieux modèles (aqueux) étudiant l'impact de la texture sur la perception olfactive

| Auteurs | Agent de texture (AT) | Agent d'aromatisation (AA) | Paramètres analysés | Facteurs d'impact sur l'intensité de la perception aromatique (I_a) |
|--------------------------------|--|--|--|--|
| Pangborn et Szczesniak (1974) | HPC (18-42 g/L), Xanthane (0,3-1,8g/L), CMC-L (3-18 g/L) et M (1-8 g/L), Alginat de sodium (0,6-2,4 g/L) | Acétaldéhyde (0-160 mg/L), Acide butyrique (0-400 mg/L), Sulfure de diméthyle (0-6 mg/L), Acétophénone (0-60mg/L) | - η_a (5-87cps), 4 niveaux de viscosité orale - Viscosité orale - Intensité aromatique - Saveur totale | • Effet du type de l'agent de texture • Effet de la nature de l'agent d'aromatisation |
| Lundgren <i>et al.</i> (1986) | Pectine (1-2,8%) | Arôme orange (0,0095-0,0280%) | - Force de rupture (N/m^2) - Ferme, - Intensité aromatique totale - Sucré, acide. | • [AT] $\nearrow \Rightarrow I_a \searrow$ - Impact faible de la [AA] sur I_a |
| Baines et Morris (1987) | Guar à 3 masses molaires : H, L et M (0,03-1%) | Arôme fraise (0,2%) | - η_a - Intensité aromatique - Sucré | • [AT] > c^* $\Rightarrow I_a \searrow$ |
| Chai <i>et al.</i> (1991) | Alginat (16,3-25,8 g/kg), Carraghénane (6,3-10 g/kg), Agar (2,0-4,7 g/kg) | Arôme orange (0,9 g/kg) | - Iso-fermeté des gels - Module de cisaillement (N/m^2) et force de rupture (g) - Ferme, lisse - Intensité arôme orange - Sucré | • I_a , alginat < I_a , agar < I_a , carraghénane • [AT] $\nearrow \Rightarrow I_a \searrow$ |
| Hansen et Heinis (1991) | Caséinate de sodium (0,125-0,5%), Concentré de lactosérum (0,125-0,5%) | Vanilline (78,5%) | Classement selon intensité aromatique | • [AT] $\nearrow \Rightarrow I_a \searrow$ |
| Hansen et Heinis (1992) | Caséinate de sodium (0,125-0,5%), Concentré de lactosérum (0,125-0,5%) | Benzaldéhyde (17,8 ppm), d-Limonène (53 ppm), Citral (19,8 ppm) | Classement selon intensité aromatique | • Effet de la nature de l'agent d'aromatisation ([AT] $\nearrow \Rightarrow I_a$ (benz.aldéhyde) \searrow) |
| Jaime <i>et al.</i> (1993) | Gélatine (5 et 7%) | Framboise (0,75 et 1,25%), Caramel (0,5 et 1%) | - Module de compression et de cisaillement - Profil Libre Choix | • Effet de la nature de l'agent d'aromatisation • [AT] $\nearrow \Rightarrow I_a \searrow$ - [AA] $\nearrow \Rightarrow$ Propriétés rhéologiques et descripteurs texture $\approx c^{te}$. - [AA] $\nearrow \Rightarrow I_a \approx c^{te}$. |
| Mälkki <i>et al.</i> (1993) | Guar (0,61-0,90%), CMC (0,67-1,07%), Gomme d'avoine (0,75-1,07%) | Hexanoate d'éthyle (1), a-pinène (2), Acide cinnamique (3). | - iso- η (230-500mPa) - Intensité aromatique - Sucré | • Effet de la nature de l'agent d'aromatisation (prédominant) (I_{max} (1) > I_{max} (2) > I_{max} (3)) |
| Guinard et Marty (1995) | Amidon de maïs (4,5-6,5%) (a), Gélatine (1,2 -2%) (b), Iota-carraghénane (1,2-1,8%) (c) | Benzaldéhyde (60 ppm), Butyrate d'éthyle (10 ppm), d-limonène (180 ppm) | \approx Iso-fermeté des gels (32-143 g) - Intensité aromatique (T/I) | • Effet du type de l'agent de texture - Pas de corrélation fermeté des gels/ I_{max} |
| Wilson et Brown (1997) | Gélatine (5-25%) | Arôme banane | -Electromyographie -Intensité aromatique -Sucré | > [AA] $\nearrow \Rightarrow I_a, max \searrow$ - Point de fusion des gels $\nearrow \Rightarrow I_a, max \searrow$ |
| Yven <i>et al.</i> (1998) | Guar (0 - 0,3%), Xanthane (0,01-0,5%) | Oct 1- èn 3- ol (7 ppm) (1), Disulfure de diallyle (0,4 ppm) (2), Diacétyle (0,9 ppm.) (3) | - iso- η_a (à $10 s^{-1}$) $k_{air/matrice}$ - Intensité arôme champignon (1) ; arôme ail (2) ; arôme beurre (3) ; - Intensité aromatique totale. | • Effet de la nature de l'agent d'aromatisation (\searrow de I_a "ail" en présence de AT) • Effet du type de l'agent de texture pour le disulfure de diallyle ($I_{a, guar}$ (2) < $I_{a, xanthane}$ (2) < $I_{a, eau}$ (2)) |
| Hollowood <i>et al.</i> (2002) | HPMC (0,0625-2%) | Arôme fraise (200 ppm), Benzaldéhyde (10-100 ppm) | -Libération des CA dans la cavité nasale lors de la consommation (APCI-MS) - Intensité arôme fraise - Arôme amande | • [AT] > c^* $\Rightarrow I_a \searrow$ - Pas d'effet [AT] sur la libération des composés d'arôme |
| Weel <i>et al.</i> (2002) | Lactosérum (4-11%) | Butyrate d'éthyle (150 ppm) (1), Diacétyle (150 ppm) (2) | - [CA] (HS) sur les gels - [CA] dans la cavité bucale lors de la consommation des gels (APCI-MS) - Fermeté des gels (Pa) - Intensité aromatique | • [AT] $\nearrow \Rightarrow I_a \searrow$ - Pas d'impact de [lactosérum] sur la libération des composés d'arômes dans la cavité nasale. |
| Cook <i>et al.</i> (2003) | HPMC ($c^*=5, 7$ g/L) Guar ($c^*=1,9$ g/L) λ-carraghénane ($c^*=4,8$ g/L) à concentrations (1/4 – 14/4) c^* | Acétate d'isoamyle (100 ppm) | - η_a (1-5 mPa) - [CA] dans la cavité bucale lors de la consommation des gels (APCI – MS) - Arôme banane | • Effet du type de l'agent de texture • [AT] > c^* $\Rightarrow I_a \searrow$ |

[AT] et [CA] = concentration en agent de texture et en composé d'arôme ; \nearrow = augmentation ; \searrow = diminution ; $\approx c^{te}$ = pas de modification ; \Rightarrow = entraîne ; > = supérieure ; c^* = concentration critique ; HS = méthode "headspace" ; API-MS = méthode "ionisation chimique à pression atmosphérique couplé à la spectrométrie de masse" ; η et η_a = viscosité et viscosité apparente.

concentrations des épaississants correspond à celle de produits alimentaires liquides. La viscosité apparente ainsi que l'intensité des perceptions d'odeur, d'arôme, de saveur et de viscosité orale sont évaluées. Les résultats montrent un effet de l'agent de texture sur la perception olfactive dépendant de l'hydrocolloïde et du composé d'arôme. Pour une même viscosité apparente des solutions, l'ajout de hydroxypropylcellulose (HPC) influence significativement l'intensité olfactive de tous les composés d'arôme, tandis que l'ajout de xanthane n'affecte que celle de deux d'entre eux. Par ailleurs, les intensités olfactives du sulfure de diméthyle et de l'acide butyrique sont significativement réduites par la présence de tous les hydrocolloïdes, alors que celle de l'acétophénone ne l'est que par l'HPC. Mais, le comportement de l'acétaldéhyde est inverse des autres : son intensité augmente en présence de quatre des cinq hydrocolloïdes.

D'autres auteurs confirment le caractère spécifique des interactions agents de texture/perception des composés d'arôme, testant différents agents de texture et différents composés d'arôme dans des solutions ou des gels en conditions d'iso-propriétés rhéologiques, iso-viscosité apparente ou iso-fermeté (Chai *et al.*, 1991 ; Mälkki *et al.*, 1993 ; Guinard et Marty, 1995 ; Yven *et al.*, 1998). Guinard et Marty (1995), par la méthode temps-intensité, intègrent la dimension dynamique. Les sujets ont évalué au cours du temps l'intensité de perception de trois composés d'arôme de trois gels de même fermeté instrumentale, à base d'amidon de maïs, de gélatine et de carraghénane. Les auteurs concluent à des différences significatives de l'intensité maximale perçue et de la durée totale en fonction de l'agent de texture utilisé. Les gels de carraghénane sont systématiquement perçus moins aromatisés que les gels d'amidon et de gélatine. Yven *et al.* (1998) déterminent les coefficients de partage des composés d'arôme entre la phase gazeuse et des solutions épaissies iso-visqueuses ainsi que l'intensité de perception des notes aromatiques associées. Les auteurs constatent que l'ajout d'agents de texture entraîne une diminution de l'intensité de l'arôme "ail" et du $k_{\text{air/matrice}}$ du composé associé, ce qui leur permet d'expliquer les effets sensoriels observés par les interactions physico-chimiques entre composé d'arôme et agent de texture.

Peu d'études ont été menées sur les produits réels et à des propriétés rhéologiques variables selon l'agent de texture utilisé (Pangborn *et al.*, 1978 ; Guichard *et al.*, 1991 ; Wendin *et al.*, 1997 ; Cayot *et al.*, 1998 ; Kälviäinen *et al.*, 2000 ; Walker et Prescott, 2000 ; Brennan *et al.*, 2002). Guichard *et al.* (1991) ont testé l'effet de pectines HM et LM sur la perception olfactive de confitures de fraise. La composition en composés d'arôme de l'espace

Tableau I-7. Synthèse des travaux étudiant l'impact de la texture sur la perception olfactive de produits alimentaires complexes

| Auteurs | Produits | Agent de texture (AT) | Agent d'aromatisation (AA) | Paramètres analysés | Facteur d'impact sur l'intensité de la perception aromatique (I_a) |
|---------------------------------|-----------------------------------|---|--|---|--|
| Pangborn <i>et al.</i> (1978) | Jus de tomate, Jus d'orange, Café | HPC (1,8-9 % p/v), XN (0,11-0,81%), CMC-L (0,2-3%) et M (0,2-1,6%) et Alginate de sodium (0,25- 1,2%) | Tomate (jus) Orange (jus) Café (jus) | - η_a - Viscosité orale - Intensité aromatique - Saveur (acide, sucré, amer) | • Effet du type de l'agent de texture |
| Guichard <i>et al.</i> (1991) | Confiture fraise | Pectine HMP (0-0,4%), Pectine LMP (0-0,6%) | Arôme fraise | -Composition HS (GC-MS) - Consistance en bouche - Saveur (3 termes) - Intensité aromatique (10 termes) | • Effet du type de l'agent de texture |
| Wendin <i>et al.</i> (1997) | Laits acidifiés | Gélatine (0,1 et 0,5 %), Xanthane (0,65 et 0,9 %) Pectine (0,05 et 1 %) | Maltol (0,6 g/L) ; Butyrate de méthyle (0,02 g/L) | - η - Epais, lisse - Intensité arôme fruit, maltol - Sucré, acide | • Effet de la nature de l'agent d'aromatisation (Ajout d'AT $\Rightarrow I_{a, \text{maltol}} \searrow$) |
| Cayot <i>et al.</i> (1998) | Dessert lacté | Amidon de pomme de terre (7% (p/v)) (1), Amidon de maïs (7 %) (2), Amidon de maïs cireux (7%) (3), Amidon modifié de maïs cireux (7 %) (4) | Acétate d'isoamyle (330 μ l/L) | - η , force (N, compression uniaxiale) -Surface du pic du CA (HS) -Test triangulaire et de classement selon intensité aromatique | • Effet du type de l'agent de texture ($I_a(1) > I_a(2) > I_a(3) > I_a(4)$) - L'ajout de CA affecte les propriétés rhéologiques |
| Kälviäinen <i>et al.</i> (2000) | Bonbons gélifiés | Pectine (1), Gélatine (2), Amidon (3), Gélatine+ Amidon (4). (concentrations non spécifiés). | Arôme fraise (0,7 et 1,4 mL/kg) | - Texture (5 descripteurs) - Acide - Intensité aromatique | • Effet du type de l'agent de texture ($I_a(2) < I_a(3) < I_a(4) < I_a(1)$) - Pas d'effet [CA] sur I_a . |
| Walker et Prescott (2000) | Jus de pomme | CMC (0,02-0,1 %), Xanthane (0,01-0,042 g/L), Pectine (0,1-0,5 g/L) | Arôme pomme | -iso- η (2 à 4 mPa) - Composition HS - Intensité aromatique (7 termes) - Sucré, acide - Epais, astringent | • Effet du type de l'agent de texture (Ajout pectines $\Rightarrow I_a$ miel, pomme cuite \searrow) |
| Brennan <i>et al.</i> (2002) | Yaourts brassés | Deux types d'amidons qualifiés comme "épais" et "peu épais" | Arôme barbe à papa Arôme citron vert Arôme fraise | - G' et G" - Epaisseur - Intensité aromatique - Couleur | • Aucun impact significatif de la perception de la texture sur la perception olfactive. |

[CA] = concentration en composé d'arôme ; \nearrow = augmentation ; \searrow = diminution ; \Rightarrow = entraîne ; > = supérieure ; HS = méthode "headspace" ; η et η_a = viscosité et viscosité apparente ; G' et G'' = module élastique et visqueux.

de tête, la consistance et la flaveur sont évaluées. L'ajout de pectines modifie la perception de la flaveur, mais l'effet dépend du type de pectines et de composé d'arôme. L'ajout de pectines HM diminue à la fois la concentration en composés majeurs de l'espace de tête, l'intensité totale fraise et les notes typiques, mais augmente l'intensité de la note "fruit confit". Les auteurs concluent à des interactions pectines/composés d'arôme qui expliquent la diminution de l'intensité perçue. Mais le cas de la note "fruit confit" ne peut pas être expliqué par des interactions physico-chimiques. Wendin *et al.* (1997), dans des laits acidifiés épaissis avec de la gélatine, du xanthane ou de la pectine, rapportent une diminution de l'intensité olfactive du composé apolaire en fonction du type d'épaississant, mais pas d'impact sur l'intensité de perception du composé polaire. Dans une étude plus récente, Walker et Prescott (2000) étudient l'influence de l'agent de texture sur la qualité organoleptique de jus de pomme. En ce qui concerne l'arôme, les résultats de l'analyse sensorielle mettent en évidence une diminution significative de deux des sept notes aromatiques avec l'ajout de pectines.

L'ensemble des études sensorielles et/ou physico-chimiques conduisent à émettre l'hypothèse que des *liaisons chimiques covalentes ou de faible énergie (hydrophobes) entre les agents de texture et les composés d'arôme sont à l'origine de la modification de la perception olfactive*. Hansen et Heinis (1991 ; 1992) ont montré une diminution de l'intensité de perception des aldéhydes (benzaldéhyde et vanilline) en solution de protéines de lactosérum et très peu d'effet sur le citral. Ces auteurs n'ont pas effectué d'analyses physico-chimiques, mais d'autres auteurs (Kim et Min, 1989 ; Fischer et Widder, 1997) ont mis en évidence des liaisons chimiques entre les caséines et les aldéhydes ce qui expliquerait cette diminution d'intensité. Les composés apolaires (hydrophobes) semblent être plus retenus par les matrices épaissies, tandis que les polaires seraient libérés. Ainsi, la volatilité des composés apolaires tels que le benzène d'éthyle, le styrène, le sulfure d'éthyle (Schirle-Keller *et al.*, 1992), l'hexanal et l'hexanone (Franzen et Kinsella, 1974) diminue en solution de CMC ou de gomme de guar. Par ailleurs, le sulfure de diméthyle, composé apolaire, est perçu moins intense en présence de ces épaississants (Pangborn et Szczesniak, 1974). Au contraire, les composés les plus polaires tels que le diacétyl et l'acétaldéhyde deviennent plus volatiles (Schirle-Keller *et al.*, 1992) et les solutions épaissies sont perçues plus intenses en arôme (Pangborn et Szczesniak, 1974). Mais certaines observations ne confirment pas l'hypothèse mentionnée ci-dessus. Ainsi, en présence de CMC, l'acide butyrique, composé polaire peu volatile, est perçu moins intense (Pangborn et Szczesniak, 1974) et l'octanone et l'heptanoate d'éthyle, composés apolaires/peu volatiles, plus intenses (Schirle-Keller *et al.*, 1992).

En conclusion, des interactions physico-chimiques entre les composés d'arôme et les agents de texture peuvent modifier la perception olfactive des produits. L'ensemble des études met en évidence l'intérêt d'une approche couplée incluant analyses physico-chimiques et sensorielles.

b) Le phénomène inverse, c'est-à-dire l'impact de la présence de composés d'arôme sur les propriétés rhéologiques ou la perception de la texture, est nettement moins étudié. Ainsi, parmi les auteurs qui examinent la perception sensorielle de matrices épaissies et aromatisées, seuls quelques uns d'entre eux s'intéressent à la perception de texture et uniquement trois étudient précisément l'impact de l'aromatisation sur la texture perçue (Pangborn et Szczesniak, 1974 ; Cayot *et al.*, 1998 ; Brennan *et al.*, 2002).

De plus, les conclusions des auteurs sont contrastées. Une réduction de la viscosité mesurée (< 20%) et perçue en bouche (< 7%) de solutions de CMC, d'alginat de sodium et de xanthane, en présence d'un des quatre composés d'arôme étudiés (acide butyrique) est mise en évidence par Pangborn et Szczesniak (1974). L'ajout de différents hydrocolloïdes entraîne aussi une diminution de la perception olfactive de ce composé. Les auteurs suggèrent que la formation de complexes entre les hydrocolloïdes et l'acide butyrique est à l'origine des effets observés. Pour des desserts lactés d'amidons, Cayot *et al.* (1998) rapportent un impact de l'ajout d'acétate d'isoamyle sur les propriétés rhéologiques des gels, dépendant du type d'amidon. Cependant, l'augmentation significative de la fermeté instrumentale des gels de maïs lors de l'ajout d'acétate d'isoamyle, probablement due à la formation de complexes d'inclusion entre l'amylose et l'acétate d'isoamyle, n'est pas perçue par le panel (Cayot *et al.*, 1998). De même, Brennan *et al.* (2002) ne reportent aucun effet significatif du type d'arôme sur la perception de la texture de yaourts brassé aromatisés.

En général, l'impact des composés d'arôme sur les propriétés rhéologiques et/ou la texture, peu étudié, ne permet pas de conclure. Néanmoins, des effets ont été observés et ils semblent dépendre de la nature du composé d'arôme et de l'agent de texture utilisé.

4.1.2. Phénomènes de transfert liés à la concentration en agent de texture, ayant un impact sur la perception olfactive

De nombreux auteurs suggèrent un impact des propriétés rhéologiques conférées aux matrices par les agents de texture sur le transfert des composés d'arôme vers la phase gazeuse et, par conséquent, vers les récepteurs olfactifs.

Ainsi, Baines et Morris (1987) ont développé une théorie intéressante concernant les matrices semi-solides ou liquides, qui a servi de référence à de nombreux auteurs. Trois types de gomme de guar de diverses masses moléculaires (faible, moyenne et élevée) ont été testés, à 9 concentrations. Chaque échantillon est aromatisé avec un arôme fraise. Les matrices de gomme de guar, comme de tous les polymères, en concentration au-dessous de la concentration critique c^* , passent brusquement d'une solution diluée constituée de polymères enroulés, libres de mouvement à un réseau de polymères emmêlés. Les auteurs se sont interrogés sur l'impact de tels changements sur la perception de flaveur. Ils ont montré que la perception d'arôme était directement liée à c^* . Pour des concentrations inférieures à c^* , elle paraît indépendante de la concentration en guar. Pour des concentrations supérieures à c^* , l'intensité de la perception d'arôme diminue avec la concentration en agent de texture (figure I-11).

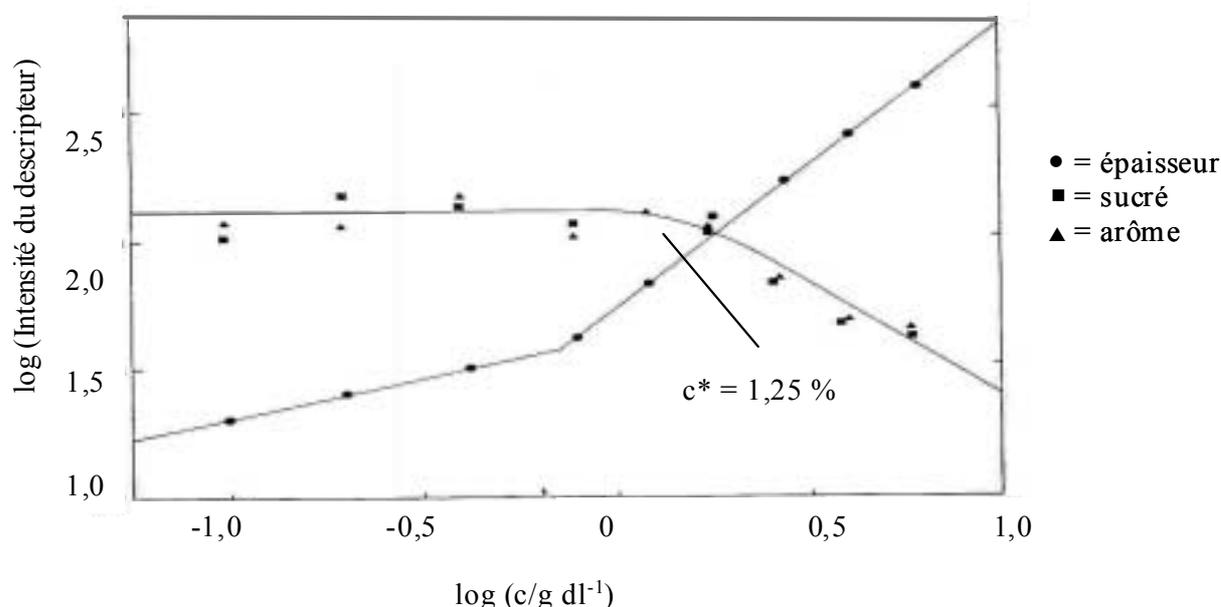


Figure I-11. Intensité de perception de l'épaisseur, de la saveur sucrée et de l'arôme en fonction de la concentration des solutions en gomme de guar L (Baines et Morris, 1987).

Les auteurs expliquent ainsi les résultats obtenus : au-dessus de c^* , les chaînes de l'épaississant sont forcées à s'interpénétrer et à former un réseau emmêlé qui ralentit la diffusion des composés d'arôme vers les récepteurs et donc la perception de la flaveur diminue rapidement avec la concentration. Comme l'augmentation de la concentration entraîne une augmentation de la viscosité des solutions, cette hypothèse paraît en accord avec le modèle de prédiction de la libération des composés d'arôme dans des solutions épaissies de Harrison et Hills (1997). En effet, ce modèle suppose que le coefficient de transfert de masse est inversement proportionnel à la racine carrée de la viscosité. Cependant, d'après les résultats de Baines et Morris, l'intensité de perception olfactive paraît moins liée à la viscosité de la solution qu'aux caractéristiques propres à chaque agent de texture, telles que la viscosité intrinsèque $[\eta]$, définie au préalable. Ainsi, si on se réfère à l'espace que le polymère occupe ($c \cdot [\eta]$) au lieu de sa concentration (c), les résultats concernant les solutions de trois différents polymères convergent (figure I-12).

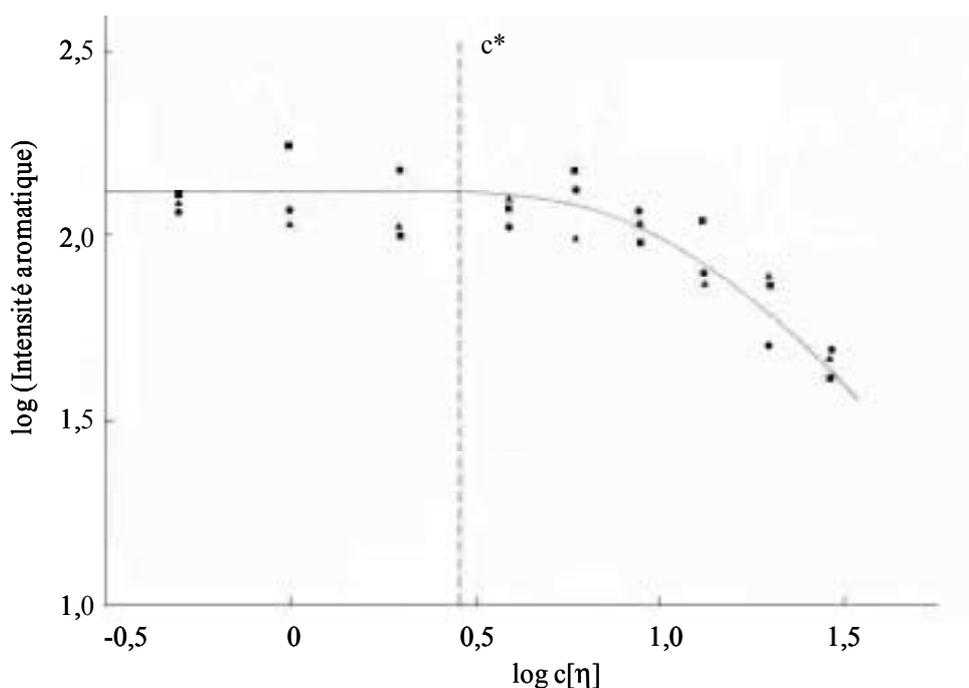


Figure I-12. Relation entre l'espace occupée par chacune des gommés L(●), M (▲) et H (■) ($c[\eta]$) et l'intensité aromatique des solutions (Baines et Morris, 1987).

Par la suite, de nombreux auteurs ont confirmé la diminution d'intensité de la perception olfactive avec la concentration en agents de texture dans des milieux gélifiés, tels que les gels de pectines ou des solutions à fortes concentrations en agents de texture (Lundgren *et al.*, 1986 ; Hansen et Heinis, 1991 ; 1992 ; Chai *et al.*, 1991 ; Jaime *et al.*, 1993 ;

Cook *et al.*, 2003). En effet, les concentrations testées, bien qu'en général, les auteurs ne fournissent pas cette information, paraissent supérieures à c^* . L'amplitude de la diminution de la perception olfactive de matrices gélifiées aromatisées paraît dépendre des caractéristiques intrinsèques des gels, conférées par chaque agent de texture spécifique, tel que le point de fusion. Wilson et Brown (1997) montrent que l'augmentation du point de fusion entraîne une diminution de l'intensité de la perception aromatique.

Cependant, certains auteurs n'observent pas systématiquement d'impact de la concentration en épaississant sur la perception olfactive rétronasale (Pangborn et Szczesniak, 1974 ; Mälkki *et al.*, 1993 ; Guinard et Marty, 1995 ; Walker et Prescott, 2000). Les faibles concentrations testées, probablement inférieures à c^* pourraient expliquer les résultats de Pangborn et Szczesniak (1974). La difficulté de notation des descripteurs d'arôme, révélée par de nombreux auteurs, est une autre explication possible des contradictions avec l'étude de Baines et Morris.

Par ailleurs, la nature des composés d'arôme ne conditionne probablement pas uniquement les liaisons physico-chimiques avec les agents de texture, mais également leur transfert dans les matrices épaissies. Divers auteurs postulent que les composés très volatils sont les moins libérés par l'épaississement de la matrice, mais ils n'effectuent pas d'analyses physico-chimiques en appui de leur hypothèse. Les résultats des analyses de libération en dynamique cités plus haut (§ 3.3) vont dans le même sens. La viscosité des solutions aurait un impact plus important sur les composés les plus volatils, la phase de transfert à la surface du produit étant la phase limitante dans leur libération de la matrice (Roberts *et al.*, 1996).

De plus, des facteurs physiologiques tels que la mastication, la salive, l'échauffement, interviennent sur le transfert des composés d'arôme dans la bouche vers les récepteurs olfactifs. Les études physico-chimiques montrent que l'impact de ces facteurs est dépendant de la nature des composés d'arôme. Cayot *et al.* (1998) mettent en évidence l'impact de différents amidons sur la perception de l'acétate d'isoamyle dans des crèmes desserts constituées d'amidon, de saccharose et de poudre de lait écrémé. Les crèmes desserts d'amidon de pommes de terre et de maïs sont perçues plus intenses en arôme que celles à base d'amidon de maïs cireux et maïs cireux modifié. Mais cette différenciation des produits ne peut pas être expliquée à partir des mesures physico-chimiques en conditions d'équilibre ou en dynamique. Les auteurs suggèrent des phénomènes de déstructuration des gels lors de la

mastication, de dilution par la salive et d'hydrolyse des amidons par les enzymes salivaires, qui modifient les équilibres matrice/composé d'arôme ainsi que leur libération.

Les résultats de ces études tendent à montrer que les propriétés rhéologiques des matrices ont une influence sur la perception olfactive. Les mécanismes qui régissent ces effets demeurent mal maîtrisés.

4.2. INTERACTIONS SENSORIELLES ENTRE PERCEPTIONS DE TEXTURE ET D'AROME

Les rares études publiées récemment révèlent un impact de la perception de texture sur la perception aromatique. La réalisation d'analyses sensorielles couplées avec des mesures physico-chimiques en conditions dynamiques permet aux auteurs de conclure sur la nature des interactions. Weel *et al.* (2002) évaluent l'intensité de la perception aromatique (temps/intensité), la fermeté instrumentale et la concentration en composés d'arôme dans la phase gazeuse (HS) ou dans la cavité nasale lors de la consommation (API-MS) de gels aromatisés de différentes concentrations en lactosérum. Bien que l'intensité de la perception aromatique diminue avec la concentration en protéines et la fermeté des gels, la concentration en composés d'arôme dans la cavité nasale ou dans la phase gazeuse paraît indépendante de la fermeté des gels. Les auteurs suggèrent que la perception de la texture détermine la perception de l'arôme.

Cook *et al.* (2003) confirment l'effet réducteur de la concentration d'agents de texture au-delà de c^* sur la perception de la note banane. Mais la concentration du composé d'arôme associé, l'acétate d'isoamyle, dans la cavité nasale lors de la consommation des solutions apparaît relativement indépendante du type et de la concentration en épaississant. En revanche, les auteurs observent une corrélation très forte de la perception olfactive avec la contrainte exercée en bouche (oral shear stress), déterminée à l'aide de l'équation de Kokini (1985). Cook *et al.*, de même que Weel *et al.* (2002), émettent l'hypothèse d'une modulation de la perception olfactive par les perceptions somatosensoriels. Mais les auteurs n'évaluent pas la perception de la texture qui permettrait de vérifier leur hypothèse. De même, Hollowood *et al.* (2002) confirment les résultats sensoriels de Baines et Morris (1987), en mettant en doute la seule explication physico-chimique des interactions texture-arôme observées (Baines et Morris, 1987 ; Harrison et Hills, 1997). Dans des solutions sucrées d'hydroxy propyl méthyle cellulose (HPMC) de concentration allant jusqu'à $2,1.c^*$, l'intensité

perçue de l'arôme fraise ou amande diminue pour des concentrations supérieures à c^* . Cependant, ce travail montre que la libération et la rétention des composés d'arôme ne sont manifestement pas affectées par la concentration en épaississant. Les concentrations en butyrate d'éthyle (fraise) ou en benzaldéhyde (amande), mesurées dans la cavité nasale, simultanément à l'évaluation sensorielle lors de la consommation des solutions, sont stables. De même, la concentration en benzaldéhyde de l'espace de tête des solutions de HPMC ne varie pas. Par ailleurs, Hollowood *et al.* (2002) démontrent que pour chaque concentration en HPMC, la perception olfactive dépend de la concentration en sucre. Par conséquent, ils suggèrent que la diminution de la perception olfactive de solutions épaissies et sucrées s'explique par des interactions sensorielles arôme/saveur. Ces interactions sont détaillées dans le paragraphe suivant.

En conclusion, des interactions sensorielles peuvent exister entre la perception de la texture et la perception aromatique. Mais cette piste d'interprétation reste très peu explorée et nécessite des approfondissements.

4.3. AUTRES INTERACTIONS SENSORIELLES

4.3.1. Interactions entre la texture et la saveur

Les saveurs typiques des yaourts étant l'acide et le sucré, les études relatives à ces perceptions sapides, sans prétendre être exhaustif, seront plus particulièrement détaillées. La plupart des travaux concernent l'impact de différents agents de texture sur la saveur sucré dans des milieux modèles aqueux (tableau I-8).

La grande majorité des études concluent que, lorsqu'il existe, l'effet de l'ajout d'agent de texture sur la perception gustative est un effet dépresseur de la saveur. De même que pour la perception olfactive, cet effet semble être dépendant du type d'agent de texture et du composé sapide (Pangborn *et al.*, 1973 ; Chai *et al.*, 1991 ; Mälkki *et al.*, 1993 ; Cook *et al.*, 2002). Mais, très peu d'auteurs travaillent en conditions d'iso-viscosité ou iso-intensité sapide. Par conséquent, il est difficile de conclure sur un effet physico-chimique agent de texture/stimuli sapide. Seuls Mälkki *et al.* (1993) testent deux niveaux d'iso-viscosité des solutions conférés, par l'ajout de trois différents agent de texture et deux niveaux de saveurs

Tableau I-8. Synthèse des travaux en milieu model (aqueux) étudiant l'impact de la texture sur la perception gustative

| Auteurs | Agent de texture (AT) | Agent sapide (AS) | Paramètres analysés | Facteurs d'impact sur l'intensité de la perception gustative (I_g) |
|--------------------------------|--|---|---|--|
| Moskowitz et Arabie (1970) | CMC de sodium | Acide citrique (0,000312-0,01 M), Sulfate de quinine (0,000031-0,001 M), Glucose (0,125-2,0 M), Chlorure de sodium (0,0625-2,0 M) | - η_a (1-1000 cps) - Saveurs : acide, amer, sucré, salé | • [AT] $\nearrow \Rightarrow I_g \searrow$ (Intensité sapide = $k \times \eta_a^{-n}$ ou n varie avec AS) |
| Arabie et Moskowitz (1971) | CMC de sodium | Saccharose (2-64% p/p) Saccharine de sodium (0,01-3,2% p/p) | - η_a (1-10000 cps) - Sucré | • [AT] $\nearrow \Rightarrow I_g \searrow$ (Intensité sucré = $k \times \eta_a^{-n}$ ou varie avec AS) |
| Pangborn <i>et al.</i> (1973) | HPC (1-3,4%), Xanthane (0,06-0,16%), CMC-L (0,3-1,20%), CMC-M (0,2-0,80%) Sodium alginate (0,09-3,3%) | Acide citrique (0,002-0,012) Chlorure de sodium (0,10-0,65%) Saccharose (2-8%) Saccharine (0,002-0,016%) Caféine (0,009-0,072%) | - η_a (4-72 cps) - Saveurs : acide, amer, sucré, salé | • Effet du type de l'agent de texture • Effet de la nature de l'agent sapide |
| Christensen (1980) | CMC H, CMC M et CMC L conférant des viscosités de 1-1296 sck | Saccharose (0,06-1,0 M), Chlorure de sodium (0,05-0,8 M) | - η_a (1-1296 sck) - Saveurs : sucré, salé | • Effet du type de l'agent de texture • [CMC-H], [CMC-M] $\nearrow \Rightarrow I_g$ salé, sucré \searrow |
| Izutsu <i>et al.</i> (1981) | CMC H (0,48-2,26%), CMC M (1,02-3,62%), CMC L (2,08-5,41%) | Saccharose (4%-16%) | - η (ps) - Sucré | • [AT] $\nearrow \Rightarrow I_g \searrow$ $I = 0,86 [\text{saccharose}]^{1,04} \eta^{-0,08}$ |
| Lundgren <i>et al.</i> (1986) | Pectine (1-2,8%) | Arôme orange (0,0095-0,0280%) | - Force de rupture - Ferme - Arôme totale, - Saveurs : sucré, acide | • [AT] $\nearrow \Rightarrow I_g \searrow$ |
| Baines et Morris (1987) | Gomme guar à 3 masses molaires : H, L et M (0,03-1%) | Saccharose (10%) | - η_a - Arôme - Sucré | • [AT] > c^* $\Rightarrow I_g \searrow$ |
| Chai <i>et al.</i> (1991) | Alginate (1,63-2,58%), Carraghénane (0,63-1,0%), Agar (0,20-0,47%) Isofermeté des gels | Saccharose (273 g/kg) | - Module de cisaillement (N/m^2) et force de rupture (g) - Ferme, lisse - Sucré - Intensité arôme orange | • Effet du type de l'agent de texture ($I_g, \text{alginate} < I_g, \text{agar} < I_g, \text{carraghénane}$) - Force de rupture $\nearrow \Rightarrow I_g \searrow$ |
| Mäilkki <i>et al.</i> (1993) | Guar (0,61-0,90%), CMC (0,67-1,07%), Gomme d'avoine (0,75-1,07%) | Aspartame (0,1325%) (1) Saccharose (10 et 30%) (2) Fructose (9 et 25,4%) (3) | - iso- η (230-500mPa) - Sucré - Intensité aromatique | • Effet du type de l'agent de texture ($I_g, \text{avoine} > I_g, \text{CMC} > I_g, \text{guar}$) • Effet nature de AS |
| Hollowood <i>et al.</i> (2002) | HPMC (0,0625-2%) | Saccharose (2%) Saccharose (2 - 8%) | - Paramètres rhéologiques (courbe d'écoulement) - Sucré - Intensité aromatique | • [AT] > c^* $\Rightarrow I_g \searrow$ (mais moins marqué que pour l'intensité aromatique) |
| Cook <i>et al.</i> (2002) | HPMC (0,2 et 1,0%) Guar λ -carraghénane | Aspartame (250 ppm) (1) Saccharose (5%) (2) Fructose (4,5%) (3) Neohesperidin (4) dihydrochalcone (39 ppm) (4) Chlorure de sodium (0,35%) (5) Acide citrique (600 ppm) (6) Hydrochloride de quinine (26 ppm) (7) | - Saveurs : acide, sucré, salé | • Effet de la nature de l'agent sapide ([AT] $\nearrow \Rightarrow I_g(1) + (5) \searrow$) • Effet du type de l'agent de texture |
| Cook <i>et al.</i> (2003) | HPMC ($c^*=0,57\%$) Guar ($c^*=0,19\%$), λ -carraghénane ($c^*=0,48\%$) à concentrations (1/4 - 14/4) $\times c^*$ | Saccharose (50 g/L) | - η (1-5 mPa) - Sucré | • [AT] > c^* $\Rightarrow I_g \searrow$ |

[AT] = concentration en agent de texture ; \nearrow = augmentation ; \searrow = diminution ; \Rightarrow = entraîne ; > = supérieure ; c^* = concentration critique ; η et η_a = viscosité et viscosité apparente.

sapides (sucrés) dans une solution aqueuse. Les auteurs observent que l'intensité de la saveur sucrée est systématiquement moins réduite par l'ajout de gomme d'avoine que de carboxyméthylecellulose ou carraghénane. De plus, la saveur sucrée de l'aspartame est moins affectée que celle du saccharose ou du fructose.

Ces résultats conduisent à l'hypothèse que des interactions spécifiques de nature physico-chimique pourraient exister entre les agents de texture et les composés sapides. La quantité des composés sapides qui stimule les papilles gustatives serait diminuée et, par conséquent, l'intensité de la perception gustative également.

En revanche, de nombreux auteurs examinent l'impact, soit de la concentration en agent de texture, soit de la viscosité correspondante des solutions épaissies, sur la perception sapide. En général, une diminution de la perception gustative accompagne l'épaississement de la matrice. Les premières études sont celles de Moskowitz et Arabie (1970) et Arabie et Moskowitz (1971). Les auteurs ont montré une diminution de l'intensité sapide de différents stimuli gustatifs à des concentrations supraliminaire avec l'augmentation de la viscosité de solutions de carboxyméthylecellulose (1 à 1000 cps). Moskowitz et Arabie (1970) quantifient la relation entre l'intensité de perception du stimulus et la viscosité de solution de CMC à l'aide d'une fonction puissance ($\text{Saveur} = k \cdot \text{Viscosité}^n$, $R^2 > 0,9$). Les coefficients varient de 0,18 (pour l'amer) à -0,06 (pour le salé). Ultérieurement, d'autres auteurs ont confirmé ces observations pour d'autres agents de texture (Christensen, 1980 ; Lundgren *et al.*, 1986 ; Chai *et al.*, 1991). Baines et Morris (1987) mettent en évidence une diminution de la perception sucrée du saccharose dans des solutions de gomme de guar, mais pour des concentrations plus élevées que la concentration critique c^* (figure I-11). Cook *et al.* (2002) et Hollowood *et al.* (2002) confirment cette diminution en fonction de la concentration critique pour des solutions de HPMC, gomme de guar et λ -carraghénane ainsi que des composés sucrants, tels que le saccharose, le fructose et aspartame. De plus, Hollowood *et al.* (2002), par une procédure de régression polynomiale, corrèlent l'intensité de la perception sucrée du saccharose dans des solutions de HPMC avec la concentration en épaississant, la concentration en saccharose et leur interaction ($R^2 = 0,85$). De même, Izutsu *et al.* (1981) suggèrent que la perception du stimulus gustatif ne peut pas être prédite uniquement à partir de la viscosité des solutions et intègrent également la concentration en stimulus. Les intensités calculées sont en accord avec les résultats de Christensen (1980) concernant les solutions de CMC-H pour des concentrations de saccharose de 4-16 % et de viscosité de 1 à 100 ps.

Les mécanismes intimes à l'origine de ces dernières observations restent encore inconnus. Des pistes d'explication sont fournies par des études physico-chimiques. L'hypothèse principale est celle d'un transfert plus lent des molécules sapides vers les papilles gustatives dans des milieux plus visqueux. Kokini (1987) a développé des modèles de prédiction en se basant sur les équations de transfert de masse et les coefficients de diffusion des molécules sapides dans des solutions liquides et semi-liquides. Dans le cas des gels, des caractéristiques telles que le point de fusion semblent jouer un rôle sur la perception gustative. Une autre explication est l'effet indirect de la réduction de la mobilité de l'eau dans des solutions épaissies à l'aide d'hydrocolloïdes. En effet, la mobilité de l'eau favoriserait non seulement le transport mais aussi la détection de substances sapides (Mathlouthi, 1984 ; Mathlouthi *et al.*, 1986 ; Mathlouthi et Seuvre, 1988). Cependant, aucun des modèles ne semble faire l'unanimité. De plus, ils sont adaptés à des milieux modèles liquides ou semi-liquides, mais non aux produits réels.

D'autres études plus récentes intègrent la dimension sensorielle de l'impact des agents de texture sur la perception gustative. Cook *et al.* (2003) observent une très bonne corrélation entre la perception de la saveur sucrée et les contraintes exercées dans la bouche. Les auteurs suggèrent que la perception gustative est modifiée par la perception de la texture elle-même.

L'autre facette des interactions texture-saveur est l'impact des composés sapides sur la perception de la texture. Naturellement, l'ajout de composés sapides en quantité conséquente, augmentant la matière sèche de la matrice, entraîne une augmentation de la viscosité instrumentale et éventuellement de la texture perçue. En revanche, peu d'études permettent de comprendre d'une part si les interactions éventuelles spécifiques composé sapides/agent de texture, évoquées au début de ce paragraphe, ont un impact sur la viscosité ou la perception de la texture et, d'autre part si la perception sapide a un impact sur la perception de la texture. (Pangborn *et al.*, 1973) ont étudié 25 couples d'agents sapides et d'hydrocolloïdes de différents comportements rhéologiques. De façon générale, l'effet des stimuli sapides sur la viscosité mesurée et perçue oralement, dépend de l'agent de texture. Cependant, il est possible que l'effet sensoriel soit dû non pas à la perception gustative, mais à une modification de la viscosité des échantillons en raison de l'addition de l'agent sapide lui-même. Dans le cas de la caféine, la viscosité perçue diminue significativement lors de l'ajout de trois agents de texture sans que la viscosité mesurée soit affectée. Les auteurs, en plus des explications de nature physico-chimique, émettent l'hypothèse d'une modulation de la perception de texture par la

réception thermique et chimique. Pour des gammes de viscosité plus importantes, Christensen (1980) observe une diminution de la perception de l'épaisseur de solutions de CMC-L avec l'ajout d'acide citrique, mais pas d'effet de la caféine. Ces observations seraient dues à la modification des propriétés rhéologiques des matrices (Pangborn *et al.*, 1973 ; Christensen, 1980).

D'autres auteurs, maîtrisant la viscosité instrumentale des matrices, concluent à des interactions de nature sensorielle. Burns et Noble (1985) montrent que pour la même viscosité apparente de Vermouths, la viscosité perçue augmente avec la concentration en sucres. Les auteurs attribuent cette observation à l'augmentation de la perception sucrée du saccharose.

Que l'origine du phénomène soit physico-chimique ou perceptuelle, la texture affecte la perception gustative. Cette conclusion doit être prise en compte dans l'étude des interactions texture-flaveur.

4.3.2. Interactions entre l'arôme et la saveur

Les sucres étant des constituants présents en quantité conséquente dans nos yaourts, l'attention sera dirigée vers les interactions résultant de la présence concomitante de molécules sucrantes et de composés d'arôme, sans oublier la saveur acide. Par ailleurs, un nombre plus important d'études a été mené sur les stimuli sucrés.

Divers auteurs rapportent une modification de la perception olfactive en présence d'agents sapides, ainsi que de la perception gustative en présence de composés d'arôme, dépendant de la nature de l'agent sapide et des composés d'arôme (Kuo *et al.*, 1993 ; Stampanoni, 1993). Mais les auteurs n'effectuent pas d'analyses physico-chimiques qui permettraient d'éclaircir la nature des interactions. Différentes hypothèses explicatives peuvent être discutées.

Au vu de travaux relevant de la physico-chimie, des liaisons spécifiques physico-chimiques entre les composés d'arôme et les composés sapides sont peu probables. De même, des interactions physiologiques au niveau des récepteurs, de par leur localisation bien distincte, paraissent improbables (Noble, 1996). En revanche, les études physico-chimiques montrent que la présence des molécules sucrantes, immobilisant l'eau disponible de la matrice, peut affecter la concentration des composés d'arôme en phase gazeuse. Cet effet,

mentionné dans le paragraphe I.2, serait dépendant de la nature chimique des composés d'arôme. Pour les esters, un effet "salting out" est mis en évidence (Kieckbusch et King, 1979 ; Cayot *et al.*, 2000 ; Le Thanh *et al.*, 1992 ; Nahon *et al.*, 2000). D'autres auteurs ont montré une plus forte rétention de composés d'arôme hydrophobes (De Roos et Wolswinkel, 1994 ; Nahon *et al.*, 1998).

Cependant, les auteurs qui effectuent des analyses sensorielles concluent plutôt à des interactions cognitives entre les perceptions olfactives et gustatives. Les études examinant l'impact des composés d'arôme sur la perception gustative évoquent un effet exhausteur de certaines perceptions aromatiques sur la saveur sucrée. Par exemple, Frank et Byram (1988) montrent que, pour la même concentration en saccharose, les sujets perçoivent la crème fouettée aromatisée à la fraise comme étant plus sucrée que la crème fouettée nature. Mais cet effet n'est pas observé avec un arôme beurre de cacahuète. Plus récemment, Stevenson *et al.* (1999) confirment l'impact de la perception aromatique sur la saveur en soulignant qu'il dépend de la nature des perceptions sapides et olfactives associées. D'autres auteurs révèlent un impact de la perception gustative sur la perception olfactive. Kuo *et al.* (1993) observent un effet exhausteur du saccharose et un effet dépresseur de l'acide citrique ou du chlorure de sodium sur l'arôme vanille de solutions aqueuses. L'intensité et la persistance de la note fruitée de solutions aqueuses d'arôme orange augmentent en présence de saccharose et d'acide citrique. Enfin, Bonnans et Noble (1993) et Davidson *et al.* (1999) mettent en évidence par la méthode temps/intensité que la perception retronasale de la note menthe d'un chewing-gum suit davantage la libération de saccharose que du menthol.

Une intégration cognitive des perceptions olfactives et gustatives, pourrait être à l'origine des effets observés (Rolls, 2001). Schifferstein (1996) suggèrent l'importance de la "congruence" entre les deux perceptions dans de telles interactions. La congruence est définie comme "l'harmonie avec laquelle les deux perceptions vont être combinées dans un produit alimentaire". Cette notion est fortement dépendante de la co-occurrence des deux perceptions dans des situations habituelles de consommation. Par exemple, les aliments ayant un arôme fraise sont souvent sucrés. Pour des stimuli non congruents (arôme jambon/saveur sucrée) aucun effet exhausteur de l'arôme n'est observé. Clark et Lawless (1994) évoquent le phénomène de "halo-dumping" pour expliquer l'effet exhausteur de l'arôme sur la saveur sucrée. L'effet halo résulte du fait que la présence d'une caractéristique, considérée positive pour un produit, induit une opinion positive sur une autre caractéristique, en apparence sans

lien. Par exemple, pour un lait, l'addition de vanilline augmente l'intensité sucrée. L'explication proposée est que les sujets considèrent que la présence d'arôme de vanille est un élément positif pour le lait et entraîne logiquement l'augmentation de certains autres attributs qui sont recherchés dans un lait à la vanille, tel que l'intensité sucrée (Hoang Dung, 2000). L'effet dumping se produit lorsque les sujets doivent évaluer sur une seule échelle d'intensité (saveur sucrée) un mélange de plusieurs perceptions (sucrée et note aromatique fraise par exemple). En ne présentant au sujet qu'une seule échelle, il peut reporter ("dump") sa seconde perception sur la seule échelle disponible. Ce biais de réponse disparaît dès que les sujets disposent d'une échelle par perception.

Enfin, bien qu'une explication physico-chimique de l'impact des composés sapides sur la perception olfactive paraisse envisageable, les interactions cognitives arôme-saveur semblent déterminantes.

En conclusion générale, cette synthèse bibliographique révèle l'intérêt d'une double approche, physico-chimique et sensorielle, pour la compréhension de la nature des interactions entre la texture et la flaveur des yaourts.

Chapitre II.

MATERIELS ET METHODES

1. PREPARATION DES MATRICES

1.1. FABRICATION DES YAOURTS BRASSES AROMATISES

1.1.1. Préparation des matières premières

Les yaourts ont été réalisés à partir d'un lait U.H.T. écrémé (Lactel, Lactalis, France), additionné à 50 g/L de saccharose (sucre en poudre Daddy, Sucre Union, France) et enrichi avec de la poudre de lait écrémé (Régilait, France). Afin de maintenir constante la quantité de matière sèche dans le lait enrichi, la composition en poudre de lait variait en fonction de l'ajout ou non de l'épaississant : 50 g/L pour les yaourts sans épaississant et 43 g/L pour les yaourts avec la dose maximale en épaississant (7 g/L). L'épaississant a été systématiquement présolubilisé dans une solution aqueuse à 600 g/L de sucre à l'aide d'un mixer (Waring Production Division, Fischer France) avant d'être ajouté progressivement au lait enrichi.

Le lait enrichi, sucré (et, selon les essais, additionné d'épaississant) a subi un traitement thermique de 92°C pendant 5 minutes, dans un échangeur thermique constitué de deux serpentins en série. Le premier serpentin était plongé dans un bain d'huile à 102°C pour le préchauffage et le deuxième dans un bain d'eau à 92°C (figure II-1). La dispersion des temps de séjour dans cet échangeur, mesurée à l'aide d'une sonde de conductivité électrique, était inférieure à deux minutes.

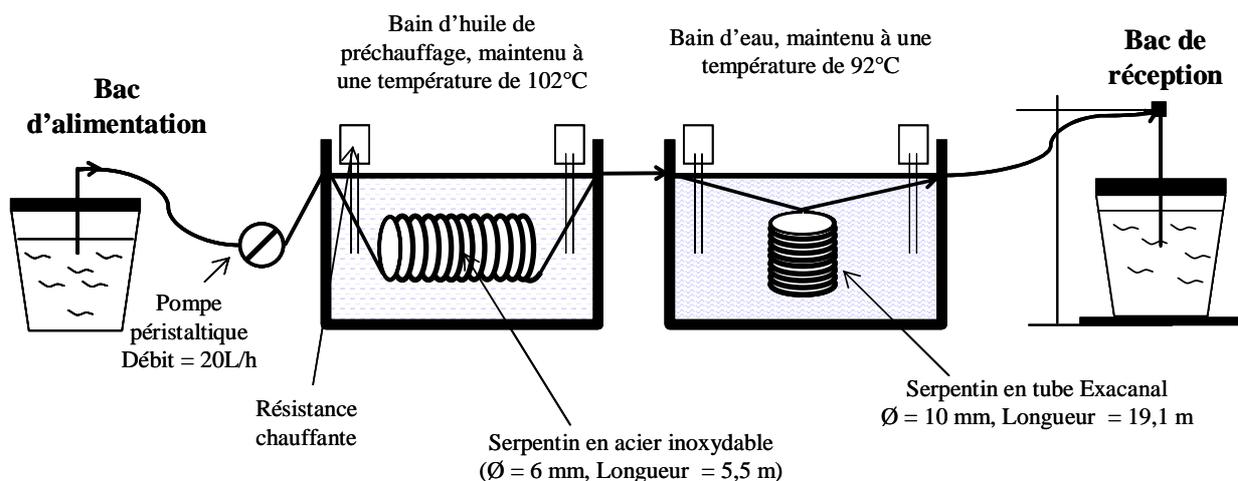


Figure II-1. Représentation schématique de l'installation de traitement thermique du mélange laitier

1.1.2. Fermentation

Les fermentations ont été réalisées dans des fermenteurs de 7 litres (SGi, France) (figure II-2) ou des fioles de 250 mL (figure II-3), thermostatés à 44,5°C. L'ensemencement avec les souches de *Lactobacillus delbrueckii* sous-espèce *bulgaricus* (0,005%, LB 18, Chr Hansen, France) et de *Streptococcus thermophilus* (0,01% ST7 et 0,01% ST143, Chr Hansen, France) a été effectué dans le lait enrichi, après traitement thermique et refroidissement à température de fermentation, quelque soit le système expérimental choisi (fermenteur ou fiole). Le pH et la température ont été suivis durant toute la fermentation (figure II-3). Lorsque le pH atteignait le pH cible, le chauffage était arrêté. Le yaourt était alors décaillé en effectuant 4 tours complets à l'aide d'une spatule, dont l'extrémité était composée d'un disque percé (figure II-4). Le yaourt était ensuite soutiré à l'aide d'une pompe péristaltique et refroidi en pot de 2,5 kg dans une chambre à 4°C.

1.1.3. Modification de la texture des yaourts

Les deux facteurs choisis pour modifier la texture du yaourt étaient : 1) la concentration en épaississant, constitué d'un mélange d'amidon modifié de maïs cireux et pectines faiblement méthylés (LM) (Lygomme AYS53, Degussa Texturant System, France) 2) le traitement mécanique, modifiant uniquement les propriétés rhéologiques sans modification de la composition du yaourt.

L'amplitude de variation de ces deux facteurs a été déterminée selon deux critères :

- les produits obtenus devaient se situer dans la gamme de texture des produits laitiers frais fermentés du commerce ;
- les différences de propriétés rhéologiques devaient être perceptibles par un panel d'évaluation sensorielle.

La concentration en épaississant ainsi que les niveaux du traitement mécanique ont été fixés à partir de tests préliminaires, basés sur les propriétés rhéologiques des produits et confirmés par des analyses sensorielles. Ainsi, la concentration en épaississant était comprise entre 0, niveau minimal, et 7 g/L, niveau maximal. Quant aux traitements mécaniques, ils ont été appliqués aux yaourts avant ou après refroidissement (tableau II-1).

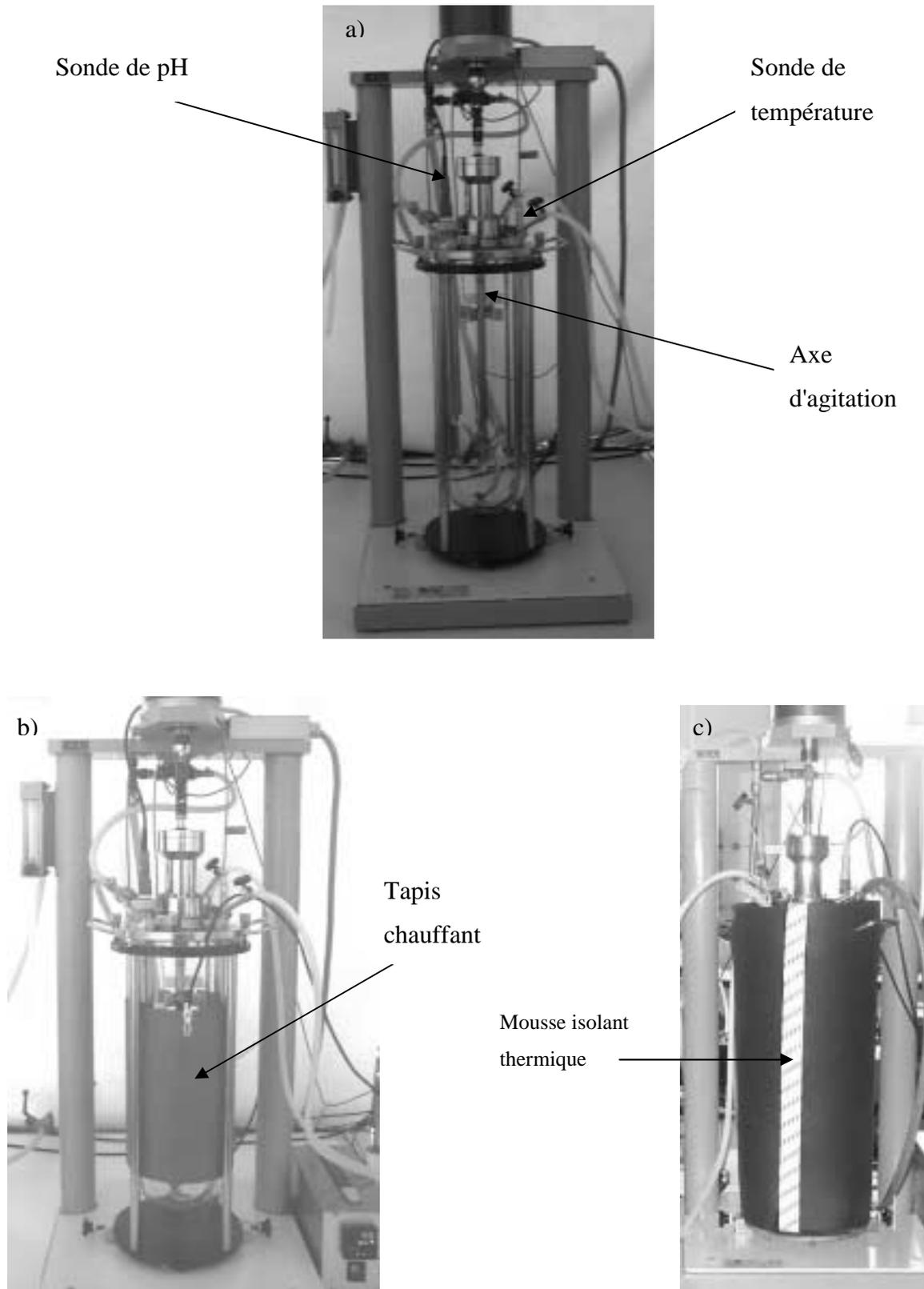


Figure II-2. Fermenteur de 7 L utilisé pour la fabrication des yaourts. Positions : a) des sondes de pH et de température pour le suivi de la fermentation b) du tapis chauffant assurant le maintien à la température de fermentation de 44,5°C c) de l'isolant thermique (mousse élastomère, Pum Plastiques, France).

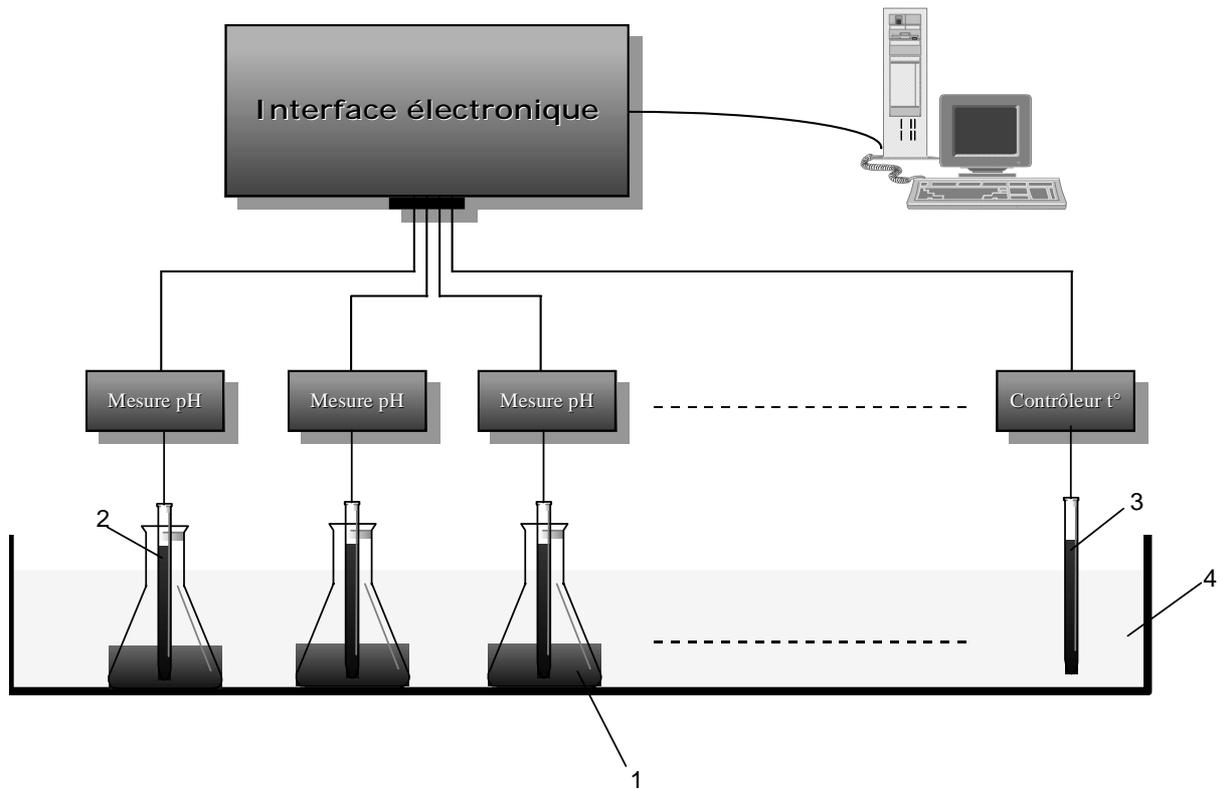


Figure II-3. Représentation schématique de l'installation de fermentation en fioles (250 mL) et de mesure en ligne du pH (CINAC, (Corrieu *et al.*, 1988)) : 1) Erlenmeyer; 2) Electrodes de pH (Ingold, Paris, France); 3) Sondes de température; 4) Bain-marie.

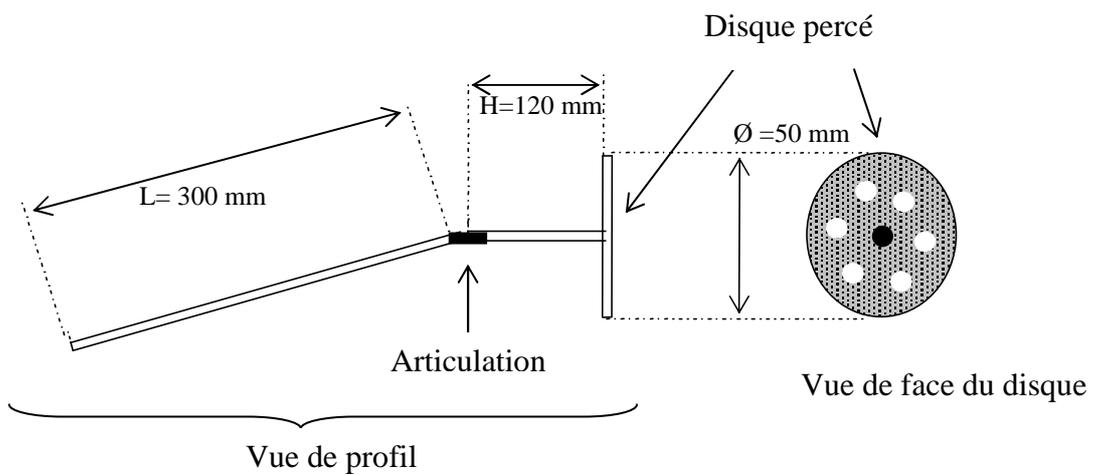


Figure II-4. Spatule articulée utilisée pour le décaillage des yaourts.

Tableau II-1. Conditions de réalisation des différents niveaux du traitement mécanique

| Traitement mécanique | Moment d'application | Condition expérimentale | Code |
|----------------------|--|--|------|
| Faible | Immédiatement après fermentation sur le yaourt chaud | Pompage à travers un tuyau | 1 |
| Moyen | Le lendemain de la fermentation sur le yaourt refroidi | Pompage à travers un tuyau | 2 |
| Fort | Le lendemain de la fermentation sur le yaourt refroidi | Pompage à travers un tuyaux + embout conique | 3 |

Le soutirage après l'arrêt de la fermentation, à l'aide d'un tuyau de diamètre 6 mm (Exacanal, VWR International, France) et de longueur 1,5 m, correspondait au *niveau minimal de traitement mécanique*. Le pompage dans les mêmes conditions, mais appliqué le lendemain à du yaourt refroidi à 4°C, correspondait au *niveau moyen de traitement mécanique*. L'ajout d'un embout conique (diamètre de 0,8 mm et angle de 6°) en sortie de tuyau de pompage, produisant un cisaillement plus important, a permis d'obtenir le *niveau fort du traitement mécanique*.

1.1.4. Aromatisation de la matrice

Six composés d'arôme différents ont été ajoutés aux yaourts : l'hexanal, le trans-2-hexenal, le pentanoate d'éthyle, l'acétate d'amyle, le diacétyle et la γ -octalactone. A partir d'une première formule aromatique proposée par des aromaticiens, la sélection des six composés d'arôme repose sur les critères suivants :

- l'appartenance à différentes classes chimiques ;
- des propriétés physico-chimiques différentes et connues ;
- des notes aromatiques bien distinctes ;
- la facilité d'analyse par chromatographie en phase gazeuse.

Des composés d'arôme à usage alimentaire (Food Chemical Codex, (F.C.C)) ont été utilisés, quand ils étaient disponibles. L'hexanal (97%, F.C.C, numéro CAS 66-25-1), le trans-2-hexenal (98%, numéro CAS 505-57-7), le pentanoate d'éthyle (98%, F.C.C, numéro CAS 539-82-2), l'acétate d'amyle (99%, F.C.C, numéro CAS 628-63-7) et le diacétyle (95%, F.C.C., numéro CAS 431-03-8) ont été fournis par Sigma-Aldrich (France). La γ -octalactone

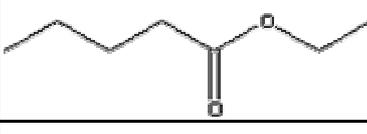
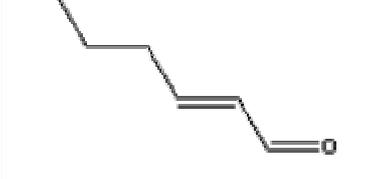
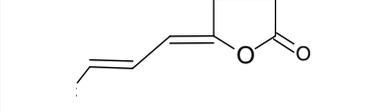
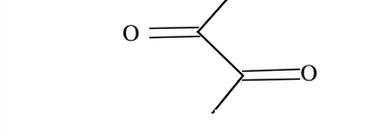
(98%, numéro CAS 104-50-7) a été fournie par Accros (France). Les propriétés physico-chimiques de ces composés sont présentées dans le tableau II-2.

Afin de faciliter l'étape d'aromatisation, des solutions mères de composés d'arôme ont été préparées dans du propylène glycol (99,5%, Sigma-Aldrich, France, numéro CAS 57-55-6). Systématiquement, l'aromatisation a été effectuée à l'aide d'une seringue et dans des récipients en verre, de 250 mL pour les analyses physico-chimiques et de 3 L pour les analyses sensorielles. Toutes les formules utilisées lors du travail expérimental sont présentées dans le tableau II-3. En physico-chimie, deux formules à cinq ou six composés (M5' et M6) ont été préparées, alors que pour les analyses sensorielles 13 formules ont été utilisées (M'5 lors du premier plan d'expériences et les 12 autres pour le deuxième).

1.2. PREPARATION DES MATRICES MODELES

Cherchant à analyser pas à pas les interactions composés d'arôme/matrice, nous avons également procédé à des caractérisations physico-chimiques (pour l'essentiel) sur des solutions simples aqueuses ou laitières puis, au final, sur les yaourts. Les matrices aqueuses ont été préparées à partir d'eau déminéralisée. Leur aromatisation a été effectuée 48 heures avant l'analyse de l'espace de tête. L'aromatisation de différentes matrices laitières (lait enrichi, lait enrichi sucré) a été réalisée au moins 6,5 jours avant les analyses, comme pour les yaourts aromatisés. L'aromatisation des matrices modèles est effectuée dans des flacons en verre de 250 mL, à l'aide d'une microseringue. Les solutions mère utilisées pour les matrices modèles étaient identiques à celles utilisées pour les yaourts (tableau II-3).

Tableau II-2. Principales propriétés physico-chimiques des composés d'arôme utilisés pour l'aromatisation des yaourts.

| Composé d'arôme (MM g/mol) | Structure | Solubilité dans l'eau (mg/L (T)) | | Log P* | | Constante de Henry** x 10 ³ (sans dimension, 25°C) |
|------------------------------|---|----------------------------------|----------------------|-------------|-----------|---|
| | | Calculé (a) (25°) | Exp. | Calculé (a) | Exp. | Exp. |
| Acétate d'amyle (130,19) |  | 997 | 1700 (a) (20°C) | 2,34 | 2,30 (d) | 15,92 (e) |
| Pentanoate d'éthyle (130,19) |  | 926 | 2210 (a) (25°C) | 2,34 | nd | 13,95 (f) |
| Hexanal (100,16) |  | 3527 | 5640 (a) (30°C) | 1,80 | 1,78 (a) | 8,609(g) 8,258 (h) 8,738 (e) |
| Trans-2-hexenal (98,15) |  | 5261 | 10000 (b) (25°C) | 1,58 | nd | 9,011(b) 1,997 (i) |
| γ-octalactone (142,19) |  | 3632 | 7600 (c) (25°C) | 1,59 | nd | 0,04982 (c) |
| Diacétyle (86,09) |  | 1000000 | 331500 (b) (25°C) | -1,34 | -1,34 (a) | 1,433 (b) 0,5458 (e) 0,5468 (j) 0,7099 (k) |

*Log P= log du coefficient de partage entre l'eau et l'octanol, à 25°C (Meylan et Howard, 1995).

** He = constante de la loi de Henry, le coefficient de partage du composé d'arôme entre la phase gazeuse et l'eau, à dilution infinie (mol.m⁻³/ mol.m⁻³)

(a) EPI (2000) ; (b) Philippe (2003); (c) Souchon (1994); (d) Abraham *et al.* (1994); (e) Voutsas *et al.* (2001); (f) Hine et Mookerjee (1975); (g) Buttery *et al.* (1969); (h) Zhou et Mopper (1990); (i) Buttery *et al.* (1971); (j) Betterton (1991); (k) Snider et Dawson (1985).

nd = non disponible

Tableau II-3. Concentrations des composés d'arôme dans les solutions de propylène glycol, préparées pour les différentes séries d'essais

| Composés d'arôme | ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES (v/v) (Eau, Lait, Yaourt) | | ANALYSES SENSORIELLES (yaourts) | | | | | | | |
|---------------------|---|-------|------------------------------------|-------------------------------------|--------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | M'5 | M'6 | 1 ^{er} plan d'expériences | 2 ^{eme} plan d'expériences | | | | | | |
| | | | M''5 | Solutions individuelles | Solutions binaires | | M3 | M5 | M6 | |
| Acétate d'amyle | 5,0% | 2,5% | 5,0% | 4,0% | 4,0% | | 4,0% | 4,0% | 3,2% | 3,2% |
| Pentanoate d'éthyle | 5,0% | 2,5% | 3,0% | 4,1% | | | | | 3,3% | 3,3% |
| Hexanal | 5,0% | 2,5% | 3,0% | 2,4% | 5,2% | 2,4% | | 2,4% | 1,9% | 1,9% |
| trans-2-Hexenal | 5,0% | 2,5% | 6,5% | 5,2% | | | | | 4,2% | 4,2% |
| γ-Octalactone | 25,0% | 12,5% | 10,0% | 13,5% | | 13,5% | 13,5% | 13,5% | 10,8% | 10,8% |
| Diacétyle | | 12,5% | | 13,5% | | | | | | 10,8% |

M'5, M'6 = mélange de cinq, six composés d'arôme pour les analyses physico-chimiques

M''5, M3, M5, M6 = mélange de trois, cinq et six composés d'arôme pour les analyses sensorielles du 1^{er} et du 2^{ème} plan d'expériences

2. ANALYSES INSTRUMENTALES

2.1. CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES YAOURTS

2.1.1. Mesures des propriétés rhéologiques

a) Appareil et échantillonnage

Les mesures rhéologiques ont été effectuées à l'aide d'un rhéomètre à contrainte imposée Rheostress RS1 (Haake, Allemagne), équipé d'un module cône-plan (figure II-5). Le diamètre du cône est de 60 mm et l'angle de 2°. Il est piloté par le logiciel RheoWin Pro version 2.84 (Haake, Allemagne).

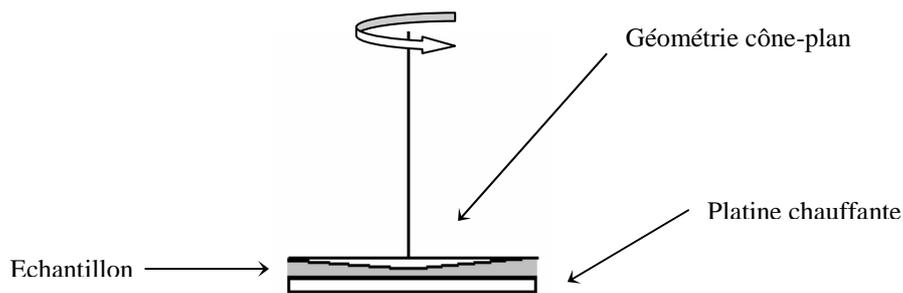


Figure II-5. Représentation schématique du module cône-plan du rhéomètre (Rheostress RSI, Haake).

Le yaourt étant un fluide viscoélastique rhéofluidifiant, toute manipulation énergique modifie ses propriétés rhéologiques. Un protocole fixé, établi lors de précédents travaux sur le yaourt (Haddad, 2002), a été appliqué pour la préparation des échantillons. Les yaourts sont stockés avant l'analyse dans un réfrigérateur à 4°C. Afin d'homogénéiser le contenu et d'éliminer la présence éventuelle de sérum à la surface, chaque pot de yaourt a été délicatement mélangé trois fois de bas en haut à l'aide d'une petite cuillère, tout en tournant le pot de gauche à droite. Ensuite, une cuillerée de yaourt est disposée au centre du plan du rhéomètre. Les trois répétitions de l'analyse ont été réalisées en utilisant le même pot de yaourt.

b) Caractérisation rhéologique des yaourts

Les mesures rhéologiques sont effectuées lors d'un balayage en contrainte en régime harmonique. Une rampe de contraintes comprises entre 0,1 Pa et 100 Pa, avec une fréquence de 1 Hz a été exercée. La distribution des contraintes était logarithmique, avec un pas de $10^{0,6}$ Pa (50 points). Pour chaque contrainte, trois cycles d'analyse ont été réalisés. Les mesures de viscosité complexe correspondent aux moyennes des données acquises lors du deuxième et du troisième cycle, le premier servant à la mise en régime. Les mesures ont été effectuées à une température de 10°C.

A partir des courbes de viscosité complexe en fonction de la contrainte, deux paramètres ont été retenus pour caractériser le comportement rhéologique des yaourts :

- La viscosité complexe à contrainte initiale (η^*_0). Elle est calculée comme la moyenne des η^* correspondantes aux contraintes comprises entre 0,1 Pa et 1 Pa.
- La viscosité complexe à contrainte 100 Pa (η^*_{100}).

Trois répétitions de chaque mesure ont été systématiquement effectuées.

c) Caractérisation de la thermodépendance de la rhéologie des yaourts

La méthode d'analyse et le protocole sont similaires à ceux appliqués pour la caractérisation rhéologique à 10°C des yaourts, à l'exception de l'intervalle des contraintes qui évoluent uniquement de 0,1 Pa à 1 Pa. Quatre points de mesures, distribués de manière logarithmique ont été fixés. Les analyses ont été effectuées à trois températures différentes : 10°C, 30°C et 50°C. Trois répétitions de chaque mesure ont été systématiquement réalisées.

Un paramètre a été retenu pour caractériser les propriétés rhéologiques des produits : la viscosité complexe initiale (η^*_0), calculée comme la moyenne des quatre mesures.

2.1.2. Mesures du pH des yaourts

Le pH des yaourts a été mesuré à 4°C avec des sondes de pH Mettler (Mettler Toledo, France), étalonnées à 4°C. Les échantillons étaient thermostatés à 4°C à l'aide d'un bain-marie.

Les mesures de pH des produits dégustés en analyse sensorielle ont été effectuées le même jour que la séance d'analyse sensorielle. Trois répétitions de chaque mesure ont été effectuées.

2.1.3. Dosage de la composition en composés d'arôme des yaourts

Une méthode permettant le dosage des composés d'arôme dans les yaourts a été mise en place. Cette méthode est basée sur l'analyse statique de l'espace de tête après chauffage (à 80°C) et agitation des produits (pendant 30 minutes). Cette opération était automatisée par l'utilisation de l'injecteur automatique (CombiPal, CTC Analytics, Suisse). Un étalonnage a été réalisé pour chacune des six molécules et pour chaque composition de matrice, permettant ainsi de quantifier les molécules. Les mêmes équipements et les mêmes conditions chromatographiques que ceux présentés dans le § 2.2.1 ont été utilisés.

La même méthode a également été utilisée pour suivre la concentration en composés volatils dans les yaourts au cours du stockage à 4°C et a permis ainsi de vérifier qu'aucune perte significative n'est observée après 9 jours de stockage. Par ailleurs, afin de s'assurer que l'étape d'aromatisation s'est déroulée dans de bonnes conditions, la concentration des composés d'arôme de chaque produit dégusté a été déterminée pour chaque séance d'analyse sensorielle, le jour même de la séance.

2.2. MESURES DE LA RETENTION ET DE LA LIBERATION DES COMPOSES D'AROME PAR ANALYSE DE L'ESPACE DE TETE

Deux types de mesures expérimentales ont été réalisés : 1) à l'équilibre, afin de quantifier les interactions matrice/composés d'arôme 2) en conditions dynamiques, afin de suivre la cinétique de libération des composés d'arôme à partir de matrices de différentes propriétés rhéologiques.

2.2.1. Détermination des coefficients de partage gaz/matrice

Les interactions entre les composés d'arôme et la matrice ont été quantifiées en déterminant le coefficient de partage gaz/produit à 4°C. La température de 4°C correspond à la température de conservation, à laquelle le yaourt reste stable. Le coefficient de partage est défini par :

$$k_{i,\text{gaz/matrice}} = \left[\frac{C_i^{\text{gaz}}}{C_i^{\text{matrice}}} \right]_{\text{équilibre}} \quad [\text{II-1}]$$

où C_i^{matrice} est la concentration du composé i dans la matrice (mg/L) et C_i^{gaz} sa concentration dans la phase gazeuse en équilibre avec la matrice (mg/L).

La méthode expérimentale utilisée consiste à mesurer la concentration en composés d'arôme dans l'espace de tête à l'équilibre avec celle de la matrice. Les analyses ont été réalisées dans des flacons de 22,4 mL (Chromacol, France), de diamètre 20 mm et de hauteur 64 mm. Une quantité connue de la matrice aromatisée, comprise entre 1 g et 10 g a été introduite dans les flacons, puis ces derniers sont sertis et stockés une nuit à 4°C avant l'analyse. Ainsi, C_i^{gaz} est déterminé par la méthode de l'espace de tête. Pour les mesures à 4°C, C_i^{matrice} est considéré comme étant égale à la concentration initiale injectée dans le produit, le C_i^{gaz} étant négligeable par rapport au C_i^{matrice} .

La mesure de la concentration en phase gazeuse a donc été réalisée à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (CPG-FID), (HP6890, Allemagne). Les échantillons sont placés sur le portoir thermostaté d'un injecteur automatique CombiPal (CTC Analytics, Suisse), qui permet à l'aide d'une seringue "gaz" de 2,5 mL (Hamilton, Suisse) de prélever et d'injecter automatiquement un volume défini de l'espace de tête en équilibre avec la matrice. Afin d'éviter toute condensation dans le corps de la seringue, celle-ci est maintenue à une température de 35°C. La figure II-6 présente une vue schématique de l'équipement utilisé. Les conditions opératoires étaient les suivantes :

- colonne chromatographique semi-capillaire (longueur 30 m, diamètre interne 0,53 mm et épaisseur du film 1µm, (BP 20, Interchim, France),
- débit d'hélium (gaz vecteur) de 8 mL/min,
- débit d'hydrogène de 40 mL/min,
- débit d'air de 450 mL/min,

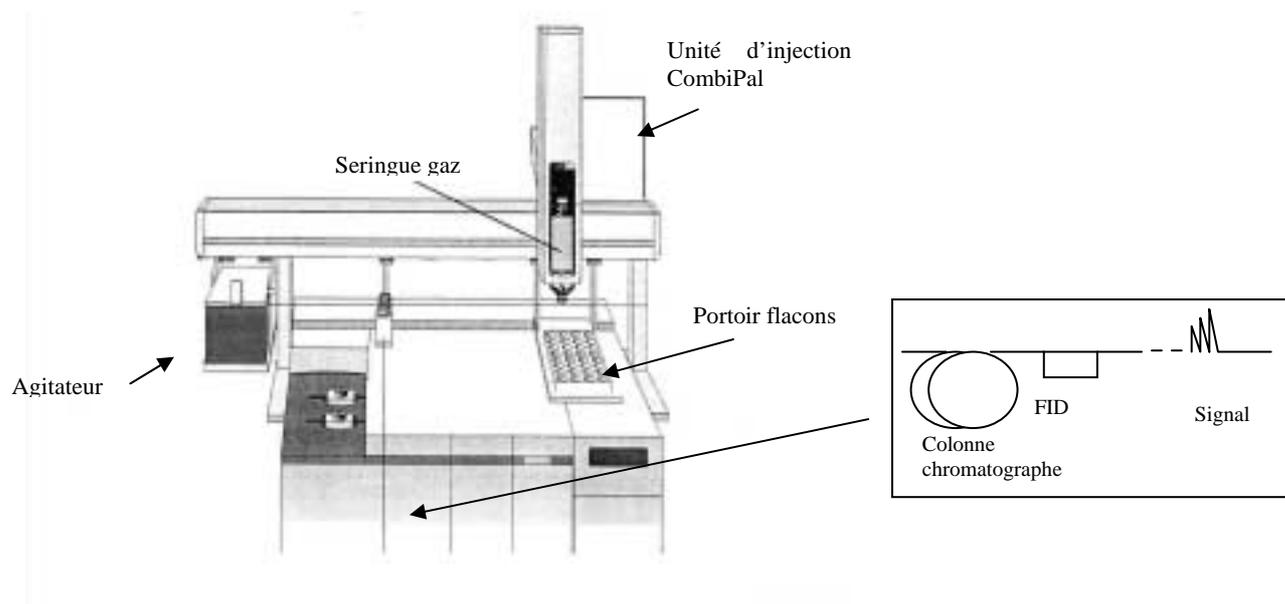


Figure II-6. Représentation schématique de l'équipement CPG-FID, avec un passeur automatique CombiPal, utilisé pour les analyses de l'espace de tête (HP6890, Allemagne).

- débit d'hélium pour le nettoyage de la seringue de 33 mL/min,
- température du détecteur FID de 250°C,
- programme de température de la colonne : de 50°C (maintenu 2 min) à 100°C à 5°C/min et de 100°C à 180°C (maintenu 5 min) à 10°C/min.

Les chromatogrammes ont été enregistrés et les données ont été traitées à l'aide du logiciel HP GC ChemStation (Allemagne). Chaque analyse a été répétée trois fois, correspondant à trois flacons différents. A partir du signal du détecteur obtenu pour chaque molécule d'arôme, la concentration dans l'espace de tête a été déduite grâce à un étalonnage du détecteur en phase liquide (solutions aqueuses de concentrations connues des six molécules).

En considérant que la concentration initiale en composés volatils dans la matrice est identique à celle à l'équilibre, il est alors possible de déterminer le coefficient de partage $k_{i,gaz/matrice}$. Cette hypothèse a pu être vérifiée en faisant varier le ratio volume de gaz/volume de matrice dans les flacons, et peut être expliquée par une concentration en phase gazeuse négligeable par rapport à la concentration dans la matrice.

Des tests préliminaires n'ont pas montré un effet significatif de la concentration en composés d'arôme sur les $k_{i,gaz/matrice}$, montrant que la gamme de concentrations comprises entre 50 et 500 ppm se situe dans le domaine de la dilution infinie. Par conséquent, une seule concentration a été sélectionnée pour les analyses physico-chimiques :

- matrices aqueuses : l'hexanal, le trans-2-hexenal, le pentanoate d'éthyle et l'acétate d'amyle à 50 ppm (m/m), le diacétyle et la γ -octalactone à 250 ppm (m/m) ;
- matrices laitières : l'hexanal, le trans-2-hexenal, le pentanoate d'éthyle et l'acétate d'amyle à 100 ppm (m/m), le diacétyle et la γ -octalactone à 500 ppm (m/m).

2.2.1.1. Mises au point méthodologiques

L'étude ayant porté sur un produit complexe, des mises aux points méthodologiques ont donc été nécessaires. Elles concernent :

- a) L'aromatisation des produits. Il s'agissait de savoir 1) A quel moment l'ajout d'arôme devait avoir lieu (avant ou après aromatisation) ; 2) Quels temps étaient nécessaires pour la stabilisation des matrices aromatisées ; 3) Quel protocole à mettre en place pour avoir des produits homogènes.

- b) L'influence du ratio masse de l'échantillon / volume de l'espace de tête sur la détermination du coefficient de partage gaz/matrice.
- c) L'influence du propylène glycol et de l'utilisation de mélange de composés sur la quantification des interactions composés d'arôme /matrice.

a) Aromatisation des produits

1) Moment d'aromatisation

L'aromatisation des yaourts a été réalisée manuellement par injection avec une seringue et pouvait être conduite à trois étapes différentes du procédé de fabrication : 1) avant la fermentation, 2) immédiatement après la fermentation, 3) après la stabilisation du yaourt (c'est-à-dire 3 jours après la fermentation). Des essais comparatifs ont été conduits sur un yaourt (sans épaississant, traitement mécanique moyen) aromatisé avec tous les composés d'arôme (sauf le diacétyl) à des concentrations de 10 ppm pour les aldéhydes et les esters et de 50 ppm pour la γ -octalactone. Dans le cas d'une aromatisation avant la fermentation, par rapport à l'aromatisation après fermentation, une forte perte des aldéhydes est observée : 97% pour le trans-2-hexanal, 50 % pour le hexanal et d'ordre de 25% pour les esters. Quand l'aromatisation est effectuée immédiatement après la fermentation, les coefficients de partage sont légèrement inférieurs (<10%) à ceux observés dans la condition d'aromatisation 3. Par conséquent, afin de maîtriser la concentration en composés d'arôme, toutes les aromatisations des yaourts ont été effectuées après la stabilisation des yaourts (3 jours après la fermentation).

2) Stabilité de la matrice yaourt aromatisé

Le temps nécessaire à une deuxième étape de "stabilisation" des yaourts aromatisés a également été étudié. L'évolution de la concentration en phase gazeuse des composés d'arôme pour un yaourt aux propriétés rhéologiques "maximales" (avec épaississant/traitement mécanique faible) a été suivie pendant 30 jours. Le yaourt était aromatisé avec tous les composés d'arôme (à l'exception du diacétyl), aux concentrations utilisées pour les analyses physico-chimiques. Une diminution de la concentration en phase gazeuse au cours du temps a été observée pour tous les composés d'arôme étudiés, à l'exception de la γ -octalactone (figure II-7). Les esters et l'hexanal atteignent 95% de la concentration en équilibre en moins de 4,5 jours, tandis que le trans-2-hexanal, nécessite 8,5 jours. Par conséquent, chaque mesure physico-chimique et chaque analyse sensorielle a été effectuée au moins 6,5 jours après l'aromatisation des matrices laitières (si possible 8,5 jours après).

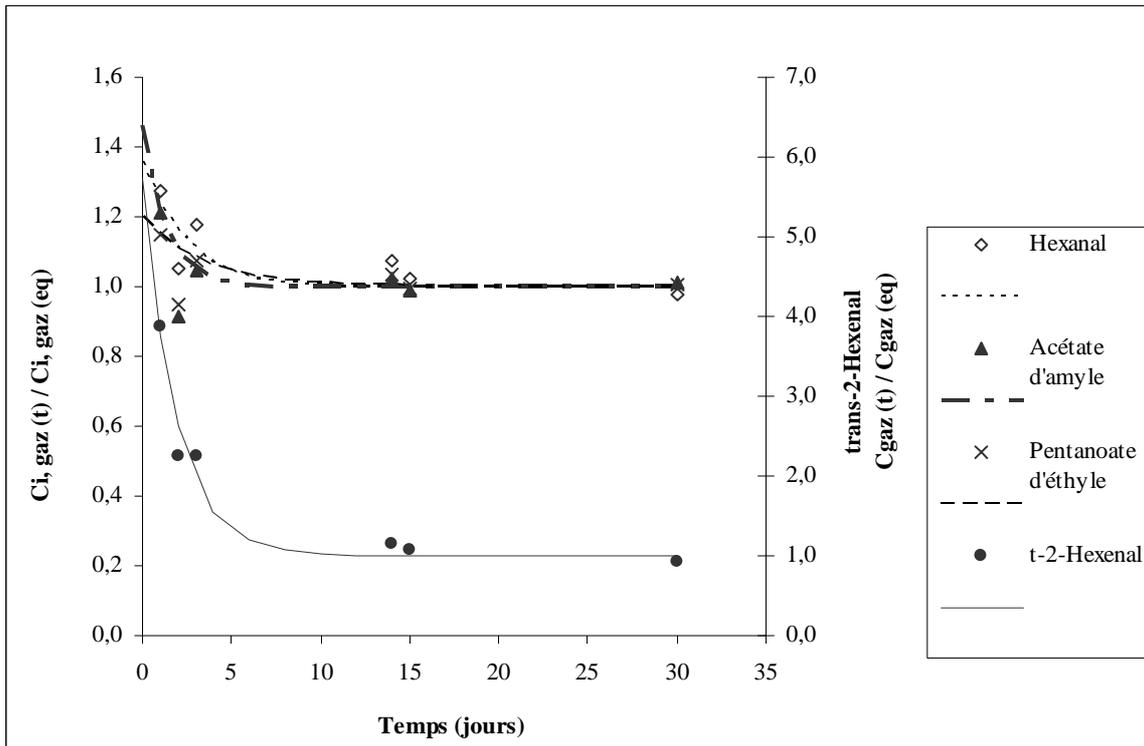


Figure II-7. Evolution de la concentration des composés d'arôme dans le yaourt (sans épaississant/traitement mécanique faible) au cours de sa "stabilisation" à 4°C.

$C_{\text{gaz}}(\text{eq}) = \text{moyenne des } C_{\text{gaz}} \text{ à 15 et 30 jours après l'aromatisation.}$

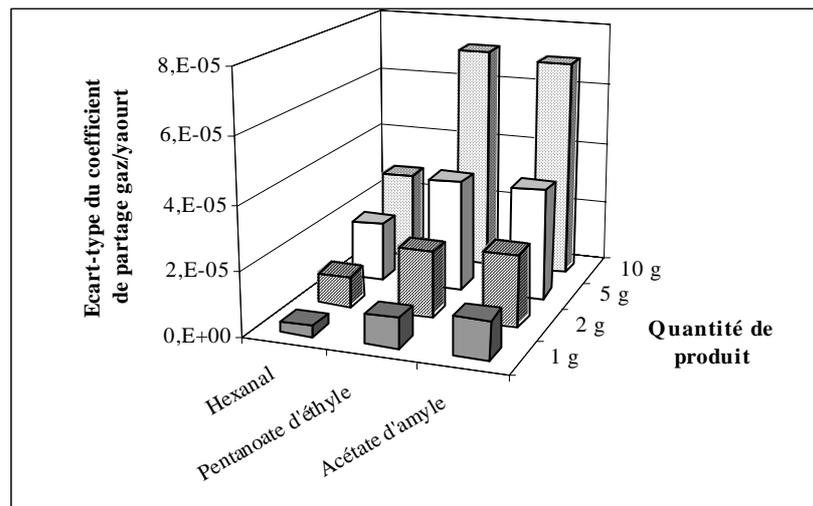


Figure II-8. Variabilité de la détermination du coefficient de partage gaz/matrice pour quatre ratios quantité de produit/volume du flacon : 1 g/flacon, 2 g/flacon, 5 g/flacon et 10 g/flacon.

3) Homogénéité de la matrice yaourt aromatisé

L'aromatisation des yaourts dégustés par le panel sensoriel a été effectuée manuellement, dans des bocaux en verre de 3 L. Des analyses physico-chimiques ont été réalisées pour vérifier l'homogénéité en composés d'arôme de telle masse de produit. Un dosage des composés d'arôme contenus dans les échantillons prélevés en haut, au milieu et au fond du bocal a été réalisé. Aucune différence significative entre les trois prélèvements n'a été observée.

b) Ratio masse de l'échantillon / volume de l'espace de tête

Afin d'améliorer la répétabilité des analyses de l'espace de tête et de s'assurer de l'état d'équilibre, quatre ratios différents quantité d'échantillon/volume de flacon ont été testés avec un des yaourts (sans épaississant/traitement mécanique moyen). Des quantités de 1 g, 2 g, 5 g et 10 g d'échantillon dans les flacons ont été utilisées en analysant l'espace de tête. Des $k_{i,gaz/matrice}$ similaires ont été obtenus pour toutes les conditions, mais une meilleure répétabilité des mesures de C_i^{gaz} a été observée pour les faibles ratios quantité d'échantillon/volume de flacon. Pour illustration, les écart-types sur la détermination du $k_{i,gaz/matrice}$ de trois des composés, l'hexanal et les deux esters (pentanoate d'éthyle et acétate d'amyle) sont présentés en figure II-8. En conséquence, un ratio de 0,09 (2 g / flacon de 22,4 mL) a été fixé pour toutes les analyses de l'espace de tête des matrices laitières.

c) Mode d'aromatisation

L'aromatisation des matrices a été réalisée à partir de solutions mères de tous les composés d'arôme préparés dans du propylène glycol. Des interactions, si elles existent, entre les composés d'arôme et le propylène glycol ou encore entre les composés d'arôme eux-mêmes, peuvent entraîner des pertes. Afin de maîtriser la quantité de composés d'arôme introduite dans les matrices, différentes procédures d'aromatisation ont été comparées. Ainsi, un yaourt (sans épaississant/traitement mécanique moyen) a été aromatisé à la même concentration : 1) à l'aide de la solution mère des six composés d'arôme en mélange (1 matrice) ; 2) par injections directes de chacun des 6 composés d'arôme purs (6 matrices) ; 3) à l'aide de solutions mère de chaque composé d'arôme seul (6 matrices). Les coefficients de partage gaz/matrice ont été déterminés pour tous les composés, ajoutés selon les trois procédures décrites. De très faibles différences, inférieures à 5%, ont été observées entre les valeurs de $k_{gaz/liquide}$ obtenues par les trois procédures. Ainsi, l'aromatisation à partir de la solution mère dans le propylène glycol de tous les composés a été retenue.

2.2.1.2. Etude de l'effet des principaux constituants de la matrice laitière : protéines lactiques, saccharose et épaississant (Plan d'expériences P1)

Les interactions entre les protéines lactiques, le saccharose, l'épaississant et les composés d'arôme ont été quantifiées dans une première approche, en déterminant le coefficient de partage gaz/matrice dans des matrices allant de la solution aqueuse à un lait enrichi dont la composition est détaillée au tableau II-4.

Tableau II-4. Plan d'expériences P1. Matrices étudiées pour l'analyse de l'effet des principaux constituants de la matrice laitière sur la rétention des composés d'arôme et la quantification des interactions.

| Matrice | Protéines lactiques | Saccharose | Epaississant |
|--|---------------------|------------|--------------|
| Eau (référence) | 0 | 0 | 0 |
| Eau sucrée | 0 | 50 g/L | 0 |
| Lait enrichi (traité thermiquement) | Natives + 50 g/L | 0 | 0 |
| Lait enrichi sucré (traité thermiquement) | Natives + 50 g/L | 50 g/L | 0 |
| Lait enrichi sucré épaissi (traité thermiquement) | Natives + 43 g/L | 50 g/L | 7 g/L |

2.2.1.3. Etude de l'effet du pH (Plan d'expériences P2)

La variation du pH (final) des yaourts peut s'accompagner de changements structuraux des protéines lactiques et du réseau caséique. L'effet du pH a donc été évalué, avec le yaourt additionné de 7 g/L d'épaississant et ayant subi un traitement mécanique faible, avec trois niveaux : 4,75, 4,40 et 4,15.

Les fermentations ont été effectuées dans des fioles de 250 mL. Au pH ciblé, la fermentation est stoppée en plongeant les fioles dans un bain thermostaté à 0°C, pendant 30 minutes. Les yaourts sont ensuite stockés dans une chambre froide à 4°C. Les $k_{i,gaz/yaourt}$ ont été déterminés pour tous les composés d'arôme, sauf le diacétyle.

2.2.1.4. Etude de l'effet de l'épaississant et du traitement mécanique (Plan d'expériences P3)

Un plan expérimental à deux facteurs a été construit :

- Epaississant : 0 et 7 g/L
- Traitement mécanique : faible, moyen et fort.

Le pH final des yaourts était de $4,30 \pm 0,02$. Les $k_{i,gaz/yaourt}$ ont été déterminés pour tous les composés d'arôme.

2.2.2. Cinétique de libération de l'hexanal (Plan d'expériences P4)

Un nouveau dispositif expérimental de suivi de la cinétique de libération des composés d'arôme a tout d'abord été mis au point. L'objectif était d'accéder à des grandeurs quantitatives caractéristiques des transferts de matière (coefficients de diffusion ou de transfert de matière). Certaines contraintes expérimentales ont été imposées. En particulier, il était essentiel de connaître les conditions aux limites, c'est-à-dire les concentrations en composés d'arôme dans la phase gazeuse et dans la matrice, à l'instant initial ($t = 0$) et pour un temps très grand (conditions d'équilibre). Pour ces différentes raisons, nous avons choisi de suivre la variation de la concentration dans l'espace de tête en démarrant à l'équilibre pour une température donnée, et en se déplaçant vers un nouvel état d'équilibre créée par l'application d'une nouvelle température.

Une série de flacons, remplis de 2 g d'échantillon de la même matrice, a été préparée pour chaque cinétique. Les flacons, préalablement stockés à 4°C pendant 12 heures sont rapidement disposés dans le portoir du CombiPal réglé à une température supérieure correspondante à la température finale du nouvel équilibre (10°C, 20°C, 30°C ou 50°C) (figure II-9). Le suivi de la cinétique de transfert du composé d'arôme est réalisé par injection de la phase gazeuse dans le CPG-FID toutes les 4,3 minutes, un seul prélèvement par flacon étant effectué. En parallèle, la cinétique de transfert de chaleur dans la matrice est mesurée à l'aide d'un thermocouple (Fluke Corporation, USA) (figure II-9).

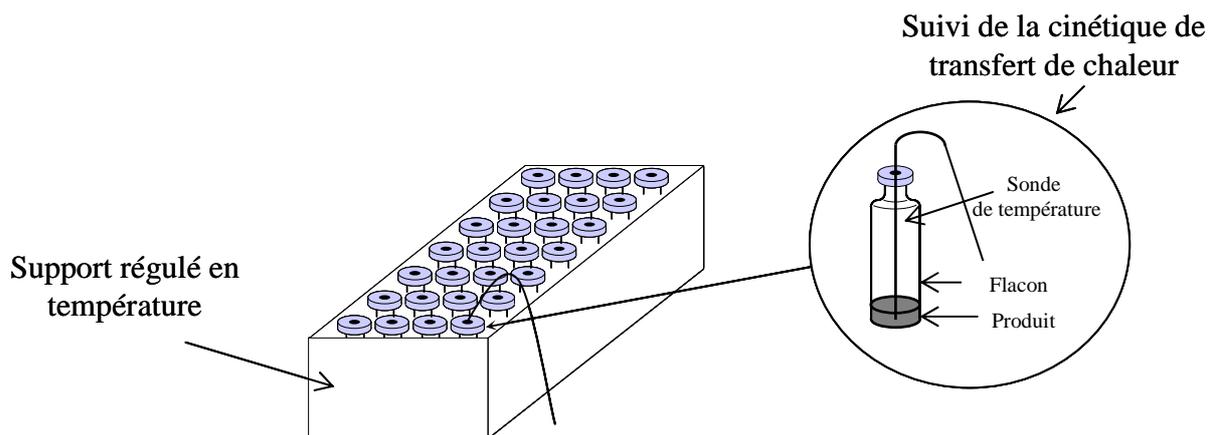


Figure II-9. Dispositif de chauffage des échantillons et de mesure de la température

Les conditions opératoires du CPG étaient identiques à celles des analyses précédentes (§ 2.2.1), à l'exception de la température du four, qui était maintenue en condition isotherme à 95°C. Les expérimentations ont été conduites dans un premier temps sur de l'eau, pour valider la méthode, puis sur les yaourts de propriétés rhéologiques différentes, soit par l'ajout d'épaississant, soit par différents traitements mécaniques (tableau II-5).

Tableau II-5. Matrices étudiées et conditions opératoires mises en œuvre pour la détermination des cinétiques de transfert de masse (Plan d'expériences P4)

| Matrices (codes ij *) | Ecart de température appliqué aux produits [Tinitiale, Tfinale] (°C) | Epaississant (g/L) | Traitement mécanique |
|-----------------------|--|--------------------|----------------------|
| Eau | [4, 10] | 0 | Aucun |
| Eau | [4, 20] | 0 | Aucun |
| Eau | [4, 30] | 0 | Aucun |
| Eau | [4, 45] | 0 | Aucun |
| Yaourt (01) | [4, 45,5±0,1] | 0 | Faible |
| Yaourt (03) | [4, 45,5±0,1] | 0 | Fort |
| Yaourt (11) | [4, 45,5±0,1] | 7 | Faible |
| Yaourt (13) | [4, 45,5±0,1] | 7 | Fort |

i = niveau d'épaississant; j = niveau de traitement mécanique.

Les mesures de la température du produit dans les flacons, lors de l'échauffement dans le support du CombiPal, ont révélé que la température finale des solutions aqueuses, atteignait en réalité 10,6°C, 18,6°C, 27,8°C et 43,8°C. Les valeurs exactes de température ont été utilisées pour l'analyse des résultats et la modélisation des phénomènes de transfert, mais, afin

de faciliter la lecture, dans le manuscrit elles sont arrondies respectivement à 10°C, 20°C, 30°C et 45°C (tableau II-5).

2.3. MESURES DE LA TEMPERATURE EN BOUCHE ET DU FLUX SALIVAIRE

Les mesures de la température en bouche et de la quantité de salive produite pendant une dégustation de yaourt ont été réalisées sur 14 sujets. Ce panel était composé de cinq femmes et neuf hommes âgés de 23 à 43 ans, avec un âge moyen de 33 ans.

Les mesures de température ont été effectuées avec deux thermocouples de type T, distants de 1 cm. Les données ont été acquises avec un module ADAM 4018 (Advantech, France). Deux yaourts de propriétés rhéologiques extrêmes ont été testés : le yaourt sans épaississant/avec traitement mécanique fort (code 03) et le yaourt avec épaississant/avec traitement mécanique faible (code 11).

La même procédure a été suivie pour tous les produits étudiés. La séance débutait par la mesure de la température en bouche du sujet. Ensuite, il prenait une cuillerée de yaourt à 4°C et plaçait les sondes de température au-dessus de la langue dans le produit. La quantité prise par le sujet était pesée. Au bout de 10 ou 30 secondes, le sujet devait cracher la totalité du contenu de sa bouche dans un gobelet qui était pesé. La différence entre la quantité finale crachée et la quantité initiale prise indique la quantité de salive produite pendant 10 et 30 secondes.

2.4. ANALYSES STATISTIQUES DES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES

L'existence de différences significatives induites par les facteurs étudiés dans les plans successifs, portant sur les mesures des coefficients de partage gaz/matrice, a été testée par des ANOVA (tableau II-6).

Tableau II-6. Facteurs testés par ANOVA pour traiter les résultats des plans d'expériences physico-chimiques.

| Plan d'expérience | Effet étudié |
|-------------------|--|
| P1 | 1 facteur (matrice) : effet direct |
| P2 | 1 facteur (pH) : effet direct |
| P3 | 2 facteurs (Epaississant (E), Traitement mécanique (TM)) : effet direct et interaction |
| P4 | 1 facteur (coefficient de diffusion) : effet direct |

Une régression linéaire pas à pas a été réalisée pour tester l'effet de la concentration en épaississant, du traitement mécanique et de la concentration en formule aromatique sur la viscosité complexe des yaourts.

L'effet de la viscosité sur l'élévation de la température des yaourts en bouche a également été testé par une ANOVA à un facteur (effet produit).

L'effet de la température sur les propriétés rhéologiques des yaourts a été évalué par l'analyse de variance des pentes (Sokal et Rohlf, 1981) $\ln(\eta^*_0) = f(T)$. Les modèles sont comparés par le test de Fisher. Par exemple pour les modèles : les pentes des régressions sont différentes (modèle G) et les pentes sont identiques (modèle P) :

$$\frac{(ESS_P - ESS_G)/(fd_P - fd_G)}{ESS_G / fd_G}$$

où ESS_G et ESS_P sont les sommes des erreurs en carré des modèles G et P, fd_G et fd_P les degrés de liberté des modèles G et P. La variation de la quantité de salive produite lors de la consommation de yaourts de propriétés rhéologiques différentes est quant à elle analysée par une ANOVA à deux facteurs (produit, sujets aléatoire). La relation entre la température des produits en bouche et le flux salivaire est traitée par une Analyse en Composantes Principales (ACP).

En cas de différences significatives à 5%, les intensités moyennes des niveaux de chaque facteur ont été comparées par le test de comparaisons multiples de Student-Newman-Keuls (SNK).

3. ANALYSE SENSORIELLE

L'étude sensorielle s'est déroulée en deux étapes. En premier lieu, afin d'examiner les interactions texture/flaveur dans les yaourts, nous nous sommes intéressés à l'impact des facteurs modifiant les propriétés rhéologiques et à celui de la concentration de la formule aromatique, sur la texture et la flaveur des produits. Lors de la deuxième étape, le travail a été focalisé sur l'influence de la qualité et de la complexité de l'aromatisation sur la texture, en utilisant trois méthodes sensorielles différentes.

3.1. IMPACT DU TRAITEMENT MECANIQUE ET DE LA CONCENTRATION EN EPAISSISSANT ET EN FORMULE AROMATIQUE SUR LA PERCEPTION DE LA TEXTURE ET DE LA FLAVEUR DES YAOURTS (PLAN D'EXPERIENCES S1)

Lors de ce plan d'expériences, l'étude de l'effet de variations maîtrisées des propriétés rhéologiques et de l'aromatisation sur la texture et la flaveur des produits a été conduite en cherchant à dissocier les perceptions olfactives des perceptions de texture. Ainsi, deux conditions d'évaluations ont été testées pour l'ensemble des facteurs : avec et sans nez bouché (en utilisant un pince nez dans le premier cas).

3.1.1. Les sujets

Le panel était constitué de 10 sujets, membres du personnel du laboratoire (cinq femmes et cinq hommes, âgés de 22 à 54 ans), et recrutés selon leur motivation et leur disponibilité pour participer à l'étude. Six d'entre eux avaient déjà participé à des tests sensoriels sur différents produits dont des produits laitiers.

3.1.2. L'environnement de la dégustation

Les séances avaient lieu tous les vendredis, de 11h00 à 11h45 pendant 16 semaines. Elles se déroulaient dans une salle d'analyse sensorielle spécifique, où la température et l'éclairage étaient contrôlés. Chaque cabine est équipée de matériel informatique et du système Fizz (Biosystèmes, 1990), qui permet de gérer les séances et de recueillir les réponses des sujets.

3.1.3. Les produits

L'impact de la concentration en épaississant, du traitement mécanique et de la concentration en formule aromatique sur la perception de la texture et de la flaveur a été examiné (tableau II-7).

Deux niveaux de concentration en épaississant, 0 et 7 g/L, et deux traitements mécaniques, faible et fort, ont été testés (tableau II-7). Le yaourt à 3,5 g/L d'épaississant et traitement mécanique moyen (point central, PC) a été utilisé lors de l'entraînement des sujets ou en tant qu'échantillon d'échauffement lors de l'analyse descriptive quantitative.

De même, deux niveaux de la formule aromatique (faible et fort) ont été fixés. Le choix des concentrations en composés d'arôme était basé sur deux critères :

- les deux concentrations devaient être distinguées ;
- les intensités olfactives retronasales conférées par chacun des composés d'arôme devaient être perceptibles et les proportions entre les composés d'arôme devaient rester invariables, afin de conserver la note globale.

A partir des concentrations proposées par un aromaticien et de tests préliminaires avec un panel restreint de quatre sujets, les niveaux trois et quatre de la formule aromatique ont été fixés (tableau II-8). En revanche, les niveaux 1 et 2 résultent d'un écart d'aromatisation lors d'une séance, mis en évidence par le contrôle physico-chimique systématique des produits. Les concentrations sont 10 fois plus faibles que les niveaux 3 et 4. Pour des raisons de disponibilité du panel et du pilote de fermentation, cette séance n'a pas pu être répétée. Une formule d'intensité moyenne entre le niveau 3 et 4 (pas de 1,7) a été appliquée pour l'aromatisation au point central PC.

Tableau II-7. Plan d'expériences sensoriel 1 (S1). Niveaux des variables : concentration en épaississant, traitement mécanique et concentration de la formule aromatique

| Codes des produits (ijk*) | Concentration en épaississant (g/L) | Traitement mécanique | Concentration de la formule aromatique (µL/kg) |
|----------------------------------|--|-----------------------------|---|
| <i>013</i> | 0 | Faible | 22,0 |
| <i>012</i> | 0 | Faible | 6,3 |
| <i>031</i> | 0 | Fort | 2,2 |
| <i>034</i> | 0 | Fort | 63,2 |
| <i>113</i> | 7 | Faible | 22,0 |
| <i>114</i> | 7 | Faible | 63,2 |
| <i>133</i> | 7 | Fort | 22,0 |
| <i>134</i> | 7 | Fort | 63,2 |

* i = niveau de concentration en épaississant; j = niveau de traitement mécanique; k = niveau de concentration de la formule aromatique

Tableau II-8. Concentration de chaque composé d'arôme (µL/kg) par niveau de formule aromatique du premier plan d'expériences sensoriel (S1).

| Composé d'arôme | Niveau 1 | Niveau 2 | Niveau 3 | Niveau 4 | Point central (PC) |
|----------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|---------------------------|
| <i>Acétate d'amyle</i> | 0,4 | 1,15 | 4 | 11,5 | 6,8 |
| <i>Pentanoate d'éthyle</i> | 0,24 | 0,69 | 2,4 | 6,9 | 4,1 |
| <i>Hexanal</i> | 0,24 | 0,69 | 2,4 | 6,9 | 4,1 |
| <i>Trans-2-hexenal</i> | 0,52 | 1,5 | 5,2 | 15,0 | 8,8 |
| <i>γ-octalactone</i> | 0,8 | 2,3 | 8,0 | 23,0 | 13,6 |
| <i>Total</i> | 2,2 | 6,32 | 22,0 | 63,0 | 37,4 |

3.1.4. Analyse descriptive quantitative

3.1.4.1. Génération du vocabulaire et élaboration de la liste des descripteurs

Lors d'une première séance, les sujets ont décrit librement quatre yaourts brassés sucrés, différents en terme de texture, et aromatisés avec différents niveaux de la formule aromatique. Une liste conséquente de 48 descripteurs a été obtenue. Lors d'une deuxième séance, les sujets ont évalué l'intensité de perception des descripteurs cités au moins trois fois (17 termes). Trois yaourts brassés nature, du commerce, de viscosités très différentes, ont été sucrés avec 50 g/L de saccharose et aromatisés avec le niveau 4 de la formule aromatique. Les sujets notaient les produits, présentés simultanément, sur une échelle structurée allant de 0 (absence de perception) à 7 (très intense) (annexe 1). Des échelles supplémentaires étaient disponibles, si les sujets souhaitaient ajouter d'autres termes. Une réduction de la liste a ensuite été effectuée en utilisant le critère de la moyenne géométrique (ISO 11035, 1994). Les descripteurs de moyenne géométrique MG >10% ont été conservés après discussion avec le panel. La liste des descripteurs retenus est présentée dans le tableau II-9.

3.1.4.2. Entraînement du panel

En raison de la lourdeur des étapes de préparation des yaourts au laboratoire, les premières séances de l'entraînement ont été effectuées sur des yaourts du commerce. Au départ, les notations ont été effectuées sur des fiches papier en utilisant des échelles structurées, similaires à celles présentés dans l'annexe 1, plus faciles pour la discussion des résultats. Avec l'avancement des séances d'entraînement, les yaourts de la gamme des produits du plan d'expériences ont été introduits. Les sujets ont été également initiés à l'évaluation à l'aide de l'outil informatique FIZZ et sur des échelles non structurées. A la fin de chaque séance, des discussions des résultats ont été organisées avec les sujets. Les individus qui avaient classé les produits selon chaque descripteur, contrairement à la majorité, étaient invités à les réévaluer.

a) Entraînement des sujets à l'évaluation de la texture

Une séance a été consacrée à l'entraînement des sujets à l'évaluation de la texture. Trois produits du commerce, représentant de la gamme des yaourts brassés sans matière

Tableau II-9. Descripteurs retenus lors du premier plan d'expériences (S1) pour la caractérisation des yaourts brassés aromatisés sans matière grasse : références et protocoles de dégustation (PN = avec pince nez).

| | Descripteur | Abréviation | Protocole ou référence |
|----------------|--------------------------|------------------------------------|---|
| TEXTURE | Astringent | <i>AstringPN</i> <i>Astring</i> | Caractère râpeux du produit évalué par frottements entre la langue et le palais. <i>Plus le produit est râpeux, plus il est astringent</i> |
| | Collant | <i>CollantPN</i> <i>Collant</i> | Force nécessaire pour décoller le produit adhérent aux surfaces de la bouche (langue, palais, dents) pendant la mastication. <i>Plus cette force est importante, plus le produit est collant.</i> |
| | Epais | <i>EpaisPN</i> <i>Epais</i> | Résistance du produit à l'écoulement, évalué en écrasant l'équivalent d'une cuillerée du produit entre la langue et le palais <i>Plus la force à appliquer est importante, plus le produit est épais</i> |
| | Lisse | <i>LissePN</i> <i>Lisse</i> | Absence de particules solides. <i>Moins il y a de particules détectables, plus le produit est lisse.</i> |
| | Nappant/fondant | <i>NappantPN</i> <i>Nappant</i> | Aptitude du produit à former un film dans la bouche. <i>Plus le produit tapisse la bouche, plus il est nappant.</i> |
| SAVEUR | Sucré | <i>SucréPN</i> <i>Sucré</i> | Yaourts brassés sans matière grasse, sucrés à 20, 40 et 60 g/L de saccharose |
| | Acide | <i>AcidePN</i> <i>Acide</i> | Yaourts brassés sans matière grasse de pH 4,2 à 4,35 |
| | Amer | <i>AmerPN</i> <i>Amer</i> | Saveur amère basique |
| AROME | Amande | <i>Amande</i> | Trans-2-hexenal (5,2 – 15,0 µL/kg yaourt) |
| | Banane | <i>Banane</i> | Acétate d'amyle (4,0-11,5 µL/kg yaourt) |
| | Fraise | <i>Fraise</i> | Pentanoate d'éthyle (2,4-6,9 µL/kg yaourt) |
| | Pomme verte/herbe | <i>Pomme</i> | Hexanal (2,4-6,9 µL/kg yaourt) |
| | Noix de coco | <i>Noix de coco</i> | γ-Octalactone (8,0-23,0 µL/kg yaourt) |

grasse, disponibles sur le marché, ont été testés. Tous les produits ont été sucrés à 50 g/L et aromatisés avec le niveau PC en formule aromatique.

Des protocoles d'évaluation de chaque descripteur de texture ont été définis en se basant sur la littérature et les discussions avec le panel (tableau II-9). La tâche des sujets consistait à noter chaque descripteur de texture pour les trois produits sur la même échelle structurée. Le classement des produits pour chaque descripteur a été montré. Le meilleur accord au niveau du panel a été observé pour le descripteur épais (huit sujets sur dix).

b) Entraînement des sujets à l'évaluation de la saveur

L'apprentissage des sujets à l'évaluation des saveurs principales des yaourts (sucré, acide) a été effectué en une séance. Les sujets notaient les caractères sucré et acide de :

- trois yaourts 0% du commerce, sucrés à 20, 40 et 60 g/L de saccharose, pour la saveur sucrée ;
- trois yaourts du commerce de pH différent (4,35 - 4,2) aux quels 30 g/L de saccharose ont été ajoutés, pour la saveur acide.

Pour le caractère sucré, l'ensemble du panel a classé les produits dans l'ordre de concentration en saccharose. Concernant l'acidité, sept sujets sur les dix ont classé les yaourts dans l'ordre du pH.

c) Entraînement des sujets à la reconnaissance et l'évaluation de l'arôme

Quatre séances ont été consacrées à l'entraînement sur les perceptions aromatiques. Cinq solutions des composés d'arôme dans l'huile (Mineral Oil, Sigma-Aldrich) ont été proposées : acétate d'amyle (100 ppm), pentanoate d'éthyle (50 ppm), hexanal (20 ppm), trans-2-hexenal (200 ppm), γ -octalactone (500 ppm). Les sujets devaient décrire l'odeur de ces solutions. Après discussion avec le panel, un terme correspondant à chaque perception olfactive a été choisi (tableau II-9). Les solutions étaient disponibles pour chaque sujet tout au long de la suite de l'entraînement.

L'entraînement a continué avec un yaourt du commerce ferme, sucré à 50 g/L, brassé avec le traitement mécanique moyen (tableau II-1) et aromatisé avec un seul composé d'arôme aux niveaux 3, PC et 4 de la formule aromatique (tableau II-8). Lors de deux séances, les sujets sont entraînés à évaluer chaque descripteur d'arôme dans chacun des produits aromatisés à trois concentrations différentes d'un seul composé d'arôme. L'ANOVA (produits, sujets) met en évidence une discrimination des produits de concentrations différentes en composés d'arôme selon toutes les notes aromatiques associées.

Une notation de tous les descripteurs pour un yaourt fabriqué avec 3,5 g/L épaississant et traitement mécanique moyen, aromatisé avec les niveaux 3 et 4 de la formule a également été organisée. L'ANOVA (produit, sujet) a montré que les produits étaient significativement différenciés selon leurs notes amande et noix de coco. En revanche, un désaccord des sujets sur les notations des notes banane, fraise et pomme verte est apparu.

d) Entraînement des sujets à l'évaluation en condition nez bouché

Le protocole expérimental nécessitant l'évaluation des produits avec un pince nez, les sujets ont été entraînés à son utilisation. Ils ont évalué tous les descripteurs de texture et de saveur de trois produits reflétant les niveaux extrêmes et moyens de texture du plan d'expériences. Les trois produits étaient sucrés à 50 g/L de saccharose et aromatisés avec le niveau PC de la formule aromatique (tableau II-8). Une répétition a été effectuée. L'évaluation est effectuée sur une échelle non structurée allant de très peu intense à très intense, utilisant le logiciel FIZZ.



L'ANOVA à deux facteurs (produit, sujet) a révélé un effet produit significatif pour les descripteurs de texture épais et collant. Ce résultat montre que les sujets sont capables de discriminer les produits en condition d'évaluation avec un pince nez.

e) Entraînement des sujets à la notation de la texture et de la flaveur et à l'utilisation de l'échelle non structurée

Le panel a poursuivi son apprentissage par une évaluation de l'ensemble des 13 descripteurs retenus (tableau II-9). Afin d'entraîner les sujets dans les conditions du profil, les produits ont été présentés de manière monadique et l'évaluation a été effectuée sur des échelles non structurées, utilisant l'outil informatique FIZZ. L'enchaînement et la composition des interfaces de l'outil FIZZ étaient similaires à ceux du profil (annexe 2).

Cinq produits, fabriqués au laboratoire et se différenciant à la fois selon leurs propriétés rhéologiques et leurs concentrations en composés d'arôme, ont été présentés deux fois aux sujets (tableau II-10). Une modification qualitative de l'arôme a été effectuée en augmentant la concentration de certains composés afin d'accentuer les différences olfactives.

L'ANOVA à deux facteurs (produit, sujet) a montré que les sujets parviennent à

discriminer les produits selon leur texture (collant, épais, lisse et astringent) et selon leur saveur (acide). Pour l'arôme, des interactions significatives sujet x produit pour les notes amande et fraise indiquaient des désaccords au niveau du panel. L'examen des notes individuelles a révélé que 33% des sujets évaluaient très faiblement l'intensité aromatique des produits, avec des notes ≤ 1 . Ces sujets étaient particulièrement invités à reflairer les références dans l'huile et à redéguster les produits en se focalisant plus sur les perceptions olfactives.

Tableau II-10. Produits utilisés pour l'entraînement des sujets à l'évaluation de la texture et de la flaveur.

| Produits | Concentration en épaississant (g/L) | Traitement mécanique | Concentration en formule aromatique * | Code du plan d'expériences 1 |
|----------|-------------------------------------|----------------------|---|------------------------------|
| P1 | 7 | Min | Niveau 3 | 100 |
| P2 | 0 | Max | Niveau 3 + 5 ppm acétate d'éthyle | - |
| P3 | 7 | Min | Niveau 3 + 8 ppm γ -octalactone | - |
| P4 | 0 | Max | Niveau 4 | 011 |
| P5 | 3,5 | Moy | Niveau 3 x 1,7 | PC |

* = les niveaux font référence au tableau II-8

3.1.4.3. Organisation des séances du profil

Les yaourts étaient aromatisés six jours après la fermentation et dégustés cinq jours plus tard. Ils étaient répartis la veille dans des pots isothermes en polystyrène. Un pot par modalité sensorielle a été utilisé (soit trois pots), afin de garantir les mêmes caractéristiques physiques (rhéologiques, température, concentration en composés d'arôme) du produit au moment de la dégustation. Tous les facteurs extrinsèques au produit (température des yaourts = 4°C; quantité présentée = 30 g/pot; récipient utilisé) étaient homogénéisés. Les échantillons étaient présentés à l'aveugle : échantillons codés par trois chiffres.

Deux produits du plan d'expérience, à deux concentrations en formule aromatique différentes, ont été évalués par séance : séance 1, le 013 et le 114; séance 2, le 012 et le 031; séance 3, le 113 et le 134 ; séance 4, le 133 et le 034.

La séance était organisée en deux parties : la première avec pince nez, la deuxième sans pince nez. Lors de la première partie, les sujets évaluaient les descripteurs de texture et

de saveur dans l'ordre suivant : collant, épais, lisse, nappant/fondant, astringent, acide, amer et sucré. Lors de la deuxième partie, ils commençaient avec les descripteurs de texture, continuaient avec les descripteurs d'arôme amande, banane, fraise, pomme verte / herbe, noix de coco et terminaient avec les descripteurs de saveur. Chaque partie de séance débutait avec l'évaluation du PC qui servait de produit d'échauffement. Chaque produit était évalué deux fois par partie, correspondant à une répétition au sein de la séance. L'ordre de présentation des échantillons suivait un plan de présentation équilibré (carrés latins) par partie et par sujet. De l'eau d'Evian et des cracottes étaient proposées aux sujets pour se rincer la bouche entre chaque produit.

3.2. IMPACT DE LA QUALITE ET DE LA COMPLEXITE AROMATIQUE SUR LA TEXTURE DES YAOURTS, EVALUEES PAR TROIS DIFFERENTES METHODES SENSORIELLES (PLAN D'EXPERIENCES S2)

Lors de ce plan d'expériences, trois méthodes différentes ont été testées : le tri, le profil libre choix et le profil, afin d'examiner les interactions texture/flaveur, induites par la modification de la qualité et de la complexité aromatique des yaourts.

3.2.1. Les sujets

Le panel était constitué de 16 personnes (huit hommes et huit femmes de 20 à 45 ans), membres du laboratoire GMPA de Grignon. La moitié des sujets avait déjà participé à des tests sensoriels et deux d'entre eux faisaient partie du premier panel.

3.2.2. Les produits

Dans ce deuxième plan d'expériences, la seule source de variation de la texture était le traitement mécanique. Ce facteur s'est révélé avoir un plus fort impact sur les propriétés rhéologiques que la concentration en épaississant et présente surtout l'avantage de ne pas apporter de changement dans la composition des produits.

Les différences de qualité et d'intensité olfactive ont été obtenues par l'aromatisation des yaourts avec des composés purs ou des mélanges de composés d'arôme. Afin d'élargir la gamme des composés étudiés lors du premier plan d'expériences, un sixième composé

d'arôme, très hydrophile et polaire, le diacétyle (log P = -1,34, solubilité dans l'eau = 331 g/L), a été ajouté. Les six composés d'arôme induisaient trois types de notes olfactives, mises en évidence par le panel :

- Note fruitée : acétate d'amyle (AA) et pentanoate d'éthyle (PE);
- Note verte : hexanal (H) et trans-2-hexenal (T2H);
- Note grasse : γ -octalactone (OC) et diacétyle (DI).

Des tests préliminaires avec un panel de cinq personnes expérimentées ont permis d'ajuster les concentrations des composés, afin qu'ils soient perçus comme iso-intenses. L'objectif était de limiter les différences quantitatives d'intensité entre les notes aromatiques, pour que les sujets se focalisent sur l'impact de la qualité olfactive des composés purs sur la perception de la texture des produits. Pour les mélanges binaires et ternaires, afin de réduire le nombre des combinaisons, un composé a été choisi par note olfactive : l'acétate d'amyle, l'hexanal et la γ -octalactone. Deux autres mélanges comprenant cinq et six composés d'arôme ont aussi été examinés. Le tableau II-11 présente les 12 produits.

Tableau II-11. Concentrations des composés d'arôme ($\mu\text{L}/\text{kg}$) dans les 12 yaourts du plan d'expériences sensoriel 2 (S2)

| Composés d'arôme | Produits | | | | | | | | | | | |
|-----------------------|----------|-----|-----|-----|-----|------|-------|-------|-------|-----|-----|------|
| | H | T2H | AA | PE | OC | DI | H+ AA | H+ OC | AA+OC | M3 | M5 | M6 |
| Acétate d'amyle | | | 4,0 | | | | 4,0 | | 4,0 | 4,0 | 4,0 | 4,0 |
| Hexanal | 2,4 | | | | | | 2,4 | 2,4 | | 2,4 | 2,4 | 2,4 |
| Trans-2-Hexenal | | 5,2 | | | | | | | | | 5,2 | 5,2 |
| Pentanoate d'éthyle | | | | 4,1 | | | | | | | 4,1 | 4,1 |
| γ -Octalactone | | | | | 8,0 | | | 8,0 | 8,0 | 8,0 | 8,0 | 8,0 |
| Diacétyle | | | | | | 23,0 | | | | | | 23,0 |

3.2.3. Procédure de tri

Les tests de tri ont été effectués sur les yaourts fabriqués à traitement mécanique faible (TM1). Deux séances ont été consacrées au tri des produits aromatisés avec les six composés purs (CP), la deuxième étant une répétition. Les six produits ont été présentés simultanément aux sujets et il leur a été demandé de : 1) les trier en un nombre non fixé de groupes (entre

deux et cinq) selon leur similitude de texture; 2) une fois le tri effectué, de caractériser les produits à l'aide d'un vocabulaire de texture choisi par les sujets. Les fiches utilisées sont présentées en annexe 3.

Lors de deux autres séances, les sujets ont réalisé les mêmes tâches mais sur 12 produits, six aromatisés avec les composés purs et six avec les mélanges (tableau II-11).

A la fin de chaque séance, les sujets évaluent l'intensité de perception du descripteur épais pour chaque produit. Pour ce faire, de nouveaux échantillons leur ont été présentés. Par ailleurs, une description selon l'arôme a été demandée aux sujets, mais les résultats ne seront pas détaillés ici.

3.2.4. Profil libre choix

Les sujets ont caractérisé avec leurs propres termes la texture, l'arôme et la saveur de 12 yaourts (sans épaississant, traitement mécanique faible), aromatisés avec les 6 composés purs et les six mélanges (tableau II-11). Les sujets pouvaient s'aider de la liste des descripteurs constituée suite aux séances de tri, pour la caractérisation de la texture (annexe 4).

Chaque sujet choisissait le descripteur le plus pertinent par catégorie de perception et évaluait son intensité sur une échelle non structurée, allant de très peu à très intense, sur le logiciel FIZZ (annexe 4). Les sujets pouvaient également ajouter des termes supplémentaires à la liste proposée et en noter l'intensité sur des fiches papier. Lors de ce test, les 12 échantillons étaient présentés de façon monadique. L'ordre de présentation des échantillons suivait un plan de présentation équilibré (carrés latins). Une répétition de la séance a été organisée. Lors de ces séances, les sujets devaient également noter l'intensité globale aromatique.

3.2.5. Analyse descriptive quantitative

3.2.5.1. Elaboration de la liste des descripteurs

Une liste préétablie, contenant les 21 descripteurs utilisés par le panel lors du profil libre choix a été proposée aux sujets. Ils ont noté l'intensité de ces descripteurs pour des yaourts représentant la gamme de texture et de l'arôme des produits du plan d'expériences.

Une réduction de la liste a ensuite été effectuée par le critère de la moyenne géométrique. Les descripteurs de $MG < 15\%$ ont été éliminés : fluide, citron, râpeux, onctueux, piquant. La liste définitive a été fixée après discussion avec le panel.

Les descripteurs retenus, ainsi que les références utilisées lors de l'entraînement, très similaires à celles du premier plan d'expériences sont présentés dans le tableau II-12. Aucune définition du terme crémeux n'a été reportée, car ce terme étant ambigu, son acceptation variait entre sujets. Ce terme a néanmoins été conservé parmi les descripteurs de texture.

3.2.5.2. Entraînement du panel

Quatre séances ont été consacrées à l'entraînement des sujets.

a) Test d'apprentissage à l'évaluation de la texture

Trois yaourts sucrés (50 g/L) de texture différente ont été présentés aux sujets : yaourts sans épaississant, avec traitement mécanique faible, moyen et fort (TM 1, TM2, TM3, tableau II-1). Une référence supplémentaire dans l'eau était présentée pour le descripteur astringent.

La tâche des sujets consistait à noter chaque descripteur de texture pour les trois produits sur l'échelle structurée similaire à celle du plan d'expériences S1 (annexe 1). Les sujets étaient informés que deux des produits correspondaient aux extrémités de l'échelle, afin de les inciter à l'utiliser dans sa totalité.

L'ensemble du panel a classé les produits selon les descripteurs épais, collant et lisse dans le même ordre, en utilisant la totalité de l'échelle. Concernant les deux autres descripteurs crémeux et nappant, trois sujets étaient en désaccord avec le panel. Ces sujets ont été invités à redéguster les produits.

b) Test de reconnaissance des saveurs

Les sujets devaient reconnaître et mémoriser des solutions aqueuses sucrées, amères et acides. Les concentrations des molécules sapides ont été déterminées d'après les normes AFNOR (1993) et sont présentées au tableau II-12. L'ensemble du panel a classé les produits dans le bon ordre.

Tableau II-12. Descripteurs retenus lors du deuxième plan d'expériences (S2) pour la caractérisation des yaourts brassés aromatisés sans matière grasse : références et protocoles de dégustation lors de l'entraînement.

| | Descripteur | Protocole ou référence |
|----------------|--------------------------|---|
| TEXTURE | Astringent | Caractère râpeux du produit évalué par frottements entre la bouche et le palais. Sulfate d'aluminium et de potassium (0,5 g/L d'eau) <i>Plus le produit est râpeux, plus il est astringent</i> |
| | Collant | Force nécessaire pour décoller le produit adhérent aux surfaces de la bouche (langue, palais, dents) pendant la mastication. <i>Plus cette force est importante, plus le produit est collant.</i> |
| | Crémeux | |
| | Épais | Résistance du produit à l'écoulement, évalué en écrasant l'équivalent d'une cuillerée du produit entre la langue et le palais <i>Plus la force à appliquer est importante, plus le produit est épais</i> |
| | Lisse | Absence de particules solides. <i>Moins il y a de particules détectables, plus le produit est lisse.</i> |
| | Nappant/fondant | Aptitude du produit à former un film dans la bouche. <i>Plus le produit tapisse la bouche, plus il est nappant.</i> |
| SAVEUR | Acide | Acide citrique (1 g/L dans l'eau) |
| | Amer | Caffeine (0,5 g/L dans l'eau) |
| | Sucré | Saccharose (16 g/L dans l'eau) |
| AROME | Amande | Trans-2-hexenal (5,2 µL/kg dans le yaourt) |
| | Banane | Acétate d'amyle (4 µL/kg dans le yaourt) |
| | Fraise | Pentanoate d'éthyle (4,1 µL/kg dans le yaourt) |
| | Pomme verte/herbe | Hexanal (2,4 µL/kg dans le yaourt) |
| | Noix de coco | γ-octalactone (8 µL/kg dans le yaourt) |
| | Beurre | Diacétyle (23 µL/kg dans le yaourt) |
| | Nature | Yaourt sans composés d'arôme ajoutés |

c) Test d'apprentissage et de reconnaissance des arômes

Les 6 composés purs ont, tout d'abord, été présentés aux sujets dans des solutions d'huile minérale. Les concentrations des cinq premiers composés étaient les mêmes que celles utilisées lors du plan d'expériences 1, tandis que le diacétyl a été ajouté à la concentration de 1 ppm. Les sujets devaient décrire les notes aromatiques. Les mêmes descripteurs que lors du premier plan d'expériences, ont été associés par le panel aux cinq composés d'arôme communs et la note beurre à la solution de diacétyl.

Ensuite, les sujets devaient noter 12 yaourts avec traitement mécanique faible (TM1), sucrés (50 g/L) et aromatisés avec les 6 composés purs et les 6 mélanges sur les descripteurs d'arôme. Pour chaque composé d'arôme ajouté seul, la majorité du panel a bien reconnu la note aromatique associée. Concernant les mélanges binaires de composés, les évaluations les plus élevées étaient attribuées, en moyenne par le panel, aux notes aromatiques associées aux deux composés d'arôme présents. Mais les sujets ont rencontré plus de difficultés à reconnaître les notes dans les mélanges de trois, cinq et six composés d'arôme. Les notes aromatiques les mieux identifiées dans les yaourts aromatisés avec les composés seuls étaient les notes banane, fraise et noix de coco. Tandis que pour les yaourts aromatisés avec les mélanges, des notes prédominantes apparaissaient : fraise et amande pour le mélange de cinq, et banane, beurre et fraise pour le mélange de six composés.

3.2.5.3. Réalisation du profil sensoriel

Quatre séances ont été consacrées au profil sensoriel, deux par niveau de traitement mécanique (TM1 et TM3). La deuxième séance consistait en une répétition. Chaque sujet notait l'intensité des 16 descripteurs dans l'ordre présenté dans le tableau II-12 pour les 12 produits. Une échelle non structurée de 10 cm, s'échelonnant de très peu à très intense a été utilisée (annexe 5).

Lors de ces quatre séances, les sujets notaient également l'intensité aromatique globale des produits.

3.2.6. Organisation des séances

L'aromatisation des yaourts a eu lieu quatre jours après la fermentation. Les yaourts étaient consommés après une période de stabilisation de six jours (consommation à j+10).

Les séances ont eu lieu tous les jeudis de 11h45 à 12h30 ou de 15h45 à 16h30 pendant 16 semaines. Elles se déroulaient dans la même salle et dans les mêmes conditions que les tests du premier plan d'expériences. Les échantillons étaient présentés à l'aveugle : échantillons codés par trois chiffres.

3.3. ANALYSES STATISTIQUES DES RESULTATS SENSORIELS

a) Premier plan d'expériences

L'analyse de la variance (ANOVA) à un facteur (produit) par sujet et par descripteur a permis d'évaluer la capacité des différents sujets à discriminer les différents produits au moyen des descripteurs. Les performances du panel (repétabilité, sensibilité, consensus) ont été évaluées à l'aide de l'ANOVA à trois facteurs (produit, répétition, sujet). Une ACP a été réalisée sur la matrice des notations des différents sujets (variables) pour les différents produits (individus) sur chaque attribut présentant une interaction produit x sujet significative, afin d'examiner si cette dernière était due à un réel désaccord entre les sujets concernant le classement des produits.

L'impact de la perception olfactive sur la perception de la texture et de la saveur a été testé par une ANOVA à trois facteurs (produit, condition d'évaluation, sujet).

L'influence des facteurs de variation des propriétés rhéologiques du plan d'expériences sur la perception de la texture a été analysée par une ANOVA à trois facteurs (épaississant, traitement mécanique, sujet) sur chaque descripteur de texture. Les sujets ont été traités comme un facteur aléatoire. En cas de différences significatives à 5%, les intensités moyennes des niveaux de chaque facteur ont été comparées par le test de comparaisons multiples de Student-Newman-Keuls (SNK).

L'effet des facteurs de variation des propriétés rhéologiques sur l'intensité des descripteurs de flaveur a été analysé par test de Student, en comparant les paires suivantes : 013/113 et 034 /134, pour l'effet de l'épaississant, ainsi que 113/133 et 114/134 pour l'effet du traitement mécanique. De même, l'impact de la concentration en formule aromatique sur la perception de la flaveur et de la texture des produits a été évalué à l'aide d'un test de Student en comparant les paires 031/034, 012/013, 133/134 et 113/114.

b) Deuxième plan d'expériences

Les résultats des tests de tri ont été analysés par Multidimensional Scaling (MDS) (Schiffman *et al.*, 1981).

La méthode statistique utilisée pour analyser les données de *profil libre choix* est l'analyse procustéenne généralisée (GPA)(Gower, 1975).

Les données de *l'analyse descriptive quantitative* ont été traitées par analyse en composantes principales et par analyses de variance. L'analyse en composante principale (ACP) a permis de réaliser une typologie des produits, interprétée en terme de caractéristiques sensorielles (descripteurs) prédominantes. Différentes ACP ont été réalisées par catégories de perceptions et de produits. L'ACP a permis également d'évaluer les performances des sujets. En réalisant une ACP produit/sujet par attribut, on a pu observer qu'il existait des désaccords entre les sujets, et quel(s) sujet(s) se distingue(nt) des autres sur chacun des attributs.

L'analyse de la variance à un facteur (produit) par sujet et par descripteur a permis d'évaluer la capacité des différents sujets à discriminer les produits au moyen des descripteurs. L'analyse de la variance à deux facteurs (produits et sujets) avec interaction a permis de déterminer si les facteurs ont un intérêt explicatif au niveau du panel. Dans le cas d'un effet significatif à 5%, le test SNK a été effectué.

Chapitre III.

RESULTATS ET DISCUSSION

L'ensemble des expérimentations réalisées dans le cadre de ce travail a été construit dans le but de conduire une approche intégrée des caractérisations physico-chimiques et sensorielles des yaourts brassés, de composition et de mode de fabrication contrôlés. L'objectif est l'étude de l'importance relative des mécanismes qui président aux interactions matrice/composés d'arôme d'une part, et aux interactions texture/flaveur d'autre part, et d'en faire la synthèse.

Ainsi, les résultats des travaux conduits de manière systématique seront analysés en 4 étapes dans ce chapitre. Dans une première partie sont représentées les propriétés rhéologiques, associées de l'analyse "texture" des yaourts cibles de l'étude. Puis sur ces matrices et des solutions aqueuses prises comme modèle ont été conduits des essais originaux de caractérisation des propriétés physico-chimiques et cinétiques des composés d'arôme, qui font l'objet de la deuxième et troisième partie. Les interactions des composés d'arôme avec les constituants des matrices laitières, l'impact des changements de structure et de rhéologie induites par le pH, la concentration en épaississant et le traitement mécanique sont traités dans la deuxième partie. La troisième partie est consacrée à l'étude des transferts de chaleurs couplés aux transferts de matière (composés d'arôme) de la matrice vers la phase gazeuse.

La quatrième partie a pour objet la caractérisation sensorielle des produits. L'effet des facteurs de variation des propriétés rhéologiques, de la concentration en épaississant et du traitement mécanique, ainsi que de la concentration en formule aromatique, sur la perception de la texture et de la flaveur ont été examinés de manière systématique. Ensuite, l'étude s'est concentrée sur l'impact des variations qualitatives et quantitatives de l'aromatisation sur, à nouveau, la perception de la texture et de la flaveur, à l'aide de différentes méthodes sensorielles, qui font l'objet d'une analyse critique.

Enfin, dans un dernier chapitre (en terme de discussion conclusive) l'ensemble des résultats issus des approches physico-chimiques et sensorielles portant sur l'analyse des interactions texture-flaveur sont discutés. Les interactions sensorielles observées sont analysées et des mécanismes limitants sont identifiés.

1. LES PROPRIETES RHEOLOGIQUES DES YAOURTS

Pour l'étude des interactions, l'objectif premier est de disposer de matrices " yaourts" de propriétés rhéologiques distinctes. Ainsi, les facteurs technologiques qui président à la rhéologie des yaourts ont été étudiés et leur effet a été quantifié. Une validation du domaine de variation et une étude de la répétabilité des conditions de production en laboratoire des yaourts de rhéologie contrôlée a été également conduit.

1.1. CHOIX DES FACTEURS TECHNOLOGIQUES

Différents facteurs, relevant soit de la formulation soit du procédé, sont susceptibles de faire varier les propriétés rhéologiques des yaourts. Quatre facteurs ont été clairement identifiés au regard des pratiques courantes de fabrication des yaourts : la concentration en épaississant et en poudre de lait, le traitement mécanique du caillé et le pH du produit fini. Un premier plan d'expériences a été réalisé afin de discerner les facteurs les plus influents. La gamme testée de variation des facteurs a été définie également en fonction des conditions usuelles de production industrielle. Il en ressort que l'augmentation de la concentration en épaississant de 0 g/L à 13 g/L entraîne une augmentation de la viscosité complexe 15 fois plus importante qu'une différence d'ajout de 20 g/L de poudre de lait (tableau III-1). Parmi les facteurs du procédé, l'influence du traitement mécanique du caillé est deux fois plus forte que celle du pH. L'annexe 6 présente l'ensemble des résultats détaillés, ayant servi à établir le tableau III-1.

Tableau III-1. Variations de la viscosité complexe ($\Delta \eta^*_0$) des yaourts, dues à des modifications de la composition ou de la procédure de fabrication

| | Facteur | Niveau minimal | Niveau maximal | $\Delta \eta^*_0$ (Pa.s) |
|--------------------|-----------------------------|-----------------------|-----------------------|--|
| Formulation | Epaississant | 0 g/L | 1,3 g/L | + 30,9 |
| | Poudre de lait | 30 g/L | 50 g/L | + 2,2 |
| Procédé | Traitement mécanique | Faible | Fort | - 11,7 |
| | pH | 4,65 | 4,45 | + 5,4 |

Les deux facteurs les plus influents, retenus par la suite, sont donc : la concentration en épaississant et le traitement mécanique du caillé. Pour les gammes de variation retenues, une analyse sensorielle, réalisée avec un panel restreint à quatre sujets, a révélé que les produits obtenus à 1,3 g/L d'épaississant possédaient une texture sensiblement plus épaisse que celle des yaourts du commerce. Par conséquent, pour le reste de l'étude la concentration maximale en épaississant a été ramenée à 0,7 g/L.

1.2. EFFET DES FACTEURS RETENUS : LA CONCENTRATION EN EPAISSISSANT ET LE TRAITEMENT MECANIQUE DU CAILLE

L'évolution de la viscosité complexe à faible contrainte (η^*_0) et de la viscosité complexe à 100 Pa (η^*_{100}) des yaourts a été étudiée en fonction de la concentration en épaississant, de l'application d'un traitement mécanique et de la concentration en formule aromatique. Des études préliminaires montrant que la relation était du premier ordre, la surface de réponse obtenue dans le cas de la variation des deux premiers facteurs est présentée dans la figure III.1a et b.

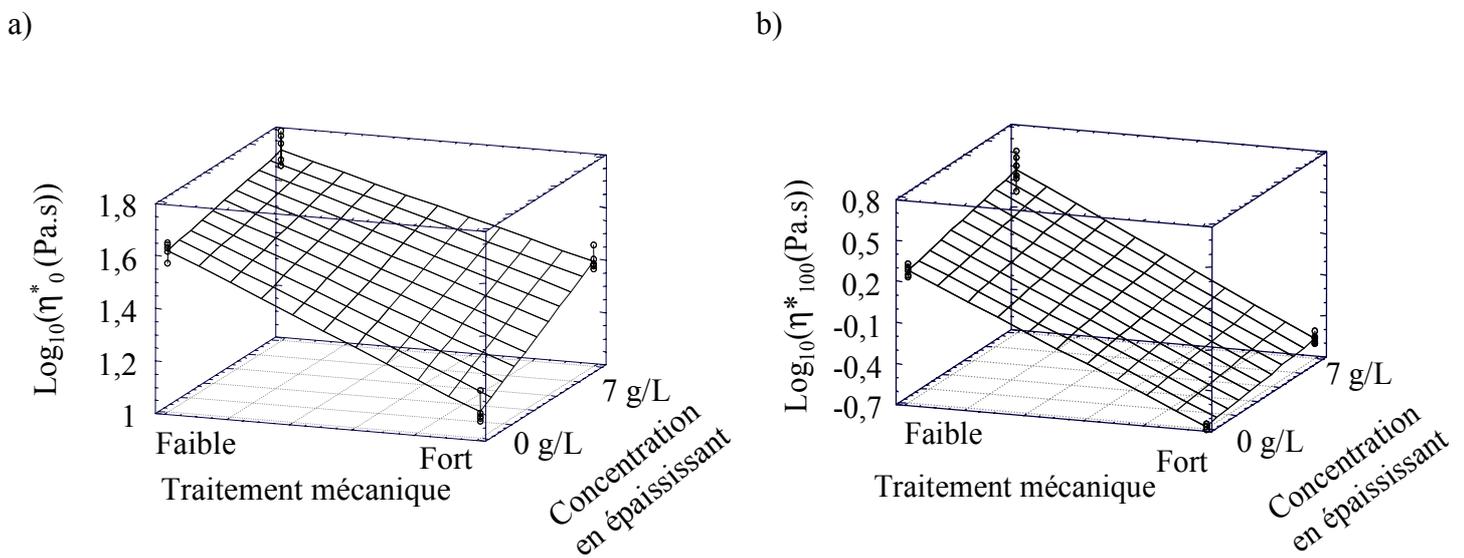


Figure III-1. Surface de réponse de la viscosité complexe a) à faible contrainte (η^*_0) et b) à forte contrainte 100 Pa (η^*_{100}) des yaourts en fonction de la concentration en épaississant et du traitement mécanique appliqué.

La concentration en formule aromatique n'a pas d'impact significatif sur les propriétés rhéologiques des yaourts testés lors des analyses sensorielles ou physico-chimiques. L'application de la procédure de régression linéaire pas à pas sur les variables normalisées montre que la viscosité complexe à faible contrainte (η^*_{0}) est dépendante de la concentration en épaississant (E), du traitement mécanique (TM) et de leur interaction (équation III-1). Par contre, la viscosité complexe à forte contrainte (η^*_{100}) ne dépend pas du terme d'interaction et l'effet de la concentration en épaississant est beaucoup plus faible que celui du traitement mécanique (équation III-2).

$$\text{Log}(\eta^*_{0}) = 1,45 + 0,11E - 0,21TM + 0,038 E \times TM \quad (R^2 = 0,99) \quad \text{[III-1]}$$

$$\text{Log}(\eta^*_{100}) = -0,11 + 0,08E - 0,5TM \quad (R^2 = 0,98) \quad \text{[III-2]}$$

Il ressort que, dans la gamme testée, le traitement mécanique a un effet prédominant sur les propriétés rhéologiques. Par rapport à la concentration en épaississant, il a deux fois plus d'effet sur la viscosité complexe à faible contrainte et environ 6,5 fois plus d'effet sur la viscosité complexe à forte contrainte.

Dans la littérature, l'effet épaississant des agents de texture dans les matrices modèles est largement étudié, tandis que celui du traitement mécanique ou encore celui des composés d'arôme est peu connu. Ainsi, Pangborn et Szczesniak (1974) ont observé une diminution de la viscosité apparente de solutions de CMC, d'alginate de sodium et de xanthane en présence de l'acide isobutyrique. En revanche, Cayot *et al.* (1998) reportent une augmentation de la fermeté des gels de maïs en présence de l'acétate d'isoamyle. Mais les concentrations en composé d'arôme appliquées par les derniers auteurs sont plus importantes que les nôtres.

En conclusion, pour la gamme de matrices et de formules aromatiques étudiés, la variation des facteurs concentration en épaississant et particulièrement traitement mécanique nous permet d'obtenir des yaourts de propriétés rhéologiques très différentes.

1.3. REPETABILITE ET SUIVIS DES FABRICATIONS POUR LA MESURE DES PROPRIETES RHEOLOGIQUES DES YAOURTS

Les yaourts évalués à terme au cours des séances d'analyse sensorielle étaient issus de fabrications différentes. La variabilité des propriétés rhéologiques du produit résultant de la même combinaison concentration en épaississant / traitement mécanique, mais provenant de deux fabrications différentes est, en règle générale, inférieure à la variabilité de la mesure rhéologique, ainsi que le montre le tableau III-2, dans le cas des produits du plan d'expériences sensorielles S1. Seuls deux produits du plan d'expériences sensorielles S1 font exception : les yaourts avec épaississant/avec traitement mécanique faible, aromatisés avec le niveau 3 et 4 de la formule aromatique. Mais, l'effet fabrication observé par les mesures rhéologiques pour ces produits inclut la variation due à la méthode de prélèvement d'échantillons sur lesquels sont effectués les mesures.

En général, les fabrications ont été jugées répétables. Ainsi, les produits de la même combinaison concentration en épaississant / traitement mécanique, possédaient les mêmes propriétés rhéologiques indépendamment de la période de fabrication.

Tableau III-2. Propriétés rhéologiques des produits du plan d'expériences sensorielles S1, provenant de différentes fabrications et valeurs de F (Fisher) ainsi que probabilités associées à l'ANOVA à un facteur (fabrication). Les probabilités correspondantes à un effet fabrication significatif ($P < 0,05$) sont marquées en gras¹.

a) Valeurs de la viscosité complexe à faible contrainte (η^*_0).

| Code produit (ijk)* | Concentration en épaississant (g/L) | Traitement mécanique | Fabrication 1 ($\text{Log}_{10}(\eta^*_0)$) | Fabrication 2 ($\text{Log}_{10}(\eta^*_0)$) | ANOVA (fabrication) | |
|--|-------------------------------------|----------------------|---|---|---------------------|---------------|
| | | | | | F | Probabilité |
| 012 (fabrication 1) et 013 (fabrication 2) | 0 | Faible | 1,62 | 1,64 | 0,27 | 0,6419 |
| | 0 | Faible | 1,64 | 1,61 | | |
| | 0 | Faible | 1,57 | Nd | | |
| 031 (fabrication 1) et 034 (fabrication 2) | 0 | Fort | 1,08 | 1,08 | 1,25 | 0,3448 |
| | 0 | Fort | 1,06 | 1,18 | | |
| | 0 | Fort | nd | 1,09 | | |
| 113 (fabrication 1) et 114 (fabrication 2) | 7 | Faible | 1,75 | 1,69 | 36,96 | 0,0037 |
| | 7 | Faible | 1,80 | 1,66 | | |
| | 7 | Faible | 1,78 | 1,67 | | |
| 133 (fabrication 1) et 134 (fabrication 2) | 7 | Fort | 1,37 | 1,46 | 3,43 | 0,1377 |
| | 7 | Fort | 1,38 | 1,41 | | |
| | 7 | Fort | 1,39 | 1,39 | | |

*ijk, i = concentration en épaississant; j = traitement mécanique, k = concentration en composés d'arôme.

Nd = non déterminé.

b) Valeurs de la viscosité complexe à forte contrainte (η^*_{100}).

| Code produit (ijk)* | Concentration en épaississant (g/L) | Traitement mécanique | Fabrication 1 ($\text{Log}_{10}(\eta^*_{100})$) | Fabrication 2 ($\text{Log}_{10}(\eta^*_{100})$) | ANOVA (fabrication) | |
|--|-------------------------------------|----------------------|---|---|---------------------|---------------|
| | | | | | F | Probabilité |
| 012 (fabrication 1) et 013 (fabrication 2) | 0 | Faible | 0,24 | 0,32 | 1,88 | 0,26 |
| | 0 | Faible | 0,29 | 0,27 | | |
| | 0 | Faible | 0,23 | Nd | | |
| 031 (fabrication 1) et 034 (fabrication 2) | 0 | Fort | -0,70 | -0,69 | 4,62 | 0,1209 |
| | 0 | Fort | -0,70 | -0,66 | | |
| | 0 | Fort | Nd | -0,65 | | |
| 113 (fabrication 1) et 114 (fabrication 2) | 7 | Faible | 0,63 | 0,43 | 46,41 | 0,0025 |
| | 7 | Faible | 0,64 | 0,34 | | |
| | 7 | Faible | 0,58 | 0,33 | | |
| 133 (fabrication 1) et 134 (fabrication 2) | 7 | Fort | -0,585 | -0,495 | 4,27 | 0,1078 |
| | 7 | Fort | -0,585 | -0,538 | | |
| | 7 | Fort | -0,569 | -0,569 | | |

*ijk, i = concentration en épaississant ; j = traitement mécanique ; k = concentration en composés d'arôme.

Nd = non déterminé.

Note ¹. L'effet fabrication inclus également la méthode de prélèvement d'échantillons sur lesquels sont effectués les mesures.

2. LA RETENTION DES COMPOSES D'AROME DANS LES MATRICES LAITIERES

L'objectif de cette partie est de quantifier l'impact de la composition des yaourts et de leurs propriétés rhéologiques sur la rétention des composés d'arôme par la matrice, mesurée à l'équilibre. Les effets des constituants de la matrice laitière dans un premier temps, du pH ensuite et enfin du traitement mécanique et de l'épaississant sur les coefficients de partage gaz/matrice de composés d'arôme ont été étudiés pas à pas, pour une meilleure compréhension des mécanismes d'interactions physico-chimique.

2.1. EFFET DES PROTEINES LAITIERES, DES SUCRES ET DE L'ÉPAISSISSANT SUR LA RETENTION DES COMPOSES D'AROME PAR LA MATRICE LAITIERE

Afin d'étudier l'impact de chaque constituant du yaourt sur la rétention des composés d'arôme et de le dissocier de l'effet "structure de la matrice", une étude systématique et un plan d'expériences (P1) ont été réalisés sur les matrices liquides contenant les principaux constituants des yaourts : les sucres, les protéines laitières et l'épaississant. Les coefficients de partage gaz/matrice liquide des composés d'arôme ont été déterminés à 4°C et comparés à ceux obtenus dans l'eau, prise comme solution de référence. Les composés d'arôme étudiés sont les cinq composants de la formule aromatique pour le premier plan d'expériences sensorielles (S1) : le trans-2-hexenal, l'hexanal, l'acétate d'amyle, le pentanoate d'éthyle et la γ -octalactone. Le classement des molécules selon leur volatilité mesurée à 4°C dans l'eau correspond au classement reporté dans la littérature à 25°C, à l'exception du pentanoate d'éthyle (tableau III-3). Néanmoins, compte tenu de la variation autour des valeurs du coefficient de partage, notre méthode de mesure peut-être jugée fiable pour observer les effets de la matrice et/ou des molécules sur la rétention, à l'équilibre.

Ainsi, pour l'ensemble des composés d'arôme étudiés, l'impact des différents constituants sur leur rétention dépend clairement de la classe chimique des molécules d'arôme (figure III-2, tableau III-4).

Tableau III-3. Coefficients de partage gaz/liquide des composés d'arôme dans l'eau.

| Composés d'arôme | $k_{\text{gaz/eau}} * 10^3$ Expérimental (4°C) | $k_{\text{gaz/eau}} * 10^3$ Littérature (25°C) |
|-----------------------|---|---|
| Acétate d'amyle | 1,64 ± 0,016 | 15,92 (a) |
| Pentanoate d'éthyle | 1,99 ± 0,020 | 13,95 (b) |
| Hexanal | 1,15 ± 0,0092 | 8,609(c) |
| | | 8,258 (d) |
| | | 8,738 (a) |
| Trans-2-hexenal | 0,334 ± 0,0032 | 1,997 (e) |
| γ -octalactone | 0,00171 ± 0,000073 | 0,04982 (f) |

(a) Voutsas *et al.* (2001) ; (b) Hine et Mookerjee (1975) ; (c) Buttery *et al.* (1969) ; (d) Zhou et Mopper (1990) ; (e) Buttery *et al.* (1971) ; (f) Souchon (1994).

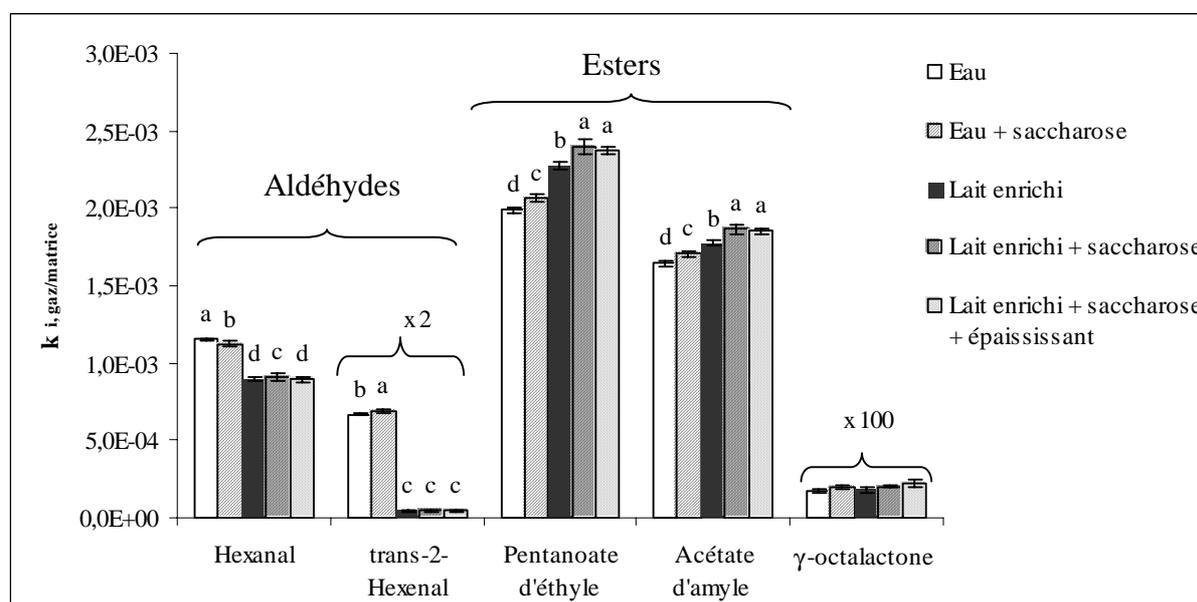


Figure III-2. Effet du lait, du saccharose et de l'épaississant sur les coefficients de partage gaz/matrice à 4°C. Les barres correspondent aux intervalles de confiance de détermination des $k_{i, \text{gaz/matrice}}$. Les différentes lettres traduisent des moyennes significativement différentes avec une valeur de $P < 0,05$, d'après le test SNK.

Les résultats de l'ANOVA à un facteur (matrice) montrent que la composition de la matrice n'a pas d'effet sur le $k_{\text{gaz/matrice}}$ de la γ -octalactone qui est le composé le moins volatil dans l'eau.

Tableau III-4. Effet de la matrice et des additifs sur la rétention à 4°C des composés d'arôme par rapport à l'eau (ANOVA à un facteur (matrice) et test SNK).

| Classe chimique | Lait | Saccharose | Epaississant |
|-----------------|------|------------|--------------|
| Aldéhyde | ↗ | NS | NS |
| Ester | ↘ | ↘ | NS |
| Lactone | NS | NS | NS |

NS: pas d'effet significatif par rapport à l'eau ; ↘, ↗ : rétention significativement moins, plus importante que celle dans l'eau.

La rétention des aldéhydes est significativement plus élevée dans les matrices laitières que dans l'eau, mais à un degré variable selon le composé d'arôme (figure III-2). Le coefficient de partage gaz/matrice diminue de 94% pour le trans-2-hexenal et de 22% pour l'hexanal. Or, les carbohydrates simples tel que le saccharose ont un impact faible ou non significatif sur la volatilité des aldéhydes aussi bien dans les matrices aqueuses que laitières. Ceci tend à confirmer une interaction spécifique entre les aldéhydes, particulièrement du trans-2-hexenal, et **les protéines laitières**. Cette interaction explique aussi les temps plus longs nécessaires à la stabilisation des matrices laitières aromatisées avec le trans-2-hexenal. L'existence d'une liaison double suggère une réactivité plus forte du trans-2-hexenal comparativement à l'hexanal.

Dans la littérature, les interactions protéines laitières/aldéhydes ont surtout été étudiées dans des systèmes simplifiés : des solutions aqueuses de caséines ou de β -lactoglobulines, à des pH proches de celui du lait (pH compris entre 6,0 et 7,0). Les interactions avec les caséines dépendent de la concentration en protéines. Une rétention croissante avec la concentration en caséines de 0 à 12 % est observée pour l'hexanal (Fischer et Widder, 1997). Les auteurs expliquent ces résultats par des liaisons chimiques issues de la réaction de l'aldéhyde et le groupement aminique (NH_2) libre des protéines (Kim et Min, 1989), produisant des bases de Schiff réversibles. Le même mécanisme peut être suggéré pour les matrices examinées dans cette étude.

Bien que, dans le lait, la concentration en β -lactoglobuline soit faible par rapport à la concentration en caséines, cette protéine pourrait également être impliquée dans la rétention des

aldéhydes par les matrices laitières. En effet, la β -lactoglobuline, possédant deux sites hydrophobes, peut interagir avec les composés d'arôme par des liaisons hydrophobes (Dufour et Haertlé, 1990 ; Jouenne et Crouzet, 2000 ; Molinari *et al.*, 1996 ; O'Neill et Kinsella, 1987 ; Robillard et Wishnia, 1972). Ainsi, Sostman et Guichard (1998) ont montré une rétention des aldéhydes non saturés tels que le 2-hexenal par la β -lactoglobuline.

Concernant **les esters**, nous avons observé une légère augmentation de 15% de leur coefficient de partage gaz/lait par rapport au coefficient de partage gaz/eau. Ce résultat traduit une tendance de la matrice laitière à libérer les esters. Considérant que la concentration **en sucres** (lactose) dans le lait est 35% supérieure à la concentration en protéines, et que la même tendance est remarquée quand du saccharose est additionné dans du lait ou dans de l'eau, le résultat observé est probablement dû d'avantage à l'effet des sucres qu'à celui des protéines. De plus, cet effet "salting out" observé pour les esters dans une matrice laitière paraît surprenant si on ne considérait que les protéines laitières. En effet, de nombreux auteurs ont conclu à des interactions hydrophobes entre les caséines et des esters de log P similaire à celui des esters de notre étude. Landy *et al.* (1995) ont montré que l'hexanoate d'éthyle (log P = 2,8) est fortement retenu (38% et 60%) par des solutions aqueuses de caséinate de sodium (5 et 50 g/L). Fischer et Widder (1997) confirment la tendance, mais dans une moindre mesure pour l'éthyl-2-méthyle butanoate (log P = 2,26) et l'hexanoate d'éthyle dans des solutions de caséines de 0 à 12 %. D'autres auteurs ont montré que les esters sont retenus dans la poche hydrophobe de la β -lactoglobuline (Charles *et al.*, 1996 ; Jouenne et Crouzet, 2000 ; Pelletier *et al.*, 1998 ; Reiners *et al.*, 2000). Ainsi, connaissant le caractère hydrophobe des esters de notre étude (tableau II.2), une diminution de la volatilité des composés d'arôme serait attendue. C'est pour cela que dans un milieu laitier complexe, il semble que les autres constituants majeurs, les sucres, aient un effet déterminant sur la rétention des esters. Les coefficients de partage gaz/liquide résultent alors de l'effet combiné de tous les constituants. Dans le lait écrémé reconstitué à 10 % de poudre de lait, les résultats reportés par Cayot *et al.* (2000) pour les esters sont en accord avec les nôtres. Le coefficient de partage gaz/liquide de l'acétate d'isoamyle (log P = 2,26, (Estimation Programs Interface v3.10, 2000) dans le lait augmente de 46% en fraction massique par rapport à celui de l'eau.

L'addition de **saccharose** a peu d'impact sur la rétention des aldéhydes (< 2,7%) et entraîne une légère augmentation du $k_{\text{gaz/liquide}}$ des esters (< 6%). Ces tendances vont dans le même sens que les études d'autres auteurs. Kieckbusch et King (1979) observent une forte

augmentation des $k_{\text{gaz/solutions sucrés}}$ d'acétates C1-C5 avec l'augmentation de la concentration en carbohydrate, pour des températures allant de 25°C à 50°C. Par exemple, l'ajout de 20% de saccharose entraîne une augmentation de 30 à 33% des $k_{\text{gaz/solutions sucrés}}$ des acétates. Les auteurs attribuent ces résultats à la diminution de l'eau "libre" due à l'hydratation des molécules de saccharose. De même, Le Thanh *et al.* (1992) observent une augmentation de la volatilité de deux des six composés étudiés, de l'acétone et de l'acétate d'éthyle dans des solutions sucrées avec glucose. Cayot *et al.* (2000) reportent une augmentation du $k_{\text{gaz/matrice}}$ de l'acétate d'amyle par rapport au $k_{\text{gaz/eau}}$, quand 100 g/L de saccharose sont ajoutés.

Enfin, **l'addition de l'épaississant** n'a pas affecté la rétention des composés d'arôme dans le lait non gélifié. Aucun effet significatif de l'épaississant sur les $k_{\text{gaz/matrice}}$ n'a été révélée par une ANOVA à un facteur (matrice) (tableau III-4). Ces observations ont été suivies d'une étude sur le yaourt, c'est-à-dire dans des conditions de pH où l'épaississant joue un rôle sur la texture.

En conclusion, l'ensemble des observations révèle que les composé d'arômes d'une même classe chimique ont un comportement similaire vis-à-vis des matrices liquides étudiées. Ainsi, la rétention observée des aldéhydes par la matrice laitière proviendrait d'interactions spécifiques avec les caséines, et plus particulièrement pour le trans-2-hexenal. Les protéines sériques sont aussi probablement impliquées. L'effet des protéines laitières sur la volatilité des esters est moins marqué. La diminution de la rétention des esters par les matrices étudiées est liée à la présence des sucres (lactose, saccharose...). Le composé d'arôme le moins volatil, la γ -octalactone, n'est affecté ni par les protéines laitières, ni par les sucres dans des matrices liquides. Enfin, parmi les additifs examinés, l'épaississant, dont la concentration maximale était fixée à 7 g/L, n'a pas d'effet significatif comparativement aux protéines et aux sucres.

2.2. EFFET DU PH SUR LA RETENTION DES COMPOSES DANS LE YAOURT

La fermentation lactique, entraînant une baisse du pH, induit des changements de structure du produit et des protéines laitières ainsi qu'une modification de la composition en carbohydrates. Afin d'examiner l'impact de ces changements essentiellement structuraux sur la rétention des composés d'arôme, les coefficients de partage $k_{\text{gaz/yaourt}}$ ont été déterminés à trois pH différents, à 4°C.

En préambule, il est important de souligner que la baisse du pH augmente la viscosité complexe des yaourts, mais cet effet sur les propriétés rhéologiques demeure faible comparé à celui de la concentration en épaississant ou celui du traitement mécanique.

Les résultats indiquent que la baisse du pH de 4,75 à 4,14 entraîne une modification légère mais significative des coefficients de partage gaz/yaourt des esters, des aldéhydes et de la γ -octalactone (figure III-3, et détails de l'ANOVA à 1 facteur (pH) en annexe 7). La diminution du pH au-dessous du point isoélectrique des caséines (pH = 4,6) induit une plus forte rétention de l'hexanal, du pentanoate d'éthyle, de l'acétate d'amyle et de la γ -octalactone, traduit par des coefficients de partage $k_{\text{gaz/yaourt}}$ 7% à 11% plus faibles. En revanche, l'augmentation des coefficients de partage de 1% pour les esters et de 2% pour l'hexanal lorsque le pH baisse de 4,40 à 4,14 est trop faible pour que le test SNK mette en évidence des différences significatives, excepté pour l'hexanal. Seul le trans-2-hexenal a un comportement différent puisque c'est au pH le plus bas que la rétention est la plus faible, avec une augmentation de 11 % par rapport au pH = 4,75.

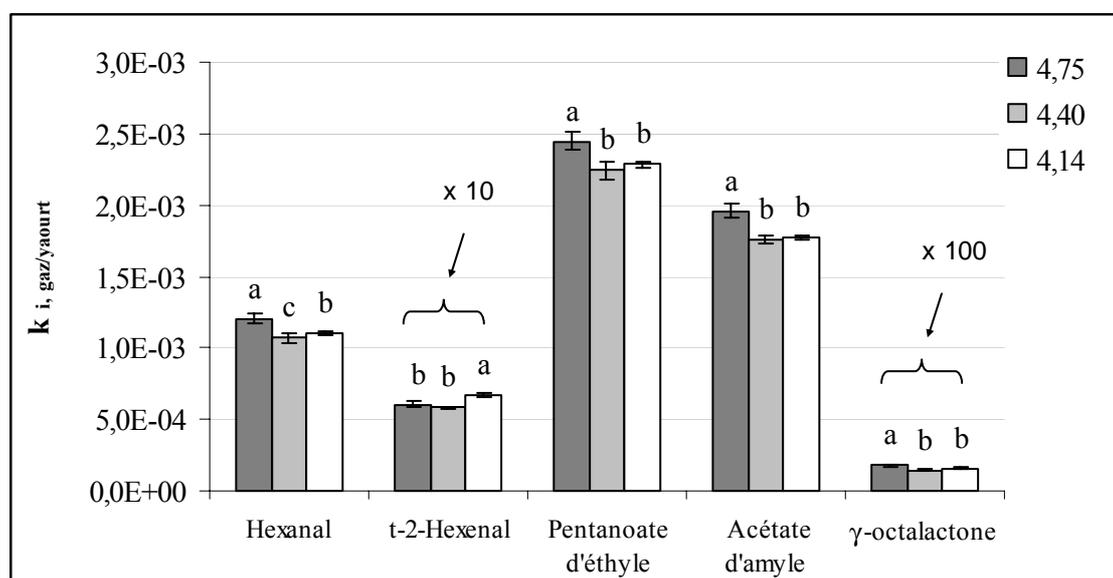


Figure III-3. Effet du pH sur le $k_{i, \text{gaz/yaourt}}$. Les barres correspondent aux intervalles de confiance de détermination du $k_{i, \text{gaz/matrice}}$. Les différentes lettres traduisent des moyennes significativement différentes à $P < 0,05$ d'après le test SNK.

Les résultats obtenus complètent les travaux de Lee *et al.* (1995) menés sur des laits acidifiés. Ces auteurs ont observé qu'une diminution du pH de 4,6 à 4,4 n'est accompagnée

d'aucun effet significatif sur les coefficients de partage gaz/matrice pour le diacétyle, l'acétaldéhyde et l'éthanol.

La plus forte hydratation des caséines à pH 4,75 comparée au pH 4,40 et 4,14 (Snoeren *et al.*, 1984), associée à une réduction de la quantité d'eau "libre", peut expliquer l'augmentation de la volatilité des esters et de la γ -octalactone pour le pH le plus élevé. En revanche, la tendance inverse devrait être observée pour les aldéhydes qui interagissent avec les protéines laitières, puisque la diminution du pH augmente les liaisons protéines/protéines. Les résultats observés pour le trans-2-hexenal, le composé le plus retenu par la matrice laitière (§ 2.1), confirment cette hypothèse : le coefficient de partage $k_{\text{gaz/yaourt}}$ est supérieure pour le yaourt le plus acide. Concernant l'hexanal, qui interagit plus faiblement avec les protéines laitières, d'autres mécanismes tels que le "salting out" entrent probablement en ligne de compte.

La comparaison de la rétention des composés d'arôme par les matrices liquides laitières (pH = 6,4; figure III-2) et par le yaourt (pH = 4,75; figure III-3) montre que, malgré la forte variation du pH, de faibles différences apparaissent, à l'exception du trans-2-hexenal. En effet, la fermentation lactique entraîne une diminution du pH de la matrice laitière, mais également une modification de la structure du réseau protéique et de la composition en carbohydrates. Ces résultats indiquent que tous ces facteurs doivent être pris en compte. Seul le trans-2-hexenal est sensiblement plus retenu dans le lait, où les liaisons caséines/caséines sont plus faibles que dans le yaourt. Cette observation tend à confirmer que l'interaction avec les protéines laitières est le mécanisme qui gouverne la volatilité du trans-2-hexenal dans des matrices laitières.

Au plan pratique, un pH final de 4,3 a été choisi pour l'étude de l'effet de l'agent de texture et du traitement mécanique, afin de rester proche des valeurs de pH des yaourts commercialisés.

2.3. EFFETS DE L'ÉPAISSISSANT ET DU TRAITEMENT MÉCANIQUE SUR LA RETENTION DES COMPOSÉS D'ARÔME DANS LE YAOURT

Une étude systématique a été conduite afin d'examiner l'effet de l'épaississant et du traitement mécanique sur la volatilité des composés d'arôme en conditions d'équilibre à une température de stockage de 4°C (plan d'expériences P3).

Les valeurs des coefficients de partage gaz/yaourt des six composés d'arôme sont reportées dans le tableau III-5. Les surfaces de réponse obtenus pour les $k_{\text{gaz/yaourt}}$ en fonction de la concentration en épaississant et le traitement mécanique appliqué sont présentés dans la figure III-4.

Tableau III-5. Les coefficients de partage des composés d'arôme pour les yaourts à différents niveaux d'épaississant (0 g/L (0.) et 7 g/L (1.)) et traitement mécanique (faible (.1), moyen (.2) et fort (.3)) ainsi que les intervalles de confiance (T = 4°C).

| Produits (ij) | Yaourt 01 | Yaourt 02 | Yaourt 03 | Yaourt 11 | Yaourt 12 | Yaourt 13 |
|---|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| Hexanal ($\times 10^3$) | 1,05 \pm 0,06 | 1,05 \pm 0,02 | 1,04 \pm 0,04 | 0,96 \pm 0,06 | 1,02 \pm 0,04 | 1,03 \pm 0,06 |
| Trans-2-Hexenal ($\times 10^5$) | 4,22 \pm 0,39 | 4,20 \pm 0,10 | 4,37 \pm 0,23 | 3,81 \pm 0,46 | 4,34 \pm 0,46 | 4,27 \pm 0,52 |
| Pentanoate d'éthyle ($\times 10^3$) | 2,32 \pm 0,13 | 2,28 \pm 0,04 | 2,22 \pm 0,10 | 2,10 \pm 0,17 | 2,25 \pm 0,08 | 2,34 \pm 0,12 |
| Acétate d'amyle ($\times 10^3$) | 1,83 \pm 0,11 | 1,82 \pm 0,03 | 1,81 \pm 0,04 | 1,66 \pm 0,17 | 1,79 \pm 0,07 | 1,88 \pm 0,12 |
| γ-Octalactone ($\times 10^6$) | 1,68 \pm 0,07 | 1,95 \pm 0,32 | 2,18 \pm 0,16 | 1,72 \pm 0,08 | 2,00 \pm 0,18 | 2,20 \pm 0,66 |
| Diacétyl ($\times 10^4$) | 1,07 \pm 0,02 | 1,08 \pm 0,02 | 1,09 \pm 0,01 | 1,06 \pm 0,04 | 1,07 \pm 0,03 | 1,08 \pm 0,04 |

Yaourt ij : i = niveau de concentration en épaississant ; j = niveau de traitement mécanique.

L'ANOVA à deux facteurs (E, TM) avec interaction (E*TM) fait ressortir un effet simple significatif de la **concentration en épaississant** sur le $k_{\text{gaz/yaourt}}$ de **l'hexanal** (tableau III-6). Cependant la diminution moyenne observée est très faible, inférieure à 5% (tableau III-5).

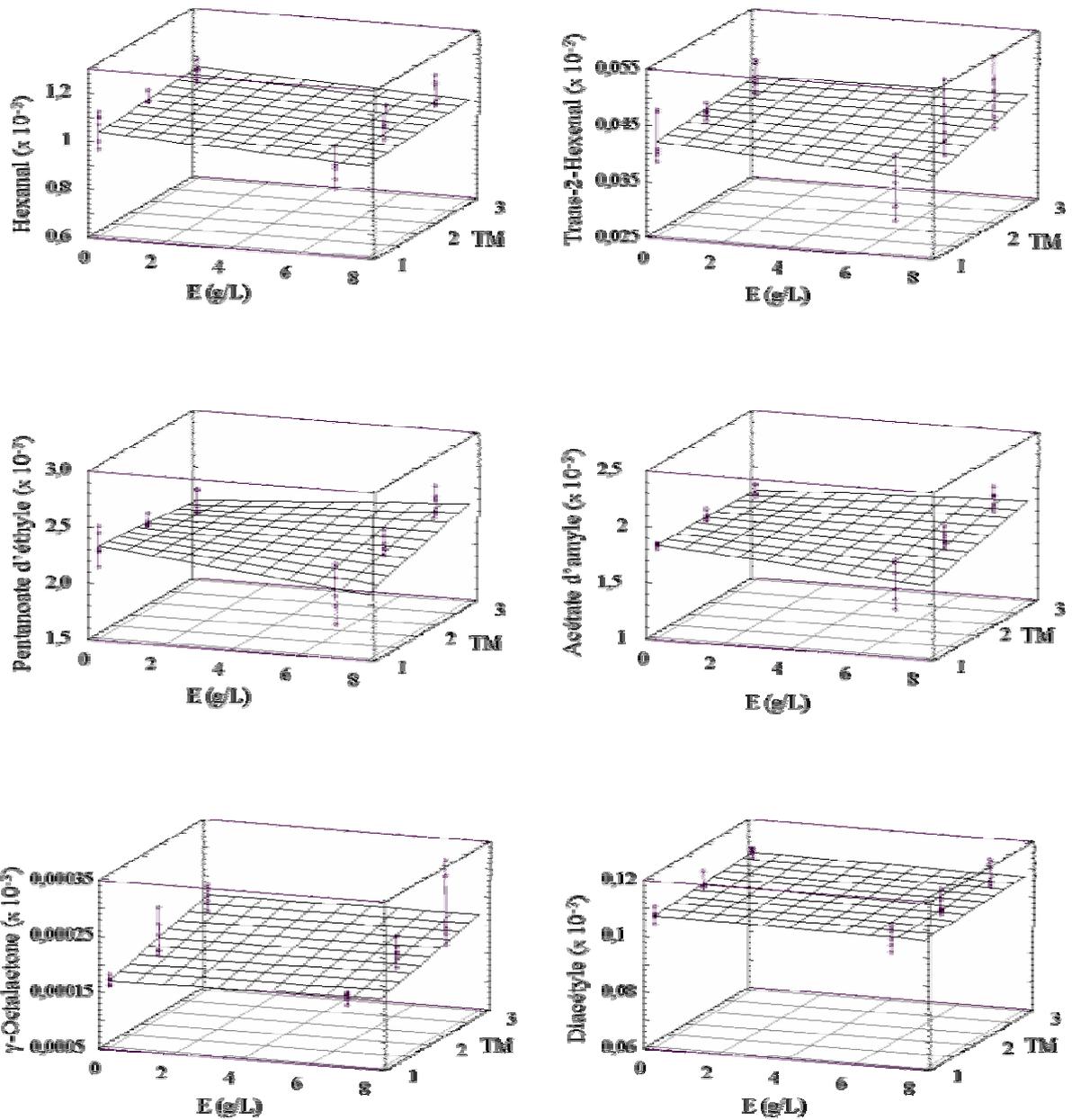


Figure III-4. Surface de réponse du coefficient de partage gaz/matrice en fonction de la concentration en épaississant (E) et du traitement mécanique appliqué (TM).

Absence d'effet sur le trans-2-hexenal et le diacétyls, et effet modéré sur les autres composés.

Tableau III-6. Résultats de l'ANOVA à deux facteurs (épaississant, traitement mécanique avec interaction) : valeurs de P. Les chiffres en gras indiquent des effets significatifs à un seuil de 5%.

| Facteur | Epaississant (E) | Traitement mécanique (TM) | Interaction E*TM |
|-----------------------|------------------|---------------------------|------------------|
| Hexanal | 0,011 | 0,2 | 0,077 |
| Trans-2-hexenal | 0,34 | 0,14 | 0,24 |
| Pentanoate d'éthyle | 0,56 | 0,72 | 0,02 |
| Acétate d'amyle | 0,15 | 0,035 | 0,01 |
| γ -Octalactone | 0,74 | 0,0024 | 0,98 |
| Diacétyle | 0,28 | 0,25 | 0,99 |

Le **traitement mécanique** affecte significativement la rétention de la γ -octalactone : quand le traitement mécanique augmente de faible à fort, son $k_{\text{gaz/yaourt}}$ augmente d'environ 30 %. Cependant, la forte variabilité des mesures de la concentration de la γ -octalactone dans l'espace de tête rend les conclusions délicates. En effet, les aires des pics obtenus sont très faibles, et, par conséquent, il est difficile de les intégrer et de les distinguer de la ligne de base du chromatogramme. L'interaction significative **traitement mécanique x épaississant** observée pour **les esters**, indique que l'effet du traitement mécanique dépend de la concentration en agent de texture. Néanmoins, l'effet simple du facteur **traitement mécanique** est significatif pour **l'acétate d'amyle**, avec une diminution de l'ordre de 10% du $k_{\text{gaz/matrice}}$ quand le traitement mécanique passe de faible à fort. L'augmentation de la volatilité de la γ -octalactone, de l'acétate d'amyle et du pentanoate d'éthyle dans des yaourts épaissis, avec l'augmentation du traitement mécanique, pourrait être expliquée par la diminution de l'encombrement stérique créée par le réseau protéique. En revanche, la rétention du trans-2-hexenal, qui réagit très fortement avec les protéines laitières, et du composé hydrophile, le diacétyle, n'est significativement affectée ni par l'ajout de l'épaississant, ni par l'application d'un traitement mécanique.

Les données de la littérature (Hansson *et al.*, 2002 ; Rega *et al.*, 2002) indiquent que les pectines, l'un des deux constituants de l'épaississant utilisé augmentent la rétention par la matrice des esters et des aldéhydes, lorsqu'un gel s'est formé. D'après ces auteurs, la rétention des composés d'arôme serait due à l'empêchement de la migration des composés d'arôme par le réseau enchevêtré des pectines. Quant à l'amidon, son effet est dépendant de son origine

botanique et de la nature des composés d'arôme. Peu d'études ont été menées sur l'amidon de maïs cireux, utilisé dans cette étude. Arvisenet *et al.* (2002) observent une diminution très importante, de l'ordre de 1,7 à 3 fois, du coefficient de partage gaz/gel d'amidon de maïs cireux à 25°C de l'acétate d'isoamyle ($\log P = 2,13$), de l'hexanoate d'éthyle ($\log P = 2,83$) et du linalol ($\log P = 3,54$). La plus forte diminution concerne le composé le plus hydrophobe, le linalol. Toutefois, il faut souligner que ces travaux ont été effectués à des concentrations très élevées en amidons (7%) par rapport à celles de notre étude (qui restent inférieures à 0,7%).

Pour les matrices de yaourts examinées, la forte concentration en protéines laitières ($\approx 8\%$) et sucres ($\approx 11\%$), comparé à la concentration en épaississant (0,7%) a probablement masqué l'effet des facteurs de variation des propriétés rhéologiques et, surtout, de l'épaississant sur les coefficients de partage à l'équilibre des composés d'arôme. Lo *et al.* (1996) ont montré des résultats similaires concernant le coefficient de partage de l'acétaldéhyde, de l'éthanol et du diacétyl dans des laits acidifiés à différentes concentrations en gomme de guar (0,1% et 0,5%) et en matière sèche écrémée (6-12%). Les auteurs ont observé que la quantité de matière sèche modifie les coefficients de partage des composés d'arôme entre la matrice et la phase gazeuse, tandis que la gomme de guar n'a pas d'effet.

En conclusion, dans les yaourts étudiés, l'effet de la concentration en épaississant et du traitement mécanique sur la volatilité à 4°C de composés d'arôme de propriétés thermodynamiques très différentes, tels que les esters et le diacétyl, est peu marqué.

3. CINÉTIQUES DE LIBÉRATION DES COMPOSÉS D'ARÔME DANS LES YAOURTS BRASSES

Lors de sa consommation, le yaourt se réchauffe en bouche, alors qu'il y a dilution par l'ajout de la salive et la mastication. Ces actions rapides modifient le comportement rhéologique des yaourts mais aussi la rétention des composés d'arôme. C'est pourtant pendant ces quelques secondes où le produit subit de nombreuses modifications, que le consommateur évalue l'arôme qu'il perçoit. Les phénomènes de transfert, aussi bien de chaleur que de matière, sont donc à l'origine de la composition du stimulus sensoriel. Les grandeurs d'équilibre (coefficients de partage), mêmes si elles interviennent à l'interface gaz/matrice, sont donc insuffisantes pour décrire les phénomènes de transfert en bouche. Cette troisième partie s'intéresse aux propriétés cinétiques, responsables de la libération des composés d'arôme. La méthode expérimentale choisie pour étudier au laboratoire ces phénomènes de transfert est basée sur l'analyse de l'espace de tête au dessus d'un produit, auquel on fait subir une variation de température (Matériels et Méthodes, § 2.2.2). Adoptant là encore une démarche pas à pas, nous avons tout d'abord déterminé les cinétiques de température en bouche lors de la consommation des yaourts. La thermodépendance des propriétés rhéologiques ainsi que la thermodépendance de la volatilité de l'hexanal dans les différentes matrices ont ensuite été caractérisées. Enfin, l'étude de la libération de l'hexanal a été réalisée. Le premier plan d'analyses sensorielles (S1) a révélé un impact des facteurs de variation des propriétés rhéologiques sur la perception de la note aromatique associée à la présence de l'hexanal, ce qui nous a conduit à sélectionner ce composé pour l'étude cinétique.

3.1. MESURES DE LA TEMPÉRATURE EN BOUCHE ET DE LA QUANTITÉ DE SALIVE PRODUITE LORS DE LA CONSOMMATION DES YAOURTS

Afin d'examiner si les variations de la composition et des propriétés rhéologiques entraînent des différences de température des yaourts en bouche ou de flux salivaire, qui à leur tour sont susceptibles de modifier la libération des composés d'arôme dans la cavité buccale, ces facteurs ont été mesurés dans des conditions réelles lors de la consommation de deux yaourts de viscosités complexes extrêmes (yaourts 11 et 03) (Matériels et Méthodes, § 2.3.). Afin de simplifier la lecture de cette partie, le yaourt élaboré avec épaississant et ayant subi un traitement mécanique faible (11) est appelé yaourt épais, tandis que celui élaboré sans épaississant et ayant

subi un traitement mécanique fort (03), yaourt fluide. La température initiale des yaourts était de 4°C.

a) Mesure de la température

Une illustration des températures moyennes des produits, mesurées pour chaque sujet (entre 5 et 10 secondes et entre 10 et 30 secondes) est présentée sur la figure III-5 pour le yaourt épais. Par exemple, pour le sujet 1, la température du yaourt augmente de 4°C à 20,2°C pendant l'intervalle de temps de 5 à 10 secondes après la mise en bouche et, ensuite, uniquement de 20,2°C à 22,6°C entre les 10 à 30 secondes suivantes. Les échanges de chaleur dans la bouche sont donc très rapides et s'effectuent pour l'essentiel dans les 10 premières secondes pour les yaourts étudiées. Cependant, ces températures varient selon les individus (de 10°C à 20°C), mais elles sont loin d'atteindre les températures mesurées en bouche en l'absence de produit lesquelles se situent autour de 35°C (figure III-5-a).

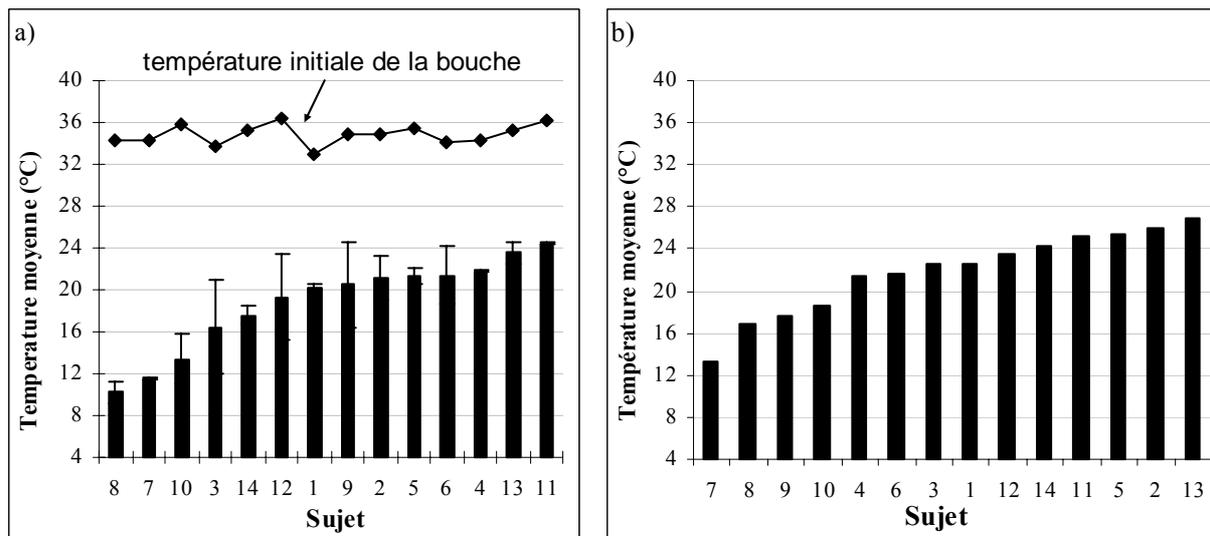


Figure III-5. Température moyenne du yaourt épais (yaourt 11) en bouche pour chaque sujet a) entre 5 à 10 secondes ; b) entre 10 à 30 secondes.

Les barres correspondent aux intervalles de confiance.

Les valeurs moyennes de la température en bouche du panel ainsi que les valeurs extrêmes obtenues pour chaque matrice testée sont reportées au tableau III-7.

Tableau III-7. Température moyenne en bouche pour un panel de 14 sujets lors de la consommation de différents yaourts : fluide (yaourt 03) et épais (yaourt 11).

| | Température minimale du panel (°C) | | Température moyenne du panel (°C) | | Température maximale du panel (°C) | |
|---------------------------|------------------------------------|-------------------------|-----------------------------------|-------------------------|------------------------------------|-------------------------|
| | <i>Entre 5 et 10 s</i> | <i>Entre 10 et 30 s</i> | <i>Entre 5 et 10 s</i> | <i>Entre 10 et 30 s</i> | <i>Entre 5 et 10 s</i> | <i>Entre 10 et 30 s</i> |
| Yaourt fluide (03) | 10,4 | 15,7 | 20,1 | 22,6 | 25,0 | 27,0 |
| Yaourt épais (11) | 10,2 | 13,2 | 18,8 | 21,8 | 24,0 | 27,0 |

Yaourt ij : i = niveau de concentration en épaississant (0 = sans; 1 = 7 g/L) ; j = niveau de traitement mécanique (1 = faible, 3 = fort).

L'ANOVA à deux facteurs (produit, sujet aléatoire) avec interaction ne montre pas de différences significatives entre les températures moyennes des deux différents yaourts de 5 à 10 secondes après leur mise en bouche. Cependant, de fortes différences inter-individuelles sont observées (tableau III-7, figure III-5). Un écart de température de 10°C à 15°C est observé entre les sujets, quelque soit la matrice.

En conclusion, ces expériences ont permis de mettre en évidence l'élévation rapide de la température du produit en bouche.

b) Flux salivaire

La détermination du flux salivaire est une mesure très délicate et le protocole utilisé dans cette étude n'a permis d'accéder qu'à des ordres de grandeur.

Quelque soit le type de yaourt, les résultats indiquent que la production de salive s'effectue essentiellement entre 10 et 30 secondes après leur mise en bouche (tableau III-8)

Tableau III-8. Quantité de salive produite en bouche pour un panel de 14 sujets lors de la consommation de différents yaourts : yaourt fluide (yaourt 03) et yaourt épais (yaourt 11).

| | Quantité moyenne de produit prise par le panel (g) | Quantité relative moyenne de salive du panel (%)* | |
|--------------------|--|---|------------------|
| | | Entre 5 et 10 s | Entre 10 et 30 s |
| Yaourt fluide (03) | 6 | > 0 | 5,0 |
| Yaourt épais (11) | 8 | > 0 | 8,9 |

* = $\frac{\text{Quantité de salive moyenne du panel}}{\text{Quantité de produit prise en bouche}} \times 100$; Yaourt ij : i = niveau de concentration en épaississant (0 = sans ; 1 =

7 g/L) ; j = niveau de traitement mécanique (1 = faible, 3 = fort).

La quantité moyenne de salive pour le panel et par type de yaourt est inférieure à 10% du poids initial de yaourt. Toutefois, le flux salivaire est dépendant de la quantité de produit en bouche. Ainsi, le cercle de corrélations obtenues par une analyse en composantes principales indique une très forte corrélation entre ces deux variables (figure III-6).

La quantité de salive produite lors de la consommation du yaourt épais est en moyenne deux fois plus importante que lors de la consommation du yaourt fluide ; mais, la quantité de produit en bouche est également de 35% supérieure dans le cas du yaourt épais.

En effet, le flux salivaire passerait d'environ 0,5 mL/min en conditions non stimulées à 7,4 mL/min en conditions de stimulation maximale (rinçage de la bouche avec 0,5 M d'acide citrique) (van Ruth et Roozen, 2000). Les changements d'intensité et de durée de stimulation des glandes salivaires induisent des changements importants du flux salivaire. Ainsi, une quantité plus importante de produit en bouche stimulerait davantage ces glandes, induisant une production plus importante de salive. Pour les produits liquides (solutions aqueuses), l'ingestion s'effectue très rapidement après quelques secondes (Taylor et Linforth, 1996). La quantité de salive produite, et donc la dilution de la matrice, est limitée. En revanche, pour les produits solides, la dilution par la salive est un phénomène modifiant la libération des composés d'arôme. Par exemple, Guinard *et al.* (1997b) ont observé que le flux salivaire moyen lors de la consommation d'eau contenant 0,5% d'acide citrique est de 0,07 g/min, tandis que pour des gommés d'arôme de fraise de même concentration en acide citrique, le flux salivaire est cinq fois plus important et atteint 0,36 g/min. Neyraud *et al.* (2003) reportent une augmentation du flux salivaire de 4 et 6 fois (4 mL/min) par rapport au flux initial, lors de la consommation de gommés à faible et forte concentration en NaCl, respectivement. Mais van Ruth et Roozen (2000), utilisant un système de

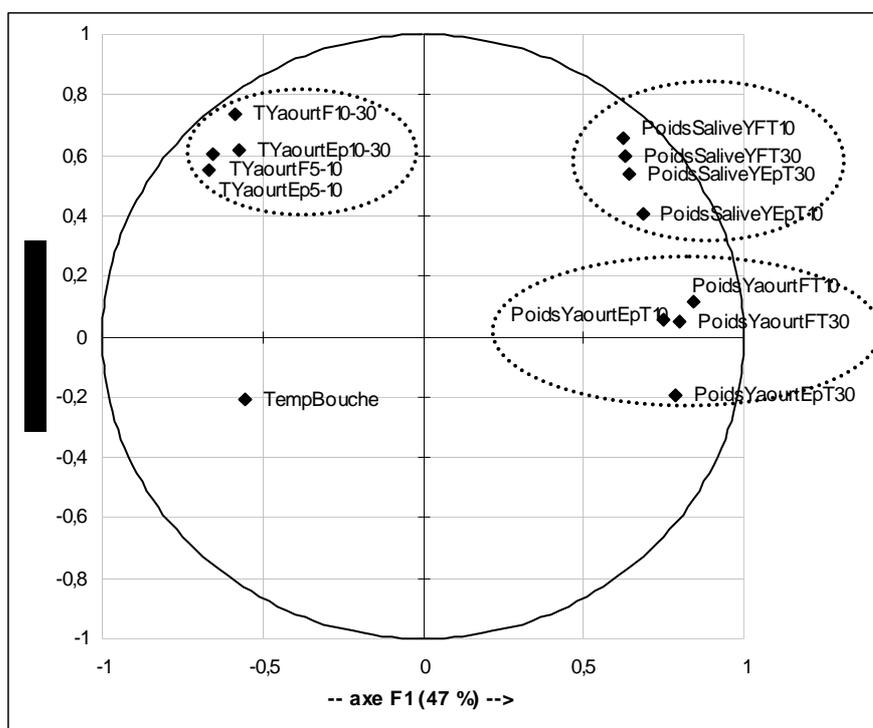


Figure III-6. Cercle de corrélation des variables : température du yaourt épais (Ep = yaourt 11) et fluide (F= yaourt 03) en bouche entre 5 et 10 secondes (TYaourtEp5-10, TYaourtF5-10) et entre 10 et 30 secondes (TYaourtEp10-30, TYaourtF10-30), poids de salive produite entre 5 et 10 secondes et entre 10 (PoidsSaliveYFT10, PoidsSaliveYEpT10) et 30 secondes (PoidsSaliveYFT30, PoidsSaliveYEpT30) et poids de yaourt initiale (PoidsYaourtEpT10, PoidsYaourtEpT10, PoidsYaourtFT30, PoidsYaourtFT30).

bouche artificielle couplé à un CPG-FID, observent qu'une augmentation de la quantité de salive de 1 mL à 2 mL diminue d'environ 20% la libération de l'hexanal d'haricots verts hydratés. Ce résultat est en accord avec les conclusions de Harrison et Hills (1997). Ces auteurs, modélisant la libération des composés d'arôme par la théorie de pénétration, prédissent une diminution de la libération du diacétyle, 15 secondes après la mise en bouche de solutions aqueuses quand le débit salivaire passe de 1 mL/min à 2 mL/min. Dans le cas d'un produit semi-liquide tel que le yaourt, le flux salivaire devrait jouer un rôle dans la libération des composés d'arôme, mais, à notre connaissance, aucune donnée n'est disponible dans la littérature.

Dans notre étude, une prise de quantité imposée de produits par les sujets aurait permis de mieux conclure sur l'influence des propriétés rhéologiques des yaourts sur le flux salivaire.

c) Relation entre l'élévation de la température des yaourts en bouche, le flux salivaire et la quantité de produit ingéré

Un flux salivaire plus important devrait entraîner une augmentation plus rapide de la température des yaourts en bouche. Mais, le cercle des corrélations obtenues par l'analyse en composantes principales (figure III-6), montre que le poids salivaire n'est pas corrélé avec la température. En effet, les variables PoidsSaliveY et TYaourt sont orthogonales et donc indépendantes. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que, pour une quantité de salive équivalente, l'élévation de la température du produit en bouche dépend d'autres facteurs. Ainsi, la figure III-6 montre une corrélation négative entre les variables TYaourt et PoidsYaourt, confirmant que l'élévation de la température en bouche est d'autant plus faible que la quantité de produit ingéré est importante. Cependant, cette anti-corrélation n'est pas parfaite, indiquant que d'autres facteurs non mesurés tels que la géométrie de la bouche et les conditions de mélange sont probablement impliqués.

Pour conclure, la variation des propriétés rhéologiques et de la composition d'un yaourt n'entraîne pas de différences significatives de l'élévation de température en bouche. En revanche, le flux salivaire lors de la consommation des yaourts semble dépendre de la quantité prise. Le flux salivaire ne modifie pas la température du yaourt en bouche. Mais, de manière logique, cette élévation de la température est d'autant plus rapide que la quantité de produit ingéré est faible.

3.2. THERMODEPENDANCE DE LA RHEOLOGIE DES YAOURTS

Des mesures de la viscosité complexe à faible déformation ont été réalisées à trois températures différentes (10°C, 30°C et 50°C), afin de quantifier la thermodépendance de la rhéologie des différents yaourts. Un intervalle large de température a été choisi (10°C - 50°C) dans le but de bien mettre en évidence cet effet.

Les viscosités complexes moyennes en fonction de la température sont présentées à la figure III-7 pour quatre yaourts de propriétés rhéologiques différentes. Le yaourt sans épaississant et avec traitement mécanique faible (01) et celui avec épaississant et avec traitement mécanique fort (13) présentent des viscosités complexes η^*_0 identiques à 30°C, alors qu'elles sont différentes à 10°C et 50°C. A une température de 50°C, les yaourts avec épaississant/avec traitement mécanique faible et sans épaississant/avec traitement mécanique fort présentent, quant à eux, de grandes différences de viscosité complexe. L'ajout de l'épaississant, associé à un traitement mécanique faible (yaourt 11), semble être la condition la plus favorable pour limiter la perte de viscosité complexe lorsque le yaourt s'échauffe. En conséquence, le classement des produits selon la viscosité complexe des yaourts mesurée à 50°C diffère du classement des produits dont la mesure est effectuée à 10°C.

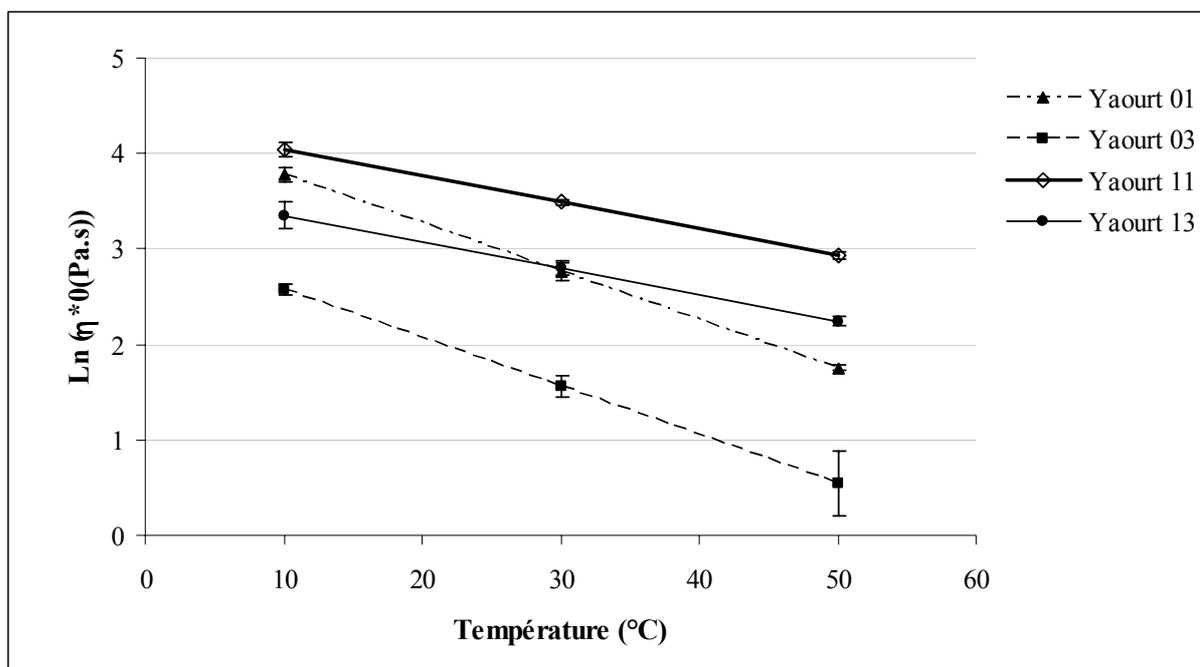


Figure III-7. Viscosité complexe moyenne (η^*_0) des yaourts en fonction de la température et intervalles de confiance. Yaourt ij : i = niveau de la concentration en épaississant (0 = sans, 1 = 7 g/L ; j = niveau de traitement mécanique (1 = faible, 3 = fort).

Néanmoins, la thermodépendance de la rhéologie des yaourts est déterminée, pour l'essentiel, par la concentration en épaississant. Afin de vérifier cette hypothèse, une analyse statistique d'égalité des pentes $\ln(\eta^*_0) = f(\text{Température } (^\circ\text{C}))$ a été réalisée. Les couples de modèles comparés deux à deux, selon un test de Fisher, sont :

- "G" (toutes les pentes sont différentes) comparé à "P" (toutes les pentes sont identiques).
- " G_{Ep0} " (les pentes des yaourts sans épaississant sont significativement différentes) comparé à " P_{Ep0} " (les pentes des yaourts sans épaississant sont identiques).
- " G_{Ep1} " (les pentes des yaourts avec épaississant sont significativement différentes) comparé à " P_{Ep1} " (les pentes des yaourts avec épaississant sont identiques).

Les résultats du test d'égalité des pentes sont présentés dans les tableaux III-9 et III-10. Pour la comparaison des modèles "G" et "P", le F calculé de Fisher est supérieur au F théorique : les deux modèles sont donc significativement différents et l'hypothèse d'égalité de toutes les pentes n'est pas acceptée. En revanche, le test d'égalité des pentes indique que les pentes des yaourts sans épaississant (yaourt 01 et 03) sont identiques ($F_{\text{calculé}} < F_{\text{théorique}}$). Il en est de même pour les yaourts avec épaississant (yaourt 11 et 13), dont les pentes sont identiques.

Ainsi la thermodépendance des propriétés rhéologiques est environ deux fois plus forte pour les yaourts sans épaississant comparativement aux yaourts avec épaississant, puisque les pentes valent $-0,0508 (^\circ\text{C}^{-1})$ et $-0,0277 (^\circ\text{C}^{-1})$ respectivement.

En conclusion, la modification des propriétés rhéologiques avec l'échauffement de la matrice de 10°C à 50°C est déterminée par la présence ou non de l'épaississant. Les yaourts épaissis résistent mieux à la chaleur que les yaourts non épaissis.

Enfin, il est important de noter que les produits à 50°C gardent bien des propriétés rhéologiques différentes entre eux.

3.3. THERMODEPENDANCE DE LA VOLATILITE DES COMPOSES D'AROME

La température est un facteur qui influence fortement la volatilité des composés d'arôme. En effet, la loi exponentielle qui régit l'élévation de la pression de vapeur saturante avec une

Tableau III-9. Coefficients des pentes de la fonction $\text{Ln}(\eta^*_0) = f(\text{Température } (^\circ\text{C}))$ correspondantes aux différents modèles testés par le test d'égalité des pentes.

| Coefficients des pentes (c) ($^\circ\text{C}^{-1}$) | | Modèle "G" | Valeur min. de "c" | Valeur max. de "c" | Modèle "P" | Valeur min. de "c" | Valeur max. de "c" |
|---|-----------|----------------|--------------------|--------------------|----------------|--------------------|--------------------|
| "P" / "G" | Yaourt 01 | -0,0458 | -0,0513 | -0,0403 | -0,0398 | -0,0450 | -0,0346 |
| | Yaourt 03 | -0,0557 | -0,0612 | -0,0502 | -0,0398 | -0,0450 | -0,0346 |
| | Yaourt 11 | -0,0292 | -0,0347 | -0,0237 | -0,0398 | -0,0450 | -0,0346 |
| | Yaourt 13 | -0,0258 | -0,0319 | -0,0198 | -0,0398 | -0,0450 | -0,0346 |
| "G _{Ep0} " / "P _{Ep0} " | Yaourt 01 | -0,0458 | -0,0532 | -0,0384 | -0,0508 | -0,0565 | -0,0450 |
| | Yaourt 03 | -0,0557 | -0,0631 | -0,0483 | -0,0508 | -0,0565 | -0,0450 |
| "G _{Ep1} " / "P _{Ep1} " | Yaourt 11 | -0,0292 | -0,0322 | -0,0262 | -0,0277 | -0,0300 | -0,0254 |
| | Yaourt 13 | -0,0258 | -0,0292 | -0,0225 | -0,0277 | -0,0300 | -0,0254 |

Yaourt ij : i = niveau de la concentration en épaississant (0 = sans, 1 = 7 g/L) ; j = niveau de traitement mécanique (1 = faible, 3 = fort).

"G" = toutes les pentes sont différentes ; "P" = toutes les pentes sont identiques. "G_{Ep0}" = les pentes des yaourts sans épaississant sont significativement différentes ; "P_{Ep0}" = les pentes des yaourts sans épaississant sont identiques. "G_{Ep1}" = les pentes des yaourts avec épaississant sont significativement différentes ; "P_{Ep1}" = les pentes des yaourts avec épaississant sont identiques.

Tableau III-10. Résultats du test d'égalité des pentes de la fonction $\text{Ln}(\eta^*_0) = f(\text{Température } (^\circ\text{C}))$ correspondants aux différents modèles testés.

| Modèles | Somme des carrés des erreurs | Degré de liberté | Coefficient de détermination R ² | F calculé | F théorique |
|----------------------------|------------------------------|------------------|---|-----------|-------------|
| Modèle "G" | 0,4609 | 27 | 0,9863 | 26,2458 | 2,9604 |
| Modèle "P" | 1,805 | 30 | 0,9462 | | |
| Modèle "G _{Ep0} " | 0,4004 | 14 | 0,9794 | 4,1157 | 4,6001 |
| Modèle "P _{Ep0} " | 0,5181 | 15 | 0,9733 | | |
| Modèle "G _{Ep1} " | 0,0605 | 13 | 0,9897 | 2,6432 | 4,6672 |
| Modèle "P _{Ep1} " | 0,0728 | 14 | 0,9876 | | |

Yaourt ij : i = niveau de la concentration en épaississant (0 = sans, 1 = 7 g/L) ; j = niveau de traitement mécanique (1 = faible, 3 = fort).

"G" = toutes les pentes sont différentes ; "P" = toutes les pentes sont identiques. "G_{Ep0}" = les pentes des yaourts sans épaississant sont significativement différentes ; "P_{Ep0}" = les pentes des yaourts sans épaississant sont identiques. "G_{Ep1}" = les pentes des yaourts avec épaississant sont significativement différentes ; "P_{Ep1}" = les pentes des yaourts avec épaississant sont identiques.

augmentation de la température, explique cette forte influence. L'échauffement dans la bouche du yaourt s'effectue à des vitesses similaires, qu'il soit fluide ou épais (§ 3.1). Toutefois, même si peu de différences ont été observées entre les matrices sur la volatilité des composés étudiés à 4°C, elle pourrait être affectée différemment à d'autres températures. Par ailleurs, la connaissance de cette grandeur en fonction de la température est indispensable à l'analyse des transferts de matière. Ainsi, le coefficient de partage gaz/liquide de l'hexanal a été déterminé :

- pour les yaourts avec et sans épaississant et avec un traitement mécanique faible ou fort, à deux températures 4°C et $45,5 \pm 0,1$ °C ;
- pour le yaourt sans épaississant/avec traitement mécanique fort, à une température supplémentaire de 30°C ;
- pour l'eau, à titre de référence, à cinq températures, 4°C, 10°C, 20°C, 30°C et 45°C.

Cette plage de température correspond à l'intervalle choisi pour l'étude des phénomènes de transfert de matière et de chaleur.

Sur la durée des essais, la quantité d'hexanal libérée dans la phase gazeuse en équilibre à 4°C avec les solutions aqueuses ou les yaourts étant très faible, la concentration dans la phase liquide est pratiquement égale à la concentration initiale. Mais, avec l'augmentation de la température, la volatilité du composé d'arôme augmente et l'appauvrissement de la phase liquide n'est plus négligeable. Ainsi, pour des températures supérieures à 10°C, la concentration dans la phase liquide de l'hexanal est déduite à partir du bilan de matière sur la concentration en composé d'arôme de la phase gazeuse.

L'évolution du coefficient de partage gaz/matrice (solution aqueuse ou yaourt) en fonction de la température est présentée sur la figure III-8. Dans le cas de la solution aqueuse, la volatilité augmente exponentiellement avec la température. Bien que nous ne disposions pas de valeurs expérimentales pour tous les yaourts à toutes les températures, la même allure de courbe est observée pour les yaourts et pour l'eau. L'augmentation de la volatilité de l'hexanal avec la température est sensiblement plus rapide pour la solution aqueuse que pour les yaourts. Ainsi, quand la température accroît d'environ 40 °C, la volatilité de l'hexanal est multipliée d'un facteur 20 dans l'eau et d'un facteur 11 dans les yaourts. Aucune différence notable n'est observée entre les $k_{\text{gaz/matrice}}$ des différents yaourts, quelle que soit la température dans la gamme étudiée.

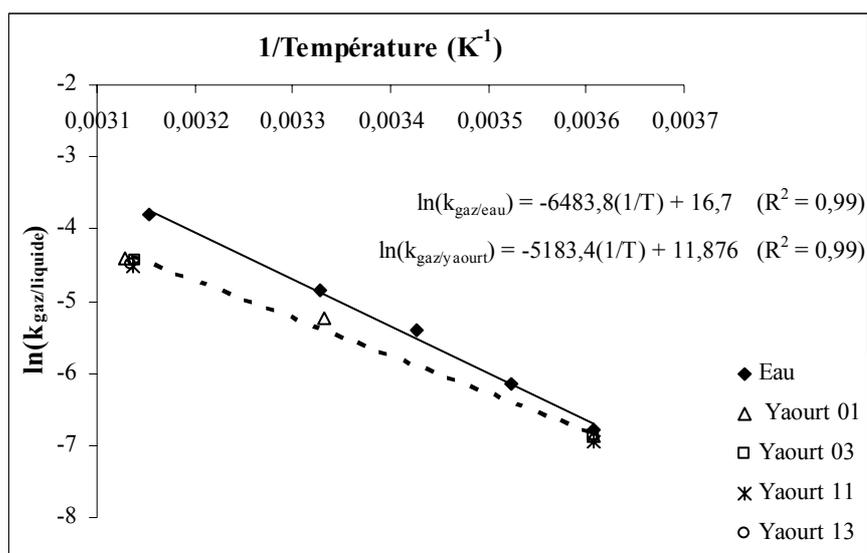


Figure III-8. Volatilité de l'hexanal à partir d'une solution aqueuse et des yaourts en fonction de la température. Yaourt ij : i = niveau de la concentration en épaississant (0 = sans, 1 = 7 g/L) ; j = niveau de traitement mécanique (1 = faible, 3 = fort).

La thermodépendance exponentielle de la volatilité des composés d'arôme est en accord avec la loi de Clausius-Clapeyron. La relation linéaire entre $\ln(k_{\text{gaz/matrice}}) = f(1/T)$ (représentation de Van't Hoff) montre que l'enthalpie de vaporisation du composé est constante dans cette gamme de température. L'impact de la température sur la volatilité des composés d'arôme en solutions aqueuses a fait l'objet de nombreux travaux. Ainsi, Dubois-Barbier (1994) observe une augmentation de 6 fois du coefficient de partage gaz/eau de l'acétate d'isoamyle pour une élévation de température de 25 °C (de 10°C à 35°C). Philippe (2003) a montré une évolution d'un facteur de 2 à 3 de la volatilité d'esters et d'aldéhydes pour une augmentation de la température 12 °C (de 25°C à 37°C). Roberts et Acree (1995) reportent des augmentations du même ordre pour d'autres composés d'arôme lors de l'échauffement de solutions sucrées acides de 23°C à 37°C. Mais aucune étude n'est disponible sur les matrices laitières. Nos travaux tendent à montrer que l'influence de la température sur ces matrices complexe obéit à une loi du même type.

Les variations de la volatilité sont cependant moins marquées dans les yaourts au regard de l'eau. De plus, les différences de composition et de propriétés rhéologiques ne sont pas associées à des différences de leurs coefficients de partage en fonction de la température.

3.4. UN DISPOSITIF EXPERIMENTAL ORIGINAL POUR OBSERVER LES TRANSFERT DANS DES SYSTEMES CLOS : APPLICATION A LA LIBERATION DE L'HEXANAL DANS L'EAU ET DANS DES YAOURTS

Un dispositif simple a été réalisé afin de suivre la libération de l'hexanal (arôme cible) dans de différentes matrices. Le principe de la mesure consiste à suivre l'évolution de la concentration de l'espace de tête au dessus du produit lorsque l'on chauffe ce dernier, en imposant un échelon de température. L'analyse des transferts de matière est donc ici associée aux transferts de chaleur.

3.4.1. Transferts de chaleur

Le suivi des cinétiques de transfert de chaleur au sein du produit a été réalisé pour différents échelons de température : [4°C – 10°C], [4°C – 20°C], [4°C – 30°C] et [4°C – 45°C] pour l'eau et [4°C – 45°C] pour les yaourts de propriétés rhéologiques extrêmes (yaourt 03 et 11) (figure III-9).

Bien que le système ne soit pas agité, les transferts de chaleur dans l'eau et dans le yaourt sont rapides. Les matrices testées atteignent 95% de la température finale en moins de 10 minutes. Pour l'eau, le temps maximal de 10 minutes correspond à l'échelon de température [4 – 10°C], tandis que pour les autres échelons, la température atteint 95% de la température finale en 6 minutes. Les transferts de chaleur dans les yaourts sont moins rapides que dans l'eau. Ainsi, pour l'échelon [4°C – 45°C], le temps pour atteindre 95% de la température finale est de 6 minutes pour la solution aqueuse, alors que 9 minutes sont requises pour les yaourts 03 et 11. En fonction des matrices, les régimes thermiques sont différents.

Dans un premier temps, nous considérerons que l'échauffement de 2 g de matrice (yaourt ou eau) dans un flacon de 20 mL se fait par conduction (en régime transitoire) au travers d'une surface plane correspondant au fond du flacon. Selon ces hypothèses, les nombres adimensionnels caractéristiques pour l'analyse des transferts de chaleur sont :

- le nombre de Biot, défini comme le rapport du coefficient de transfert par convection et du coefficient de transfert par conduction.

Ainsi,
$$Bi = \frac{h}{\lambda/R} \quad \text{[III-3]}$$

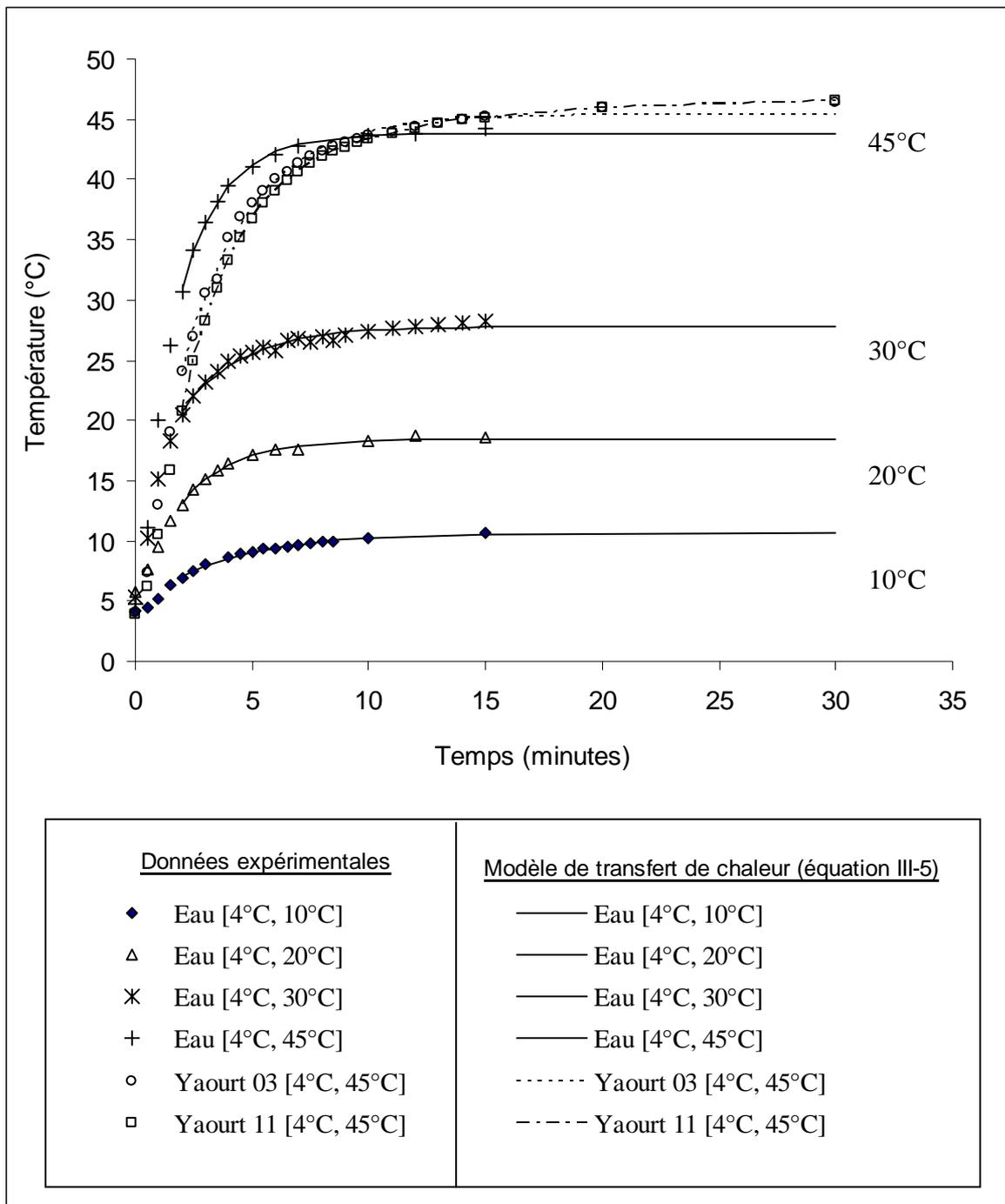


Figure III-9. Cinétique de transfert de chaleur dans l'eau et dans les yaourts, lors de l'application de différents gradients de température [Tinitiale, Tfinale].

Yaourt ij : i = niveau de la concentration en épaississant (0 = sans, 1 = 7 g/L) ; j = niveau de traitement mécanique (1 = faible, 3 = fort).

où h est le coefficient de transfert de chaleur par convection au niveau de l'interface gaz/produit ($\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$), λ la conductivité thermique du produit ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) et R (m) l'épaisseur de la couche de transfert qui correspond à la hauteur de produit dans le flacon.

- le nombre de Fourier Fo est le temps adimensionnel définie par :

$$Fo = \frac{\alpha \cdot t}{R^2} \quad \text{[III-4]}$$

où t est le temps (en secondes) et α la diffusivité thermique dans le produit (en $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$).

Dans notre cas, $R = 5,5 \cdot 10^{-3}$ m et $\alpha_{\text{eau}} = 1,35 \cdot 10^{-7}$ $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ (Bimbenet *et al.*, 2002).

Lorsque le nombre de Biot (Bi) est supérieur à 1 et le nombre de Fourier est supérieur à 0,5, la cinétique de l'évolution de la température dans le produit peut-être décrite par la relation simplifiée issue du premier terme de la série de Fourier (Incropera et De Witt, 1990 ; Bejan, 1993b) :

$$\theta^*(x, t) = X(x, Bi) \cdot \exp(-Z^2 \cdot Fo) = X(x, Bi) \cdot \exp(-a_{therm} \cdot t) \quad \text{[III-5]}$$

où θ^* est la température réduite définie par l'équation III- 6 :

$$\theta^*(x, t) = \frac{T(x, t) - T_{\infty}}{T_i - T_{\infty}} \quad \text{[III-6]}$$

et T_i, T et T_{∞} sont respectivement les températures (en °C) initiale à $t = 0$, à l'instant t , et à l'équilibre quand t tend vers l'infini.

Dans l'équation III-5, X est une fonction qui dépend du nombre de Biot et de la position x , dans le produit, à laquelle la température est calculée ; a_{therm} est une constante thermique de temps (s^{-1}) ; Z est une constante qui dépend du nombre de Biot et qui est définie comme la première racine de l'équation :

$$\cot Z = \frac{Z}{Bi} \quad \text{[III-7]}$$

D'après les équations III-5 et III-4, $a_{therm} = Z^2 \frac{\alpha}{R^2}$, ce terme dépend alors du nombre de

Biot et de la diffusivité thermique du produit. L'hypothèse que $Fo > 0,5$ implique donc que t soit

supérieure à 110 s, puisque $\alpha/R^2 = 0,0446$, dans notre cas. Une procédure de régression non-linéaire (exponentielle) a été appliquée afin d'estimer dans l'équation III-5 les trois paramètres T_∞ , X , a_{therm} ainsi que leur écart-type, à partir des valeurs expérimentales mesurées dans l'eau ou le yaourt, à des temps supérieurs à 110 s. La valeur de T_i est fixée à la température initiale mesurée, $T_i = 4 \pm 0,1^\circ\text{C}$. Les constantes thermiques de temps calculées dans les différentes matrices et pour les différents gradients de température sont reportées en figure III-10.

Ces constantes sont toujours supérieures à $0,0045 \text{ s}^{-1}$, correspondant à des nombres de Biot (Bi) supérieurs à 2,0. Ainsi, l'hypothèse de $\text{Bi} > 1$ est vérifiée.

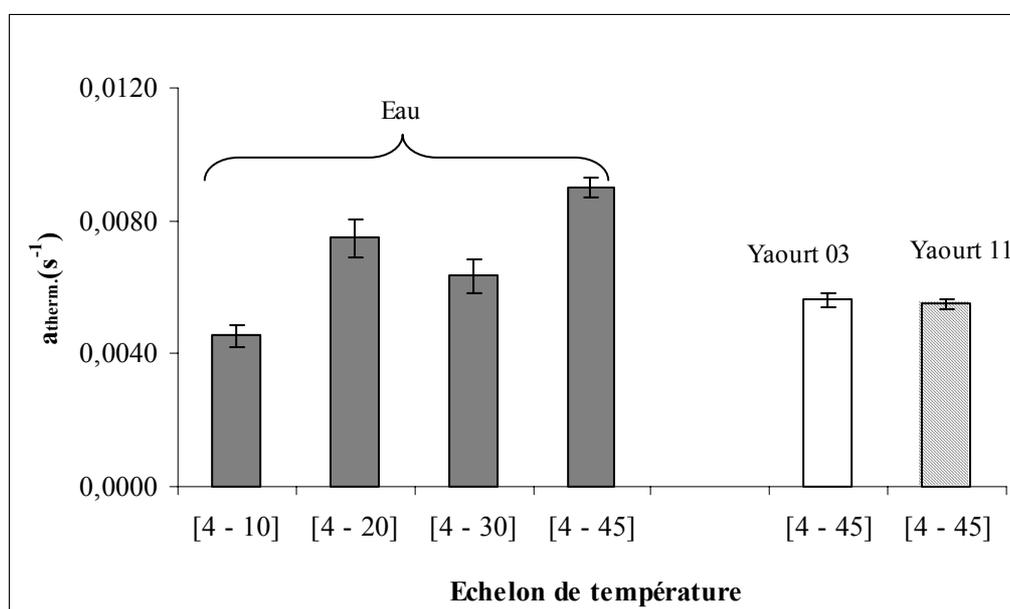


Figure III-10. Les constantes thermiques de temps lors de l'application de différents échelons de température [$T_{initiale}$, T_{finale}] ($^\circ\text{C}$) pour l'eau et de 4°C à 45°C pour les yaourts de propriétés rhéologiques différentes.

Yaourt ij : i = niveau de la concentration en épaississant (0 = sans, 1 = 7 g/L ; j = niveau de traitement mécanique (1 = faible, 3 = fort). Les barres indiquent les intervalles de confiance.

Dans l'eau, la constante thermique ($a_{therm.}$) de temps augmente de manière significative puisqu'elle est multipliée par 2 lorsque la température finale passe de 10°C à 44°C (figure III-10).

Or, si on s'en tient aux modèles théoriques de transfert ($a_{therm} = \frac{Z^2 \cdot \alpha}{R^2}$) ce coefficient ne devrait varier que de quelques pourcents ($\leq 5\%$) lorsque la température finale passe de 10°C à 40°C (cf. annexe 8).

Ainsi, les transferts thermiques lors de l'échauffement de l'eau ne sont probablement pas des transferts par conduction pure, mais une contribution due à la convection naturelle doit être prise en compte. Pour vérifier cette hypothèse, nous pouvons calculer un nombre de Rayleigh (Saatdjian, 1998) avec :

$$Ra = \frac{g \cdot \beta \cdot R^3 \cdot \Delta T}{\alpha \cdot \nu} \quad \text{[III-8]}$$

où g est la constante d'accélération (en $m \cdot s^{-2}$), β le coefficient de dilatation thermique (en K^{-1}) et ν la viscosité cinématique (en $m^2 \cdot s^{-1}$).

D'après Bejan (1993a) $\frac{g \cdot \beta \cdot R^3 \cdot \Delta T}{\alpha \cdot \nu} = \frac{Ra}{R^3 \cdot \Delta T}$ est égale à $4,91 \cdot 10^9$ ($K^{-1} \cdot m^{-3}$) à 10°C. Le Ra critique pour voir apparaître de la convection libre est 1750 (Saatdjian, 1998). Pour notre système ($R = 0,0055 m^{-3}$), la convection libre peut apparaître à partir d'un écart de 2°C. Ainsi, les échelons de température appliqués sont donc suffisamment importants pour faire apparaître de la convection libre au sein de l'eau. Ce résultat indique que pour l'eau, les deux phénomènes (diffusion et convection) se superposent. Par conséquent, la valeur estimée de a_{therm} est une valeur apparente pour l'ensemble de nos essais sur l'eau.

En revanche, la viscosité très grande du yaourt (1000 fois plus grande celle de l'eau), garantit un transfert thermique uniquement par conduction dans le yaourt. De plus, les a_{therm} des yaourts de propriétés rhéologiques différentes ne sont pas significativement différents (figure III-9 et figure III-10).

Les observations sur les yaourts confirment les mesures de transferts de chaleur réalisées en bouche (§ 3.1). En conclusion, dans la gamme testée, les propriétés rhéologiques différentes des yaourts n'induisent pas de différences dans les cinétiques de transfert de chaleur.

3.4.2. Transferts de matière

Parallèlement au suivi du transfert thermique dans le produit, des mesures de l'évolution de la concentration en hexanal dans la phase gazeuse au dessus de la matrice, passant d'un état d'équilibre à une température $T_{initiale}$ à un autre état d'équilibre, à une autre température T_{finale} , ont été réalisées. Ces mesures fournissent des informations quantitatives sur la cinétique de libération de l'hexanal de la matrice vers la phase gazeuse.

La figure III-11 présente pour exemple les cinétiques de transfert de chaleur et de matière obtenus pour le yaourt 03 (sans épaississant et traitement mécanique fort). Comme attendu, le transfert de matière est sensiblement plus lent que le transfert de chaleur. La concentration en hexanal de l'espace de tête atteint 65% de la concentration d'équilibre après 17 minutes, alors que seulement 3 minutes sont nécessaires pour atteindre 65% de la valeur de la température finale. Cette observation montre que le transfert de chaleur est une étape non limitante du système étudié. Transferts de chaleur et transferts de matière peuvent donc être analysés de façon découplée.

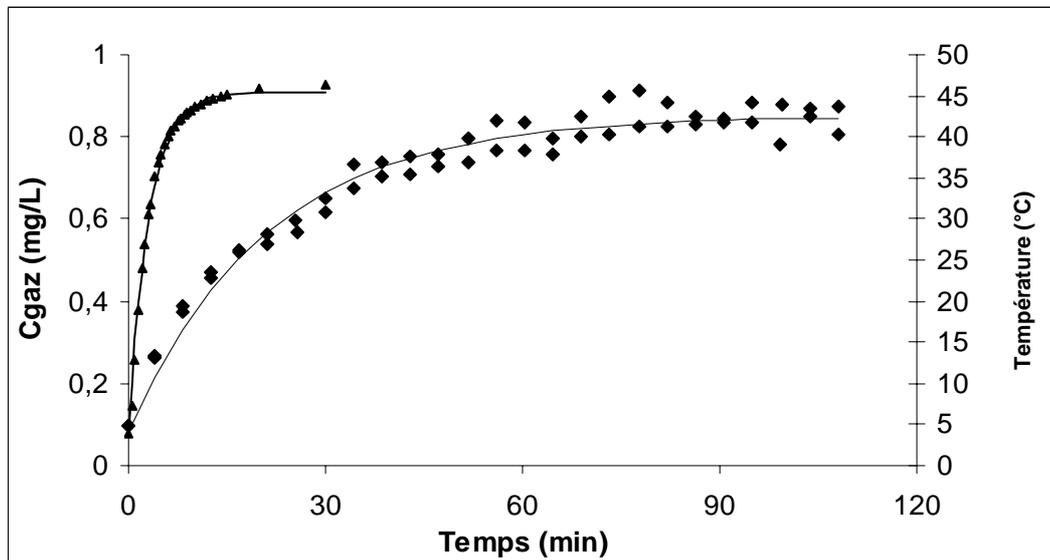


Figure III-11. Cinétique de la température (▲) et de la concentration de l'espace de tête en hexanal (◆) du yaourt sans épaississant et avec traitement mécanique fort (yaourt 03) lors de l'échauffement de 4 à 45°C.

Marques = points expérimentaux. Lignes continue = valeurs prédites par les modèles de transfert : 1) température (cf. équation III-5) 2) concentration en hexanal. Sur la base des analogies de transfert (Bird *et al.*, 1960), l'équation de transfert de matière s'écrit :

$$\frac{C(t) - C_{\infty}}{C_i - C_{\infty}} = \exp(-a_{\text{matière}} \cdot t) \quad [\text{III-9}]$$

en prenant $X=1$ (concentration moyenne dans la phase gazeuse).

Notre approche a donc consisté à prendre en compte les différents mécanismes du transfert de matière pour identifier les étapes limitantes et déterminer la diffusion de l'arôme dans la matrice.

Nous avons repris et adapté le modèle diffusif proposé par Marin *et al.* (1999a). Le principe du modèle est schématisé en figure III-12 où est représenté le profil de concentration en composé d'arôme dans chacune des phases. Dans ce système, le transfert du composé d'arôme de la matrice vers la phase gazeuse est décrit en trois étapes successives :

1. Diffusion dans la phase liquide jusqu'à l'interface
2. Transfert à l'interface liquide/gaz.
3. Transfert convectif dans la phase gazeuse.

Chacune de ces étapes est décrite par les équations suivantes.

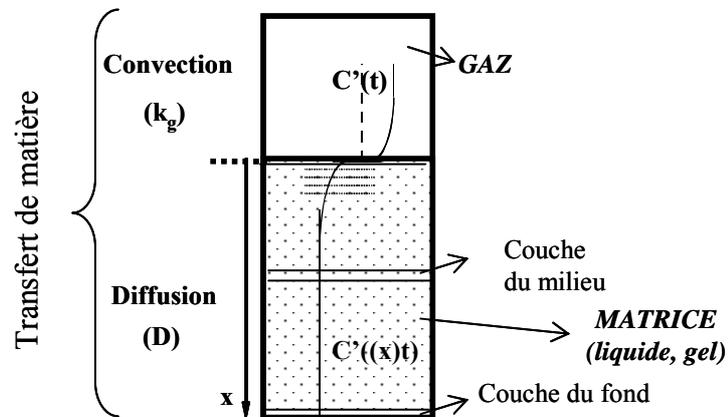


Figure III-12. Représentation du transfert de matière monodirectionnel dans le dispositif expérimental (selon Marin *et al.* (1999a)).

1. La diffusion monodirectionnelle du composé d'arôme dans la matrice est décrite par :

$$\frac{\partial C'_{i,l}(x,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C'_{i,l}(x,t)}{\partial x^2} \quad [\text{III-10}]$$

avec $C'_{i,l}$, la concentration du composé d'arôme dans la phase liquide (g.L^{-1});

D , le coefficient de diffusion du composé d'arôme dans la phase liquide ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$);

2. Le transfert du composé d'arôme à l'interface en fonction du temps est représenté par :

$$\mathbf{J(t) = k_g (k_{i,gaz/liquide} C_{i,l}(t) - C_{i,g}(t))} \quad \text{[III-11]}$$

avec $J(t)$, le flux de composé d'arôme ($\text{g.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$);

k_g , le coefficient de transfert par convection dans la phase gazeuse (m.s^{-1});

$k_{i,gaz/liquide}$, le coefficient de partage gaz/liquide.

3. La variation de la concentration du composé d'arôme dans la phase gazeuse en fonction du temps, pour un système clos, est décrite par la relation de bilan :

$$V \frac{dC_{i,g}(t)}{dt} = J(t) \times A \quad \text{[III-12]}$$

avec V , le volume de la phase gazeuse (m^3);

A , la surface de l'interface liquide/gaz (m^2);

Aux conditions initiales ($t = 0$), le système est à l'équilibre à la température initiale et les concentrations dans la phase gazeuse et dans la matrice sont supposées homogènes et constantes, avec :

$$C_{i,g}(0) = k_{i,gaz/liquide} \times C_{i,l}(0)$$

Une résolution numérique des équations a été obtenue à l'aide du logiciel Matlab/Simulink (5.3, The MathWorks).

Dans nos conditions expérimentales, les valeurs numériques des paramètres géométriques sont les suivantes : la hauteur de l'échantillon est de $0,64.10^{-3}$ m, la surface d'échange eau/matrice $3,14.10^{-4}$ m^2 (A) et le volume de gaz est de 20.10^{-6} m^3 (V). La résolution numérique du système d'équations différentielles a été couplée à un algorithme d'optimisation afin d'estimer simultanément les paramètres : D , coefficient de diffusion dans la matrice et k_g , coefficient de transfert par convection dans le gaz. Malheureusement, cette estimation n'a pas été très aisée à réaliser à partir des mesures de la libération de l'hexanal des solutions aqueuses ou des yaourts.

En effet, sur l'ensemble des valeurs expérimentales, les écarts-types sont du même ordre de grandeur, voire supérieurs à la valeur estimée des coefficients. De plus, ces deux paramètres sont fortement corrélés, les coefficients de corrélation étaient supérieurs à 0,90.

Nous appuyant sur les travaux antérieurs (Marin *et al.*, 1999b), nous avons donc fixé le coefficient de transfert par convection dans l'air, caractéristique d'un air quasi immobile, à une valeur de l'ordre de 10^{-4} à 10^{-3} ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$), pour ensuite en déduire les ordres de grandeur des coefficients de diffusion propre à la matrice eau. A une température de 30°C , les estimations demeurent peu précises : $1,26\cdot 10^{-9} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ($\pm 2,25\cdot 10^{-9}$) pour D , et $0,57\cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ($\pm 0,64\cdot 10^{-3}$) pour k_g . La dispersion des valeurs expérimentales des concentrations augmente fortement les écarts-types des paramètres estimés (figure III-13).

En revanche, pour une température finale de 45°C , les valeurs estimées sont plus précises : $D = 3,55\cdot 10^{-9} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ($\pm 7,16\cdot 10^{-10}$) et le $k_g = 8,53\cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ($\pm 4,19\cdot 10^{-4}$), avec un coefficient de détermination de 0,99. Une très bonne adéquation entre la cinétique de libération expérimentale et celle estimée par le modèle est alors observée (figure III-14).

Il en ressort que le coefficient de diffusion estimé par le modèle est deux fois supérieur au coefficient de diffusion calculée selon Wilke et Chang (Reid *et al.*, 1987). Ce résultat tend à confirmer, en accord avec les observations sur le transfert de chaleur, que la convection naturelle peut prendre part dans nos matrices à une amélioration des transferts de matière.

S'appuyant sur l'approche expérimentale conduite sur l'eau et supposant que le changement de matrice ne modifie pas le coefficient de transfert dans la phase gazeuse, l'exploitation des données obtenues pour les yaourts a été effectuée en prenant le coefficient de transfert dans la phase gazeuse (k_g) déterminé pour l'eau à 44°C , c'est-à-dire $8,5\cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Les cinétiques expérimentales et estimées par le modèle du transfert de l'hexanal dans la phase gazeuse sont présentées aux figures III-15 et III-16 pour les yaourts de propriétés rhéologiques extrêmes : le yaourt 03, sans épaississant/avec traitement mécanique fort et le yaourt 11, avec épaississant/avec traitement mécanique faible.

Les coefficients de détermination pour l'ajustement des modèles (R^2) varient de 0,90 pour le yaourt 01 (sans épaississant/avec traitement mécanique faible) à 0,97 pour le yaourt 03 (sans

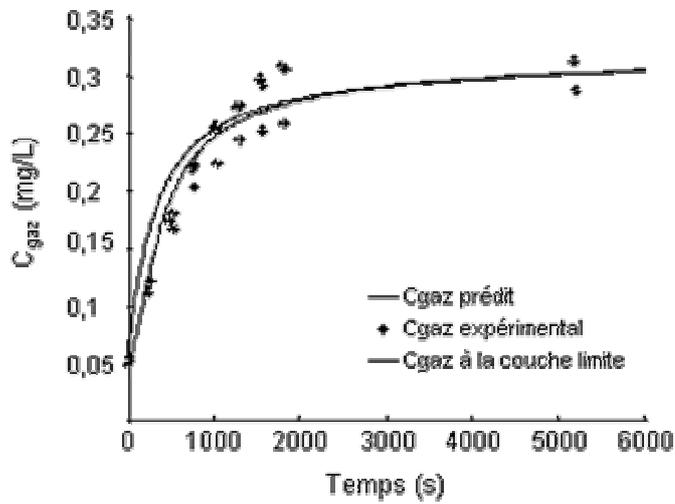


Figure III-13. Evolution de la concentration de l'hexanal en phase gazeuse déterminée expérimentalement et prédit par le modèle, ainsi que de la concentration dans la couche limite pour la solution aqueuse chauffée de 4°C à 30°C.

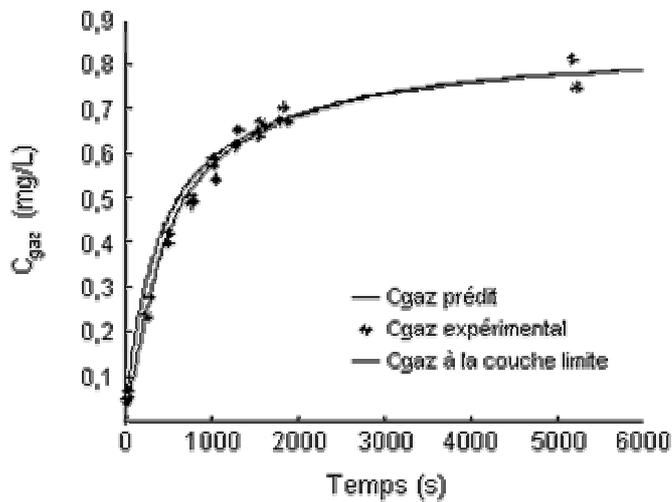


Figure III-14. Evolution de la concentration en hexanal de la phase gazeuse déterminée expérimentalement et prédit par le modèle, ainsi que de la concentration dans la couche limite pour la solution aqueuse chauffée de 4°C à 45°C.

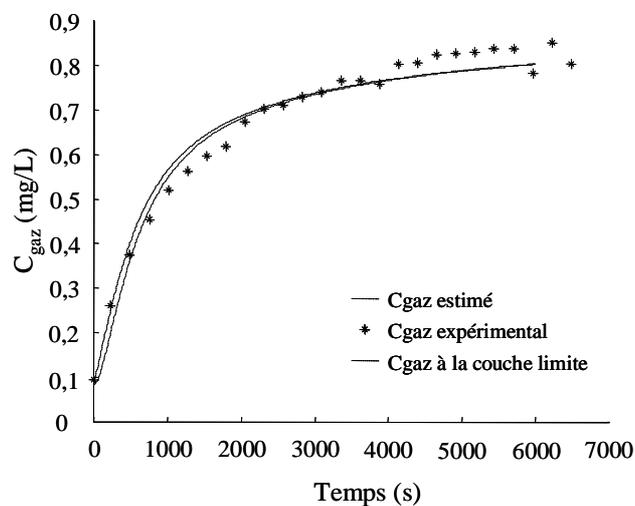


Figure III-15. Evolution de la concentration en hexanal de la phase gazeuse déterminé expérimentalement et prédite par le modèle mathématique, ainsi que de la concentration dans la couche limite pour le yaourt sans épaississant/avec traitement mécanique fort (03) chauffé de 4°C à 45°C.

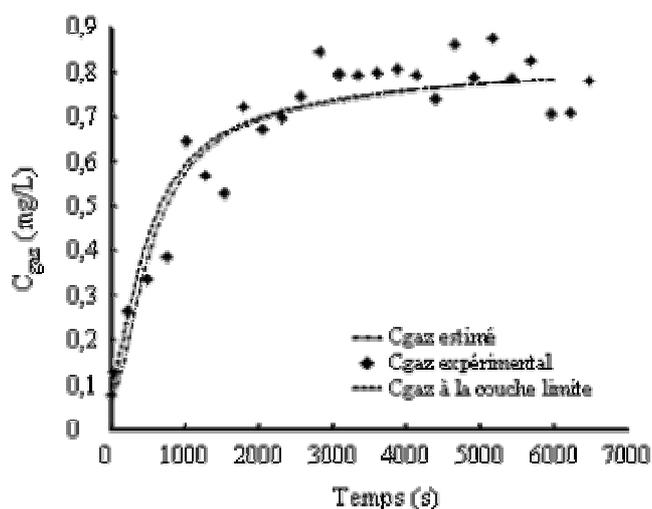


Figure III-16. Evolution de la concentration en hexanal de la phase gazeuse déterminé expérimentalement et prédite par le modèle mathématique, ainsi que de la concentration dans la couche limite, pour le yaourt avec épaississant/avec traitement mécanique faible (11), chauffé de 4°C à 45°C.

épaississant/avec traitement mécanique fort). Cela indique une bonne prédiction par le modèle de la cinétique de libération de l'hexanal à partir des yaourts aromatisés, chauffés de 4° à 45°C.

La diffusivité de l'hexanal dans les yaourts de différentes compositions et propriétés rhéologiques est présentée dans la figure III-17. Aucune différence significative n'est observée entre les coefficients de diffusion de l'hexanal obtenus dans chacun des produits.

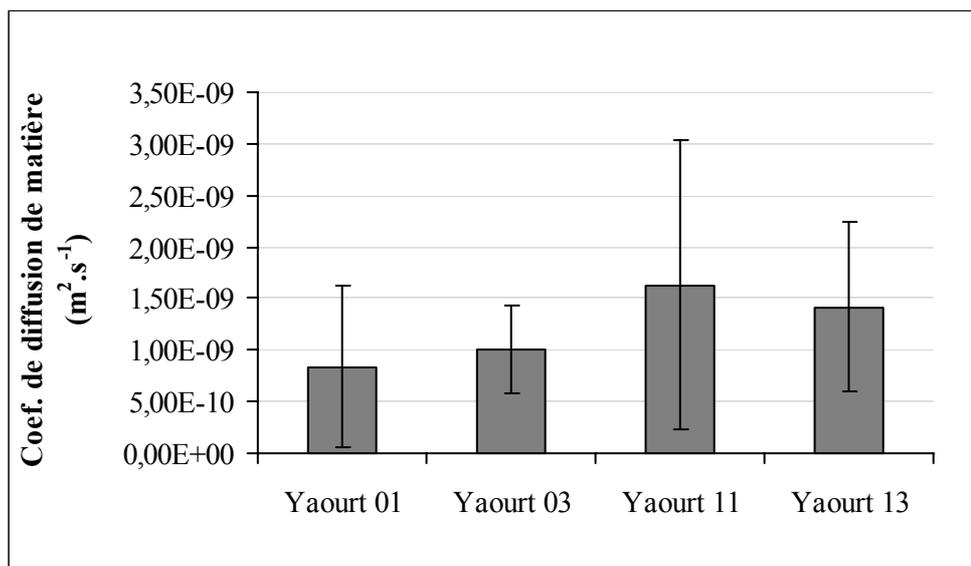


Figure III-17. Diffusion de l'hexanal dans le yaourt, lors de l'échauffement de 4°C à 45°C.

Yaourt ij : i = niveau de la concentration en épaississant (0 = sans, 1 = 7 g/L ; j = niveau de traitement mécanique (1 = faible, 3 = fort). Les barres indiquent les intervalles de confiance.

Néanmoins, on peut noter que le coefficient de diffusion de l'hexanal dans la phase liquide, lors de l'échauffement de la matrice de 4°C à environ 45°C, est deux à trois fois plus faible pour le yaourt que pour la solution aqueuse. Cependant, la précision de nos résultats, qui donne des écart-types assez importants (figure III-17), nous pousserait à chercher d'autres méthodes pour des déterminations expérimentales des coefficients de diffusion.

En conclusion, nous n'avons pas mis en évidence une influence des propriétés rhéologiques du yaourt sur le coefficient de transfert de matière par diffusion de l'hexanal.

Plusieurs auteurs ont modélisé la libération des composés d'arôme à partir de matrices simples, dans des conditions simulant celles en bouche (Harrison et Hills, 1997 ; Marin *et al.*, 1999b ; Bakker *et al.*, 1998 ; Nahon *et al.*, 2000). Mais les résultats concernant le rôle de la

viscosité sur la libération des composés sont contradictoires. D'après le modèle de Harrison et Hills (1997), le coefficient de transfert de masse est inversement proportionnel à la racine carrée de la viscosité. Ce modèle a été appliqué par Bakker *et al.* (1998) et s'adapte convenablement à la libération du diacétyle à partir de solutions agitées à différentes concentrations en gélatine induisant différentes propriétés rhéologiques. Les pentes initiales du profil de libération des composés d'arôme en fonction du temps diminuent avec la concentration en gélatine. En revanche, les observations de Nahon *et al.* (2000) concernant l'hexanal sont en accord avec nos résultats. Ces auteurs ont modélisé la libération des composés d'arôme de solutions aqueuses contenant de 0 à 60% de saccharose et concluent que l'augmentation de la concentration en saccharose n'influence que très faiblement la libération de l'hexanal comparée à celle observée dans l'eau.

Lors d'études récentes, bien que les phénomènes de transferts ne soient pas modélisés, la libération des composés d'arôme dans la cavité nasale lors de la consommation des matrices a été suivie "in vivo" par la méthode API-MS. Weel *et al.* (2002) observent que la concentration du diacétyle ou du butyrate d'éthyle dans la cavité nasale au cours de la consommation de gels à 4%, 7,5% et 11% de protéines du lactosérum n'est pas affectée par la concentration en protéines. De même, Hollowood *et al.* (2002) n'observent aucune influence de la concentration en hydroxy propyl méthyle cellulose (HPMC) sur la concentration des composés d'arôme dans l'air expiré par les sujets. Ces derniers résultats suggèrent que le transfert des molécules odorantes du produit vers la cavité nasale, lors de sa consommation, n'est affecté, pour des produits de même nature, ni par la viscosité ni par la composition de la matrice.

Ainsi, dans les yaourts brassés sans matière grasse, nous pouvons conclure que la cinétique de libération de l'hexanal dans la gamme étudiée en conditions dynamiques ne dépend pas de la concentration en épaississant ou de la viscosité du produit.

Les analyses physico-chimiques nous ont donc permis de déterminer la volatilité des composés d'arôme en conditions d'équilibre ainsi que la cinétique de libération des composés d'arôme à partir de yaourts de composition et de propriétés rhéologiques différentes. Comparé à la forte interaction des esters avec les sucres et de celle des aldéhydes avec les protéines laitières, la concentration en épaississant et le traitement mécanique ont un effet limité sur la volatilité des composés d'arôme. Le coefficient de partage du composé le moins volatile, le γ -octalactone, augmente avec le traitement mécanique, tandis que celui du composé le plus polaire, le diacétyle, n'est affecté par aucun des facteurs technologiques étudiés (formulation et procédé). Par ailleurs,

le coefficient de transfert de matière de l'hexanal dans les yaourts ne semble pas être affecté par la rhéologie ou la composition des yaourts. Ce sont pour l'essentiel les interactions physico-chimiques entre les composés d'arôme et les yaourts qui président aux variations de la quantité d'arôme stimulant les récepteurs olfactifs, perceptibles ou non. Néanmoins, d'autres interactions sensorielles peuvent venir s'ajouter. Nous nous sommes intéressés à celles-ci dans une autre partie expérimentale de cette étude.

4. CARACTERISATION SENSORIELLE DES YAOURTS AROMATISES

Après la caractérisation physico-chimique des produits et du comportement des composés d'arôme dans des yaourts de rhéologie maîtrisée en conditions statiques et dynamiques, la réponse sensorielle a été étudiée. Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à l'effet de variations maîtrisées des propriétés rhéologiques des yaourts, dues à la concentration en épaississant et à l'application de différents niveaux de traitement mécanique, ainsi que l'effet de la concentration en formule aromatique globale sur la perception de la texture et de la flaveur. Un pince nez a été utilisé afin de dissocier les perceptions olfactives de celles de la texture. Dans un deuxième temps, l'impact de variations quantitatives et qualitatives de l'aromatisation sur la texture et la flaveur a été examiné par trois méthodes sensorielles différentes.

4.1. IMPACT DU TRAITEMENT MECANIQUE, DE L'ÉPAISSISSANT ET DE LA CONCENTRATION EN FORMULE AROMATIQUE SUR LA PERCEPTION DE LA TEXTURE ET DE LA FLAVEUR DES PRODUITS

4.1.1. Capacité du panel à discriminer les produits selon les descripteurs de texture et de flaveur

a) Performances des sujets

Les résultats des ANOVA à un facteur (produit) par sujet montrent que les dégustateurs s'avèrent plus discriminants sur les critères de texture (figure III-18.a).

Tous les sujets différencient les produits selon leur caractère épais et plus de la moitié sur les descripteurs collant, nappant et lisse, quelque soit le mode d'évaluation : avec ou sans nez bouché. Un nombre moindre de sujets perçoit les produits différents selon leur caractère astringent, particulièrement avec pince nez. En revanche, une discrimination modérée des produits selon les descripteurs de flaveur apparaît. Les yaourts sont différenciés selon leur saveur par moins de quatre dégustateurs. Parmi les descripteurs d'arôme, les notes pomme verte et amande permettent de discriminer le plus fréquemment les produits.

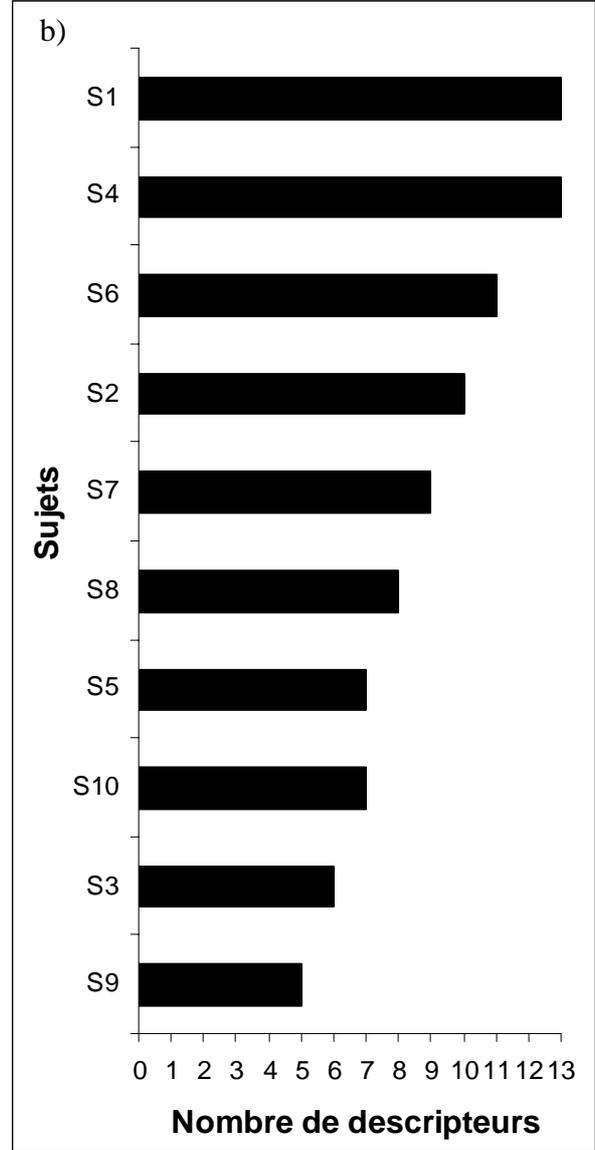
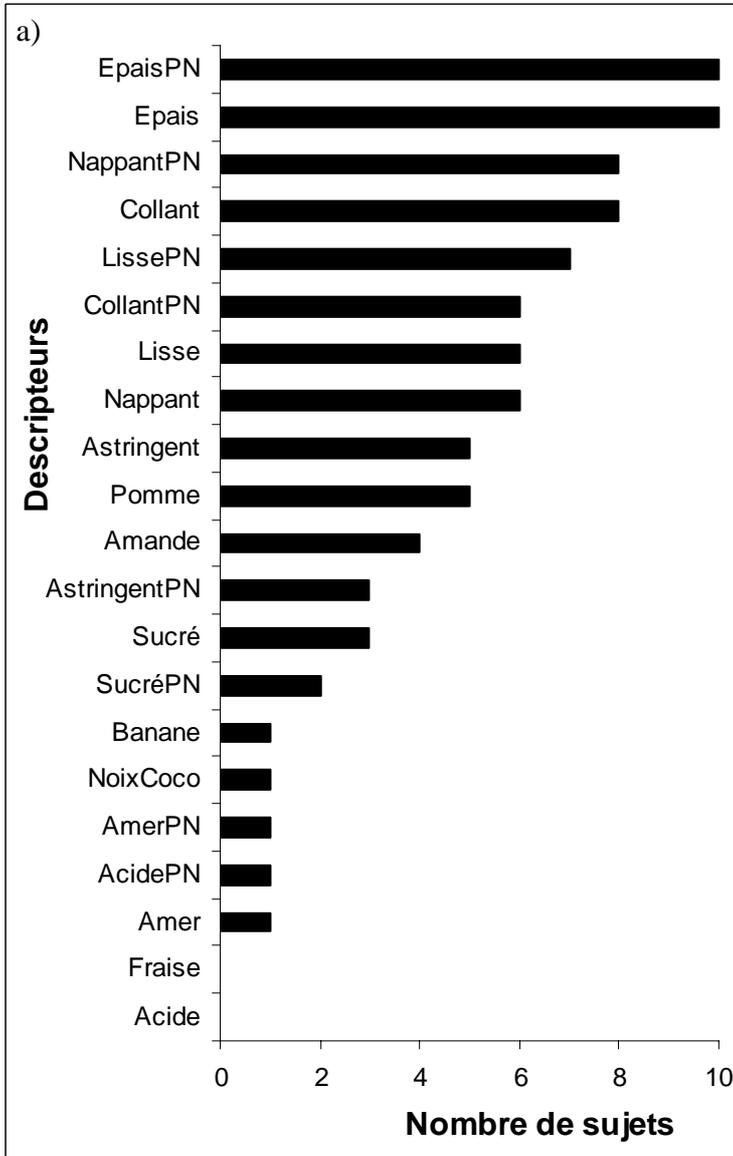


Figure III-18. a) Nombre de sujets utilisant chaque descripteur pour discriminer significativement (ANOVA à un facteur $P > 0,1$) les produits. b) Nombre de descripteurs utilisés par chaque sujet pour discriminer significativement les produits (ANOVA à un facteur $P > 0,1$).

PN = Pince Nez

Par ailleurs, de larges différences interindividuelles sont observées (figure III-18.b), reflétant des sensibilités différentielles très dépendantes de l'individu. Les sujets utilisent de cinq à 13 descripteurs de manière discriminante. Ainsi, les sujets S1 et S4 sont les plus discriminants, tandis que le sujet S9 est le moins discriminant. Certains sujets (S3, S5 et S9) ne présentent aucun descripteur d'arôme discriminant. L'entraînement a certainement été insuffisant pour ces trois sujets. Etant donné qu'un sujet peut être faiblement discriminant sur un descripteur mais très performant sur d'autres et que nous considérons le panel, plutôt que l'individu, comme instrument de mesure, l'ensemble des notations a été conservé pour les analyses ultérieures.

b) Performances du panel

Les ANOVA à trois facteurs (produit, répétition, sujet) mettent en évidence un effet sujet systématique. Cet effet est assez habituel en évaluation sensorielle et est dû aux différences d'utilisation de l'échelle de notation par les sujets. Il ne sera plus discuté par la suite. Des différences interindividuelles de répétabilité (interaction significative répétition x sujet) apparaissent sur quatre descripteurs évalués en condition nez bouché (acide, astringent, collant, sucré) et deux descripteurs évalués en condition normale (acide, pomme verte). Cependant, l'effet répétition intra-séance n'est pas une source de variation significative, à l'exception du caractère épais et de la note noix de coco (tableau III.11). Ces résultats indiquent une bonne reproductibilité des notations du panel.

Malgré l'interaction significative produit x sujet sur 14 descripteurs, l'effet produit testé contre l'interaction sujet x produit demeure significatif pour les descripteurs de texture collant, épais et lisse évalués avec ou sans pince nez. L'ACP (produit, sujet) par descripteur montre un accord au niveau du panel dans l'évaluation de ces descripteurs. Une illustration est présentée dans la figure III-19 pour le caractère épais. L'interaction significative produit x sujet est donc due à l'utilisation différente de l'échelle de notation par les sujets. Nous pouvons ainsi conclure à une discrimination significative des produits selon les descripteurs collant, épais et lisse, évalués en présence ou non de la perception olfactive.

Cependant, les résultats du SNK montrent une meilleure discrimination des produits selon les descripteurs épais, collant et lisse, en condition nez bouché. Les yaourts sont divisés en cinq groupes significativement différents sur le caractère épais quand ils sont évalués avec PN et en quatre groupes sans PN. De même, en l'absence de la perception olfactive, les produits sont

Tableau III-11. Valeurs de F (Fisher) et probabilités associées des ANOVA à trois facteurs (produit, répétition et sujet). PN = Pince Nez.

| Descripteur | Produit | Répétition | Produit x Sujet | Répétition x Sujet |
|---------------------|----------------|-------------------|------------------------|---------------------------|
| AstringentPN | 1,13 | 2,71 | 1,95 ** | 2,56 * |
| CollantPN | 27,84 *** | 0,19 | 2,29 *** | 2,06 * |
| EpaisPN | 89,33 *** | 1,27 | 2,64 *** | 0,36 |
| NappantPN | 0,44 | 0,25 | 5,89 *** | 1,01 |
| LissePN | 6,16 *** | 0,18 | 6,65 *** | 1,69 |
| AcidePN | 1,09 | 4,44 | 1,86 ** | 4,14 *** |
| AmerPN | 1,70 | 1,23 | 1,07 | 0,45 |
| SucréPN | 3,15 ** | 0,06 | 1,44 | 2,61 * |
| Astringent | 0,57 | 0,26 | 1,85 ** | 1,05 |
| Collant | 24,52 *** | 0,8 | 1,50 | 1,16 |
| Epais | 87,49 *** | 6,04 * | 1,16 | 0,56 |
| Nappant | 0,90 | 0,58 | 4,78 *** | 0,36 |
| Lisse | 6,15 *** | 0,55 | 2,62 *** | 1,34 |
| Amande | 2,07 | 0,01 | 1,53 | 0,41 |
| Banane | 1,85 | 2,43 | 2,04 ** | 0,90 |
| Fraise | 1,44 | 0,05 | 0,79 | 0,96 |
| Pomme verte | 0,97 | 0,81 | 5,28 *** | 2,90 ** |
| Noix de coco | 0,83 | 11,55 ** | 1,93 ** | 0,69 |
| Acide | 0,96 | 0,23 | 1,49 | 2,11 * |
| Amer | 1,23 | 3,27 | 2,14 ** | 1,20 |
| Sucré | 1,49 | 0,00 | 1,55 * | 0,61 |

*P<0,05; **P< 0,01 ; ***P< 0,001.

regroupés en quatre groupes différant selon le caractère collant et trois groupes pour le caractère lisse, tandis que deux groupes sont observés pour ces deux descripteurs évalués sans pince nez. Un effet produit significatif apparaît aussi sur le descripteur sucré évalué avec pince nez.

En conclusion, les descripteurs de texture, quelque soit le mode d'évaluation, permettent de mieux discriminer les produits que les descripteurs de flaveur. Leurs intensités sont plus élevées et la gamme de l'échelle de notation utilisée est plus large. Le faible pouvoir discriminant sur les descripteurs d'arôme peut s'expliquer par des différences plus modérées des produits selon leur arôme. De plus, la tâche d'évaluation des notes aromatiques était plus difficile. Les sujets devaient noter l'intensité de cinq descripteurs d'arôme, alors que seule la concentration totale en formule aromatique, variait.

4.1.2. Impact des facteurs de variation des propriétés rhéologiques sur la perception de texture

Une ANOVA incluant les deux facteurs technologiques (concentration en épaississant et traitement mécanique) ainsi que le facteur sujet permet d'examiner si les facteurs de variation des propriétés rhéologiques affectent la texture des produits (tableau III-12). En effet, avant d'examiner de manière exhaustive les interactions texture-flaveur, nous vérifions que les variations des propriétés rhéologiques sont perceptibles par le panel.

a) Effet du traitement mécanique

Le traitement mécanique est le facteur expérimental affectant le plus la texture des produits. Les valeurs de F de l'ANOVA associées au facteur traitement mécanique, sont de 1,7 à 19 fois supérieures à celles relatives au facteur épaississant. L'interaction significative TM x sujet pour les descripteurs discriminant, comme montré dans le paragraphe précédent, traduit une utilisation différente de l'échelle de notation par les sujets. D'après le test SNK, les yaourts sont perçus significativement moins collants, moins épais et plus lisses lorsque le traitement mécanique est plus important (figure III-20).

Figure III-19. ACP réalisée sur les notations du descripteur épais des 8 produits (individus) par les 10 sujets (variables).

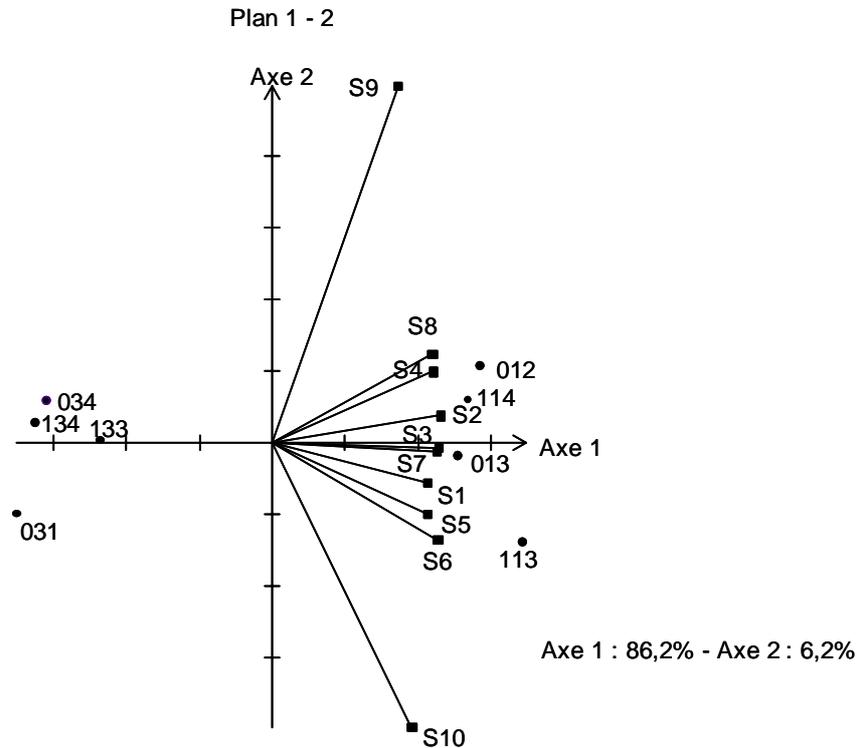


Tableau III-12. Valeurs de F (Fisher) et probabilités associées des ANOVA à trois facteurs : épaississant (E), traitement mécanique (TM) et sujet (plan d'expériences S1), sur les descripteurs de texture. PN = Pince Nez.

| Descripteurs | E | TM | E x sujet | TM x sujet |
|--------------|----------|-----------|-----------|------------|
| AstringentPN | 0,35 | 2,64 | 3,19** | 1,46 |
| CollantPN | 11,86*** | 49,52*** | 0,72 | 6,24*** |
| EpaisPN | 28,15*** | 172,69*** | 1,94 | 6,36*** |
| NappantPN | 0,23 | 0,09 | 3,40** | 20,10*** |
| LissePN | 5,27 | 8,87* | 3,68*** | 24,19*** |
| Astringent | 0,13 | 2,30 | 2,44* | 1,37 |
| Collant | 6,54* | 90,80*** | 0,46 | 2,12* |
| Epais | 15,00** | 290,00*** | 0,36 | 1,79 |
| Nappant | 0,69 | 0,88 | 2,10* | 18,06*** |
| Lisse | 5,04 | 10,15* | 0,14 | 9,84*** |

*P<0,05; **P< 0,01, ***P< 0,001.

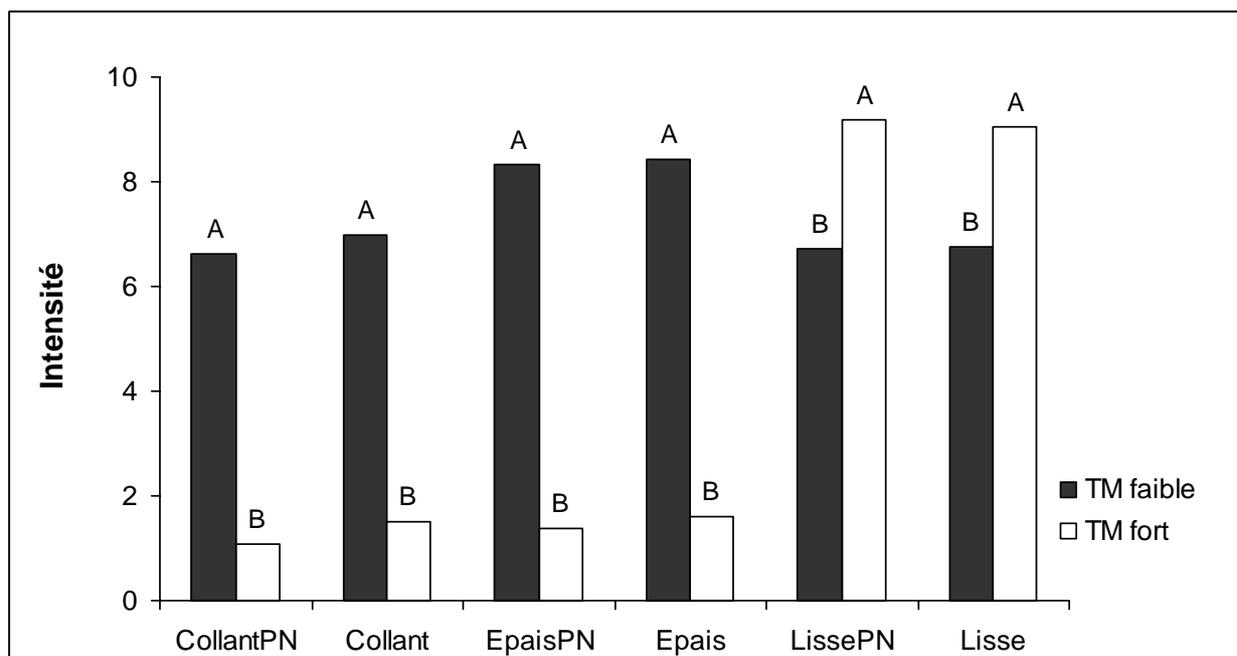


Figure III-20. Intensités moyennées par niveau de traitement mécanique et résultats du test SNK pour les six descripteurs montrant un effet significatif du traitement mécanique.

Les différentes lettres (A, B) traduisent des moyennes significativement différentes à $P < 0,05$ d'après SNK.

Cependant, le traitement mécanique affecte les descripteurs de texture à différents degrés. Il induit une meilleure discrimination des produits selon le caractère épais. Ainsi, quelque soit la condition d'évaluation, les valeurs de F (tableau III-12) associées à l'effet traitement mécanique sont les plus élevées pour le descripteur épais ($F = 173$ et 290), suivi du descripteur collant ($F = 50$ et 91) et les moins importantes pour le descripteur lisse ($F = 9$ et 10).

Les résultats sensoriels sont en accord avec la caractérisation des propriétés rhéologiques montrant un effet dominant du traitement mécanique sur la viscosité complexe des produits évalués à contraintes $0,1 \text{ Pa}$ (η^*_0) et 100 Pa (η^*_{100}) (cf § III.1.2).

b) Effet de l'ajout d'épaississant

L'ajout d'épaississant affecte significativement la texture des yaourts (tableau III-12). Les résultats du test SNK (figure III-21) montrent que les yaourts épaissis sont perçus significativement plus épais et collants, quelque soit la condition d'évaluation. Contrairement au traitement mécanique, la concentration en épaississant n'influence pas le caractère lisse des produits.

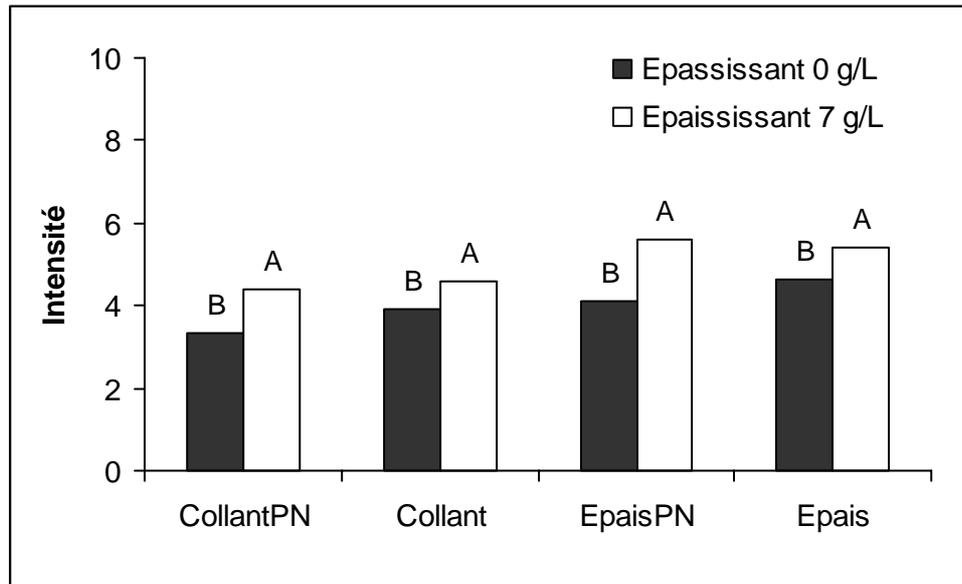


Figure III-21. Intensités moyennes et résultats du test SNK pour les descripteurs de texture montrant des différences significatives entre les concentrations en épaississant 0 g/L et 7 g/L. Les différentes lettres (A, B) indiquent des moyennes significativement différentes à $P < 0,05$ d'après SNK. PN = Pince Nez

c) Corrélations entre les paramètres rhéologiques et les descripteurs

Le tableau III-13 présente les corrélations entre les paramètres rhéologiques η^*_0 et η^*_{100} et les descripteurs utilisés pour caractériser les produits lors du profil sensoriel. Des corrélations significatives ($P < 0,05$) sont observées entre les deux paramètres rhéologiques et les descripteurs de texture suivant : collant, épais et lisse, évalués avec ou sans pince nez. Le caractère nappant, évalué sans pince nez, est également négativement corrélé avec η^*_{100} . En revanche, aucune corrélation significative n'apparaît entre les paramètres rhéologiques et les descripteurs de flaveur.

L'augmentation d'intensité des descripteurs de texture (épais et collant) ainsi que celle de la viscosité complexe des produits en présence d'épaississant est en accord avec les observations faites sur des milieux modèles (Chai *et al.*, 1991 ; Guinard et Marty, 1995 ; Jaime *et al.*, 1993 ; Kälviäinen *et al.*, 2000), dans des boissons (Pangborn *et al.*, 1978) et dans des matrices laitières (Wendin *et al.*, 1997). Par exemple, Pangborn *et al.* (1978) montrent une augmentation conjointe de la viscosité orale et de la viscosité apparente de boissons en fonction de la concentration des hydrocolloïdes ajoutés. La méthode de mesure rhéologique utilisée (De Wijk *et al.*, 2003), ainsi que les contraintes appliquées (Cook *et al.*, 2003), influencent cependant la pertinence des corrélations obtenues entre les paramètres rhéologiques et les descripteurs de texture.

Tableau III-13. Coefficients de corrélation (r) entre les descripteurs sensoriels et les paramètres rhéologiques η^*_0 et η^*_{100} . Les coefficients significatifs ($P < 0,05$) sont marqués en gras.

| Descripteur | $\log_{10}(\eta^*_0)$ | $\log_{10}(\eta^*_{100})$ |
|---------------------|-----------------------|---------------------------|
| <i>CollantPN</i> | 0,92 | 0,98 |
| <i>EpaisPN</i> | 0,95 | 0,98 |
| <i>NappantPN</i> | -0,35 | -0,46 |
| <i>LissePN</i> | -0,96 | -0,96 |
| <i>AstringPN</i> | 0,16 | 0,36 |
| <i>AcidePN</i> | 0,16 | 0,27 |
| <i>AmerPN</i> | 0,16 | 0,33 |
| <i>SucréPN</i> | -0,43 | -0,28 |
| <i>Collant</i> | 0,9 | 0,96 |
| <i>Epais</i> | 0,92 | 0,98 |
| <i>Nappant</i> | -0,64 | -0,78 |
| <i>Lisse</i> | -0,88 | -0,98 |
| <i>Astring</i> | -0,69 | -0,53 |
| <i>Acide</i> | -0,04 | 0,09 |
| <i>Amer</i> | -0,51 | -0,3 |
| <i>Sucré</i> | -0,76 | -0,66 |
| <i>Amande</i> | 0,24 | 0,1 |
| <i>Banane</i> | 0,07 | -0,03 |
| <i>Fraise</i> | 0,12 | 0,09 |
| <i>Pomme</i> | -0,53 | -0,47 |
| <i>Noix de coco</i> | -0,12 | -0,16 |

En conclusion, l'ensemble des observations révèle que les deux facteurs de variation des propriétés rhéologiques induisent des différences de texture des yaourts perceptibles par les sujets. En accord avec les résultats instrumentaux, un effet prédominant du traitement mécanique apparaît.

4.1.3. Impact de la concentration en formule aromatique sur la perception de l'arôme

La comparaison des huit produits par paire, pour un niveau de concentration en épaississant et un traitement mécanique donnés, mais deux niveaux de concentration en formule aromatique, à l'aide d'un test de Student, montre un effet modéré de la concentration en formule aromatique sur l'intensité de perception des notes aromatiques. Des différences significatives sont observées pour les notes pomme verte et banane.

Pour chaque combinaison concentration en épaississant/traitement mécanique, les yaourts aromatisés avec une formule aromatique plus concentrée ont tendance à être perçus par le panel plus intenses en note pomme verte (figure III-22). D'après le test de Student, cette tendance est significative uniquement pour deux des quatre combinaisons de produits (le 012 et 013 ainsi que le 133 et 134).

Concernant la note banane, la concentration en formule aromatique augmente significativement l'intensité de l'arôme banane des yaourts sans épaississant, indépendamment du traitement mécanique subi (Figure III-23). Cet effet est plus marqué pour la combinaison sans épaississant/avec traitement mécanique fort, aromatisée avec les niveaux extrêmes de la formule aromatique : le 031 et le 034.

Ces résultats montrent que les sujets ne semblent pas capables de discriminer les produits sur l'ensemble des descripteurs d'arôme. Lors de l'entraînement, ils parvenaient très bien à reconnaître les composés purs de la formule, ajoutés au yaourt. Mais, l'évaluation des notes associées aux mélanges de composés s'est avérée plus délicate. Par ailleurs, dans notre étude, il est possible que la proportion constante des différents composés d'arôme induise peu de différences quantitatives, rendant la tâche des sujets encore plus difficile. Enfin, l'existence d'une note verte prédominante, associée essentiellement à l'arôme pomme verte, a peut-être masqué les différences plus subtiles des autres arômes. Concernant la note banane, les séances d'entraînement ont montré que cette note était très familière aux sujets, engendrant certainement plus de facilité à différencier les produits selon ce descripteur.

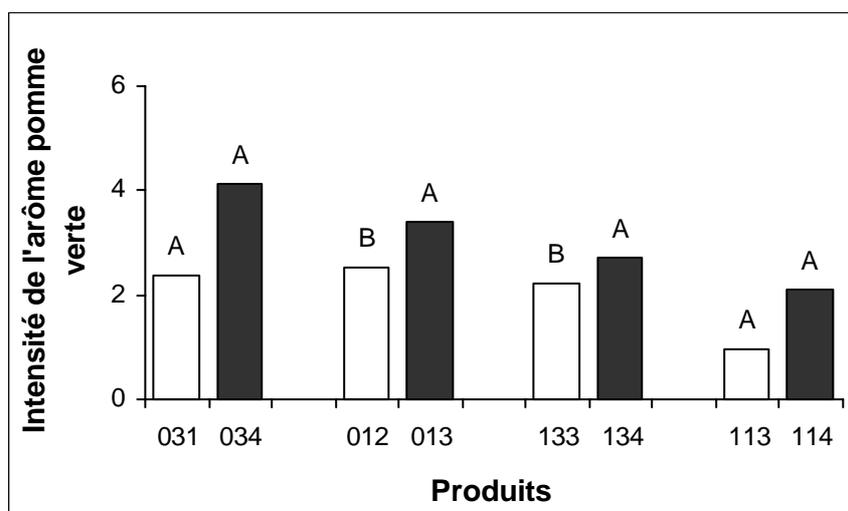


Figure III-22. Intensités moyennes par produit et résultats du test de Student pour la note pomme verte. Les différentes lettres (A, B) indiquent des moyennes significativement différentes à $P < 0,05$. Produit (ijk) : i = niveau de concentration en épaississant, j = niveau de traitement mécanique, k = niveau de concentration en formule aromatique.

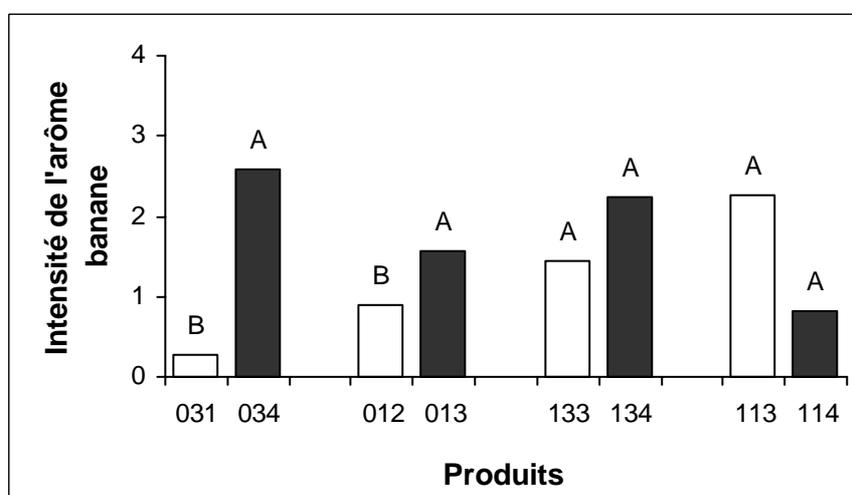


Figure III-23. Intensités moyennes par produit et résultats du test de Student pour la note banane. Les différentes lettres (A, B) indiquent des moyennes significativement différentes à $P < 0,05$. Produit (ijk) : i = niveau de concentration en épaississant, j = niveau de traitement mécanique, k = niveau de concentration en formule aromatique.

Peu d'auteurs ont étudié l'effet de la concentration d'une formule aromatique complexe sur l'intensité des perceptions olfactives. Bien que généralement seule l'intensité aromatique globale soit évaluée, les auteurs n'observent parfois aucun effet. Dans des gels de gélatine aromatisés avec deux concentrations de formules aromatiques commerciales, framboise et caramel, Jaime *et al.* (1993) observent uniquement un impact du type d'arôme sur l'intensité olfactive retronasale des gels. De même, Kälviäinen *et al.* (2000) montrent que des gels de pectines, d'amidon, de gélatine et d'amidon/gélatine à deux concentrations en arôme fraise ne sont pas différenciés par le panel selon l'intensité aromatique.

Dans notre étude, l'augmentation de la concentration en formule aromatique induit donc des perceptions olfactives retronasales de certains produits significativement plus élevées en note pomme verte et banane.

4.1.4. Interactions texture-flaveur

Le traitement mécanique et la concentration en épaississant induisent des différences significatives de la texture des yaourts. La concentration en arôme, bien que de manière plus modérée, induit une augmentation de la perception de certaines notes olfactives. L'examen des impacts croisés des facteurs sur les perceptions de flaveur et de texture renseigne sur les interactions texture-flaveur éventuelles.

4.1.4.1. Impact de la texture sur la perception de la flaveur

La concentration en épaississant est une source de variation de la perception de la note pomme verte des produits. Les yaourts épaissis, ayant subis un traitement mécanique faible et aromatisés avec un niveau fort de la formule aromatique, sont jugés par le panel significativement moins intenses en note pomme verte que ceux sans épaississant (test de Student) (figure III-24).

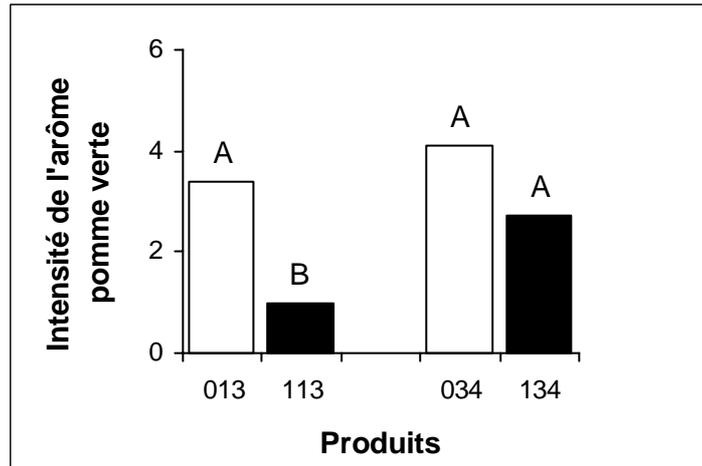


Figure III-24. Intensités moyennes et résultats du test de Student de l'arôme pomme verte pour les couples de produits variant uniquement en concentration en épaississant 0 g/L et 7 g/L. Les différentes lettres (A, B) indiquent des moyennes significativement différentes à $P < 0,05$ d'après SNK. Produit (ijk) : i = concentration en épaississant, j = traitement mécanique, k = concentration en formule aromatique.

La même tendance est observée pour l'autre combinaison des produits variant uniquement selon la concentration en épaississant : les yaourts avec traitement mécanique fort et concentration maximale en formule aromatique. Cependant, le test de Student ne permet pas de différencier de manière significative les intensités moyennes de ces deux derniers produits.

Par ailleurs, aucun effet significatif du traitement mécanique n'apparaît sur les perceptions de saveur et d'arôme.

D'une manière générale, parmi les facteurs de variation de la texture, la concentration en épaississant diminue l'intensité de perception de la note pomme verte.

4.1.4.2. Impact de la formule aromatique sur la texture et la saveur

a) Effet des conditions d'évaluation

L'ANOVA à trois facteurs (produit, condition d'évaluation, sujet) met en évidence un effet significatif du pince nez ($F = 7,35$; $P < 0,05$) sur le descripteur astringent. En effet, bien qu'une interaction significative condition d'évaluation x sujet apparaisse pour ce descripteur, l'ACP (produit, sujet) montre globalement un accord des jugements du panel.

L'intensité du caractère astringent des produits augmente en présence des perceptions olfactives quelques soient les caractéristiques rhéologiques ou la concentration en agent aromatisant des produits (figure III-25).

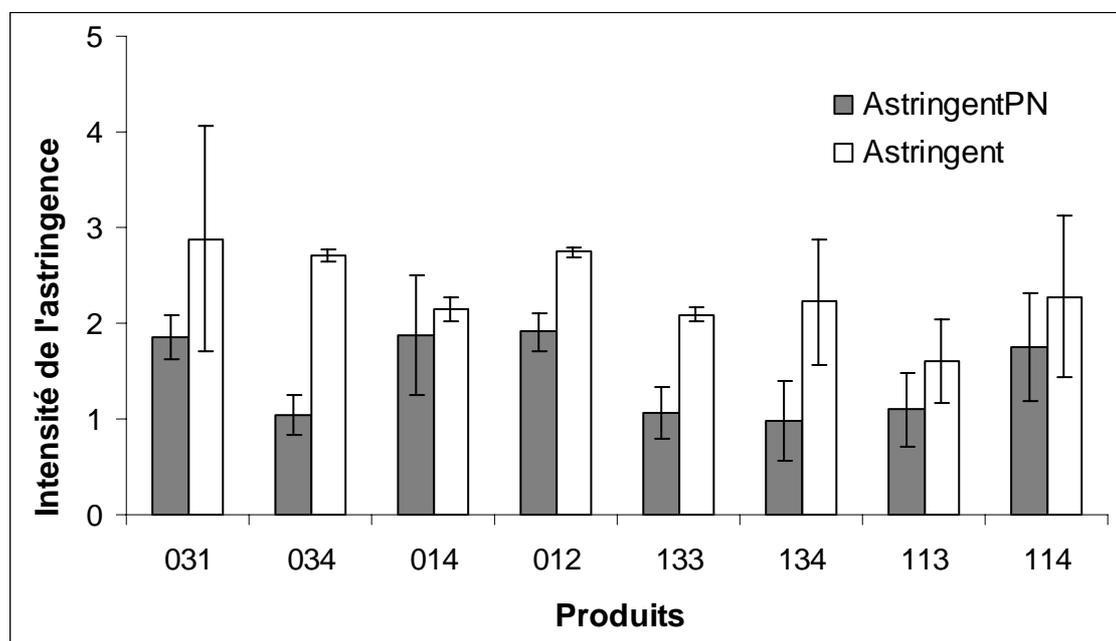


Figure III-25. Intensité de l'astringence des huit yaourts du plan d'expériences S1, évalués avec et sans pince nez. Les barres correspondent aux intervalles de confiance (95%). Produit (ijk) : i = niveau de concentration en épaississant, j = niveau de traitement mécanique, k = niveau de concentration en formule aromatique.

Aucune différence significative n'est observée entre les intensités de perception des saveurs, évaluées avec et sans pince nez. Cependant, en conditions normales d'évaluation, les yaourts sont jugés d'autant plus acides que la note pomme verte est plus intense ($r = 0,75$).

Enfin, des interactions significatives sont observées entre les sujets et les conditions d'évaluation pour les descripteurs collant et amer, montrant que le port de pince nez induit des différences d'évaluation dépendantes du sujet. Des interactions significatives entre produits et conditions d'évaluation pour les descripteurs nappant et amer mettent en évidence que l'effet du pince nez sur ces perceptions est également dépendant du sujet.

b) Effet concentration en formule aromatique

La comparaison des yaourts par paire, pour un niveau de traitement mécanique et une concentration en épaississant donnés, mais deux niveaux de la formule aromatique, montre que la concentration en formule aromatique affecte la perception du caractère épais, évalué sans pince nez (figure III-26). L'augmentation de la concentration de la formule aromatique diminue significativement l'intensité du descripteur épais évalué sans pince nez pour les combinaisons 01. et 13. (produits moyennement visqueux). La même tendance est observée pour les produits les plus visqueux, la combinaison 11. .

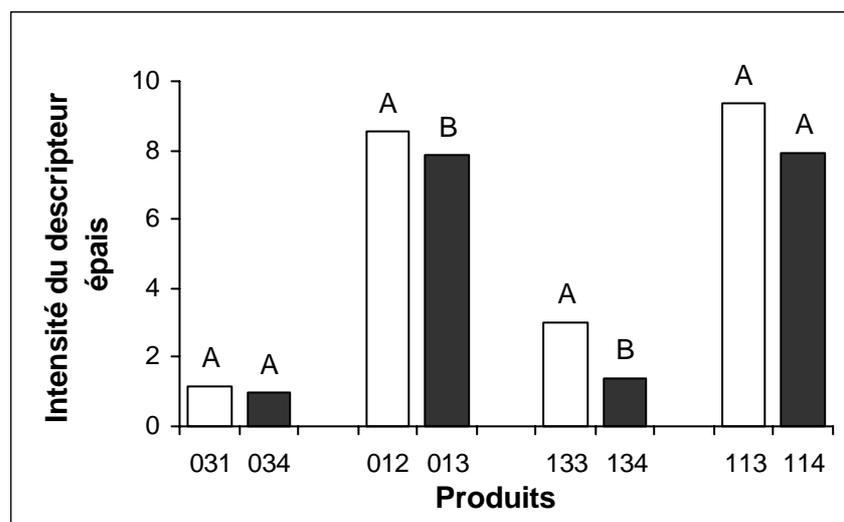


Figure III-26. Intensités moyennes par produit et résultats du test de Student pour le descripteur de texture épais montrant un effet concentration en formule aromatique significatif. Les différentes lettres (A - B) indiquent des moyennes significativement différentes à $P < 0,05$. Produit (ijk) : i = concentration en épaississant, j = traitement mécanique, k = concentration en formule aromatique.

De l'ensemble de ces résultats, on peut conclure que la concentration en composés d'arôme influence la perception de la texture. En présence de la perception olfactive, les produits sont perçus plus astringents. La concentration en formule aromatique entraîne une perception moins intense du caractère épais de certains produits.

Ce premier plan d'expériences a révélé des interactions texture-flaveur, mais il présente des limites. Tout d'abord, il s'est avéré non équilibré suite aux vérifications instrumentales de la concentration en composés d'arôme. Par ailleurs, malgré la large plage de concentration en formule aromatique utilisée, ce facteur a entraîné une discrimination limitée par les sujets des

produits selon les notes aromatiques. Des modifications de la qualité et de la complexité chimique de l'aromatisation, induisant davantage de différences olfactives, permettraient de mieux examiner les interactions potentielles entre la texture et la flaveur. De plus, le fait de travailler avec des produits de composition différente et notamment avec ou sans épaississant, peut conduire en bouche à des interactions qui ne sont peut-être pas analysables avec des mesures "in vitro". Pour s'affranchir de cette limite, la seule possibilité est de travailler en composition constante. Ces réflexions nous ont donc incité à poursuivre l'étude avec un deuxième plan d'expériences.

4.2. INFLUENCE DE LA QUALITE ET DE LA COMPLEXITE AROMATIQUE SUR LA TEXTURE EN BOUCHE DES YAOURTS, EVALUEES PAR TROIS PROCEDURES SENSORIELLES

La qualité et la complexité aromatique correspondent, respectivement, à des notes olfactives et des complexités chimiques différentes. A notre connaissance, aucun auteur ne s'est intéressé à l'impact de la qualité et de la complexité de la perception olfactive sur la perception de la saveur et de la texture. Ceci fait l'objet du deuxième plan d'expériences sensorielles. Par ailleurs, différentes méthodologies sensorielles ont été testées afin de déterminer la plus adaptée à l'étude des interactions sensorielles.

4.2.1. Test de tri

Les six yaourts aromatisés chacun avec un seul composé volatil ont été triés selon leur texture par les sujets en deux à quatre groupes (moyenne = 3) et cela pour les deux répétitions. La figure III-27 montre la représentation la plus informative des résultats obtenus par MDS.

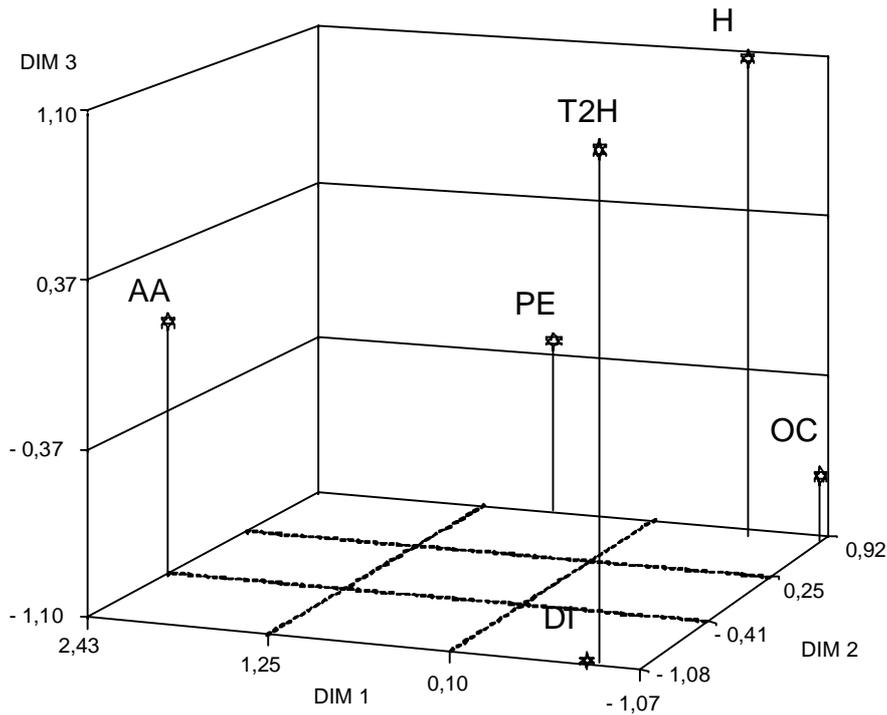


Figure III-27. Solution MDS tridimensionnelle résultant du tri selon la texture des six produits TM1 aromatisés avec un seul composé d'arôme.

Les produits aromatisés avec le trans-2-hexenal (T2H) et l'hexanal (H) apparaissent similaires. Les données brutes montrent que ces produits sont regroupés ensemble 15 fois sur 32. De même, les produits aromatisés avec le diacétyle (DI) et la γ -octalactone (OC) présentent des coordonnées semblables. Ils sont rassemblés dans le même groupe 13 fois sur 32. Les produits PE et AA sont regroupés ensemble 12 fois sur 32. Il semble donc que la nature de la note aromatique influence la perception de la texture des produits aromatisés avec les composés purs.

Les sujets non entraînés ont été capables de générer 23 descripteurs différents de texture pour décrire les produits de mêmes propriétés rhéologiques et de composition variable uniquement en composés volatils. En moyenne, les sujets utilisent deux à trois descripteurs pour caractériser la texture des produits. Afin de faciliter l'interprétation, bien que le vocabulaire employé soit très variable et propre à chaque sujet, huit termes ont été regroupés en deux groupes (tableau III-14) : *épais* (épais, compact, ferme et lourd) et *fluide* (fluide, liquide, peu épais et coulant).

Les termes épais, fluide, lisse, nappant et collant ont une fréquence de citation supérieure à 7%. Les produits aromatisés avec le diacétyle et la γ -octalactone bénéficient de 47% et 43% des citations correspondant aux descripteurs collant et épais respectivement. Cette observation corrobore les résultats du test SNK sur la notation de l'intensité du caractère épais, effectuée à la fin de chaque séance. Les yaourts aromatisés avec ces deux composés sont jugés significativement plus épais que ceux aromatisés avec le trans-2-hexenal et l'hexanal (figure III-28).

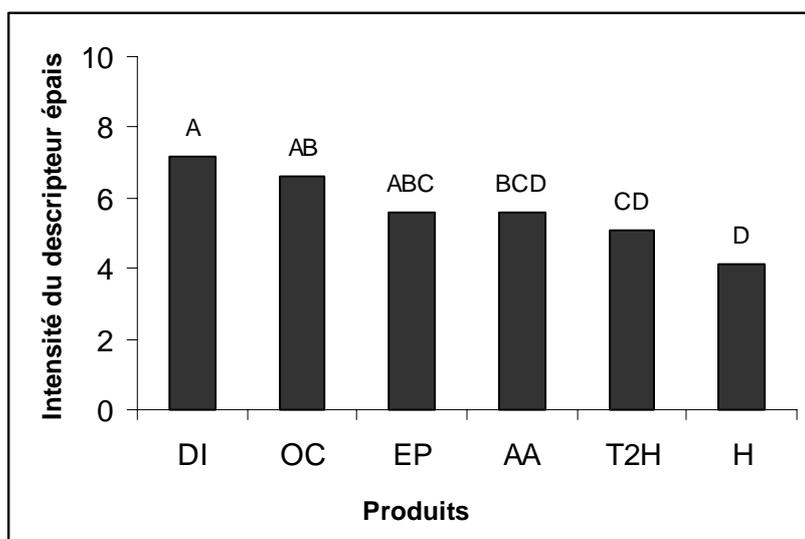


Figure III-28. Intensité moyenne du caractère épais des produits aromatisés avec les composés purs. Les différentes lettres (A - D) indiquent des moyennes significativement différentes à $P < 0,05$.

Les 12 yaourts aromatisés avec les six composés purs et les six mélanges de composés sont triés en trois à cinq groupes (moyenne = 4) de texture similaire lors de la première répétition et en trois à sept groupes (moyenne = 4) lors de la deuxième répétition. La configuration tridimensionnelle de l'analyse MDS (figure III-29) montre une séparation des produits aromatisés avec un seul composé d'arôme (à gauche du graphique) de ceux aromatisés avec un mélange de composés (à droite du graphique).

Les sujets ont décrit la texture des 12 produits à l'aide de 25 descripteurs, semblables aux 23 descripteurs générés pour les tris précédents (tableau III-14). Les termes les plus fréquemment employés pour caractériser les produits sont fluide, épais, nappant et lisse avec respectivement 25, 22, 11 et 10 % des citations. De même que lors des tris précédents, deux ou trois termes sont utilisés en moyenne par chaque sujet. Les yaourts aromatisés avec un seul composé d'arôme sont

Tableau III-14. Nombre de citations des termes utilisés par le panel pour décrire la texture lors de la procédure de tri des six yaourts aromatisés avec un seul composé d'arôme et des 12 yaourts aromatisés avec un seul ou un mélange de composés d'arôme.

| 6 produits | | 12 produits | |
|-----------------------------------|---------------------|-----------------------------------|---------------------|
| Descripteurs | Nombre de citations | Descripteurs | Nombre de citations |
| Epais+compact+ferme+lourd | 76 | Epais+compact+ferme+lourd | 153 |
| Fluide+liquide+peu épais +coulant | 59 | Fluide+liquide+peu épais +coulant | 175 |
| Lisse | 36 | Lisse | 74 |
| Nappant | 32 | Nappant | 64 |
| Collant | 30 | Collant | 49 |
| Onctueux | 10 | Râpeux | 37 |
| Râpeux | 7 | Onctueux | 28 |
| Glaireux | 6 | Crémeux | 22 |
| Astringent | 6 | Glaireux | 21 |
| Crémeux | 4 | Astringent | 19 |
| Gluant | 4 | Elastique | 14 |
| Gélatineux | 2 | Gluant | 14 |
| Visqueux | 2 | Pâteux | 11 |
| Velouté | 2 | Pas rigide | 9 |
| Elastique | 1 | Gélatineux | 8 |
| Fondant | 1 | Velouté | 2 |
| Caoutchouteux | 1 | Cohésif | 2 |
| | | Résistant | 1 |
| | | Adhérent | 1 |
| Total | 279 | Total | 704 |

caractérisés par le terme épais par la majorité des sujets (65 % des citations). De plus, 56 % des citations du descripteur collant sont également attribués à ces produits. En revanche, les yaourts aromatisés avec un mélange de composés d'arôme, et plus particulièrement ceux comportant cinq et six composés d'arôme, sont décrits comme étant plutôt fluides (61% des citations). Ces produits obtiennent également 55% des citations du descripteur nappant.

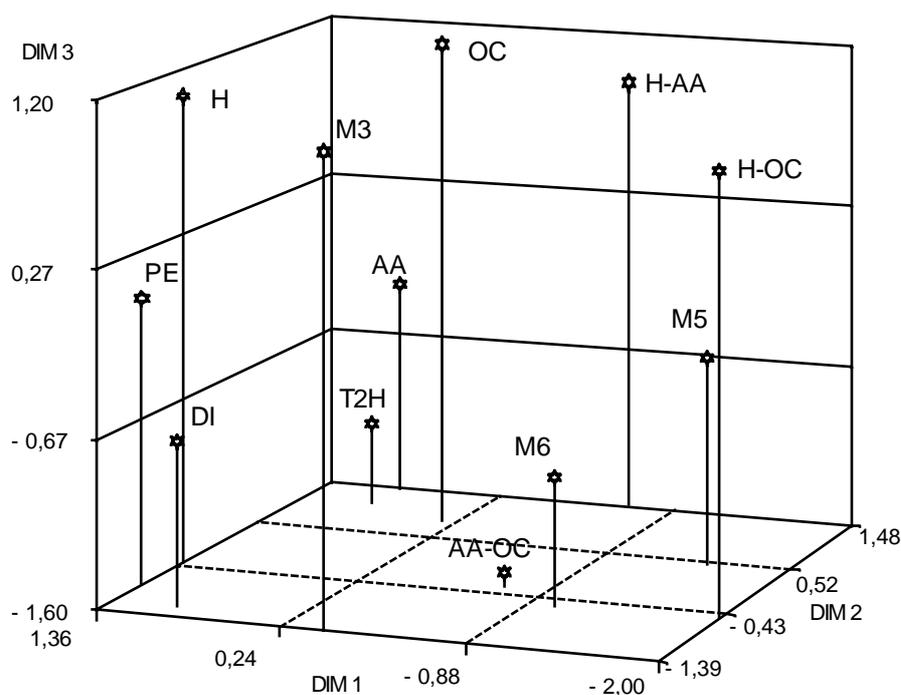


Figure III-29. Solution MDS tridimensionnelle résultant du tri selon la texture des 12 yaourts TM1 aromatisés avec un seul (H, T2H, PE, AA, OC, DI) ou un mélange des composés d'arôme (H-AA, H-OC, AA-OC, M3, M5, M6).

L'ANOVA à deux facteurs (produit, sujet) sur les notations du caractère épais confirme la différence significative entre les produits. Les yaourts aromatisés avec les composés purs sont notés plus épais que les yaourts aromatisés avec un mélange de composés d'arôme, à l'exception du mélange ternaire M3 et du yaourt AA (figure III-30).

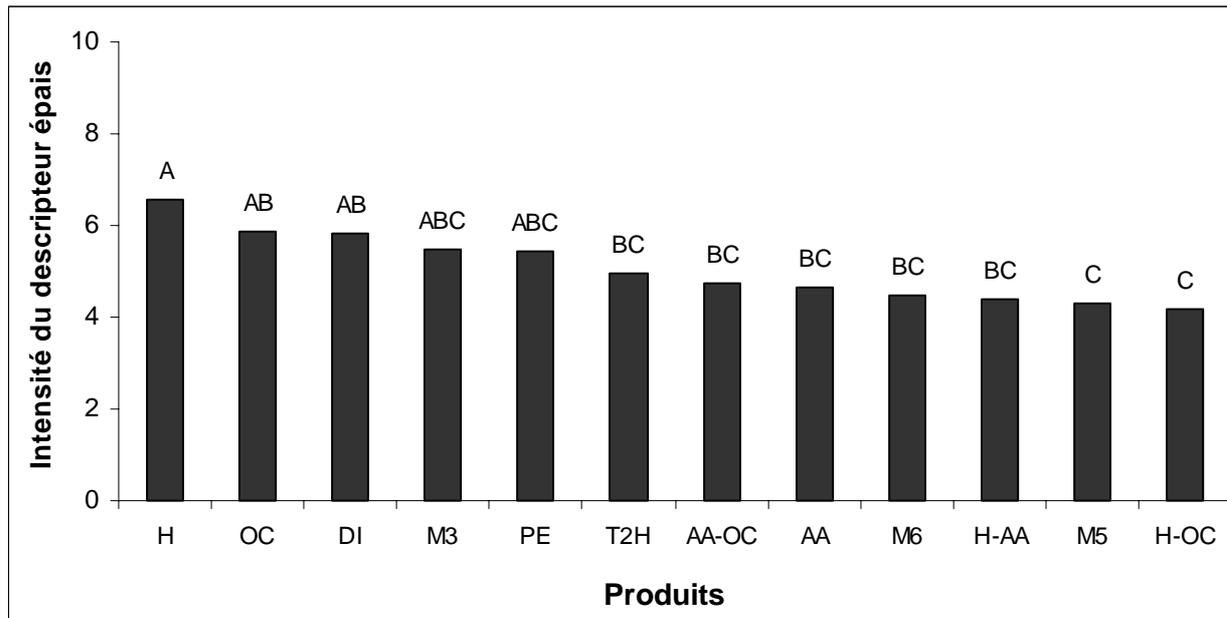


Figure III-30. Intensité moyenne du caractère épais des produits aromatisés avec les composés purs et les mélanges. Les différentes lettres (A - C) indiquent des moyennes significativement différentes à $P < 0,05$ (test SNK).

L'ensemble de ces observations montre que la méthode de tri permet de mettre en évidence un impact de la qualité et de la complexité olfactive sur la perception de la texture.

4.2.2. Profil libre choix

Les sujets utilisent de nombreux termes pour décrire la texture, l'arôme et la saveur des produits. Le nombre de descripteurs varie de huit à 21, (moyenne de 14) selon les sujets, reflétant de fortes différences interindividuelles de vocabulaire employé pour caractériser des yaourts aromatisés. Certains descripteurs ont été utilisés par l'ensemble du panel (épais, sucré, acide), tandis que d'autres tels qu'amande et noix de coco n'ont été utilisés que par trois ou quatre sujets (figure III-31).

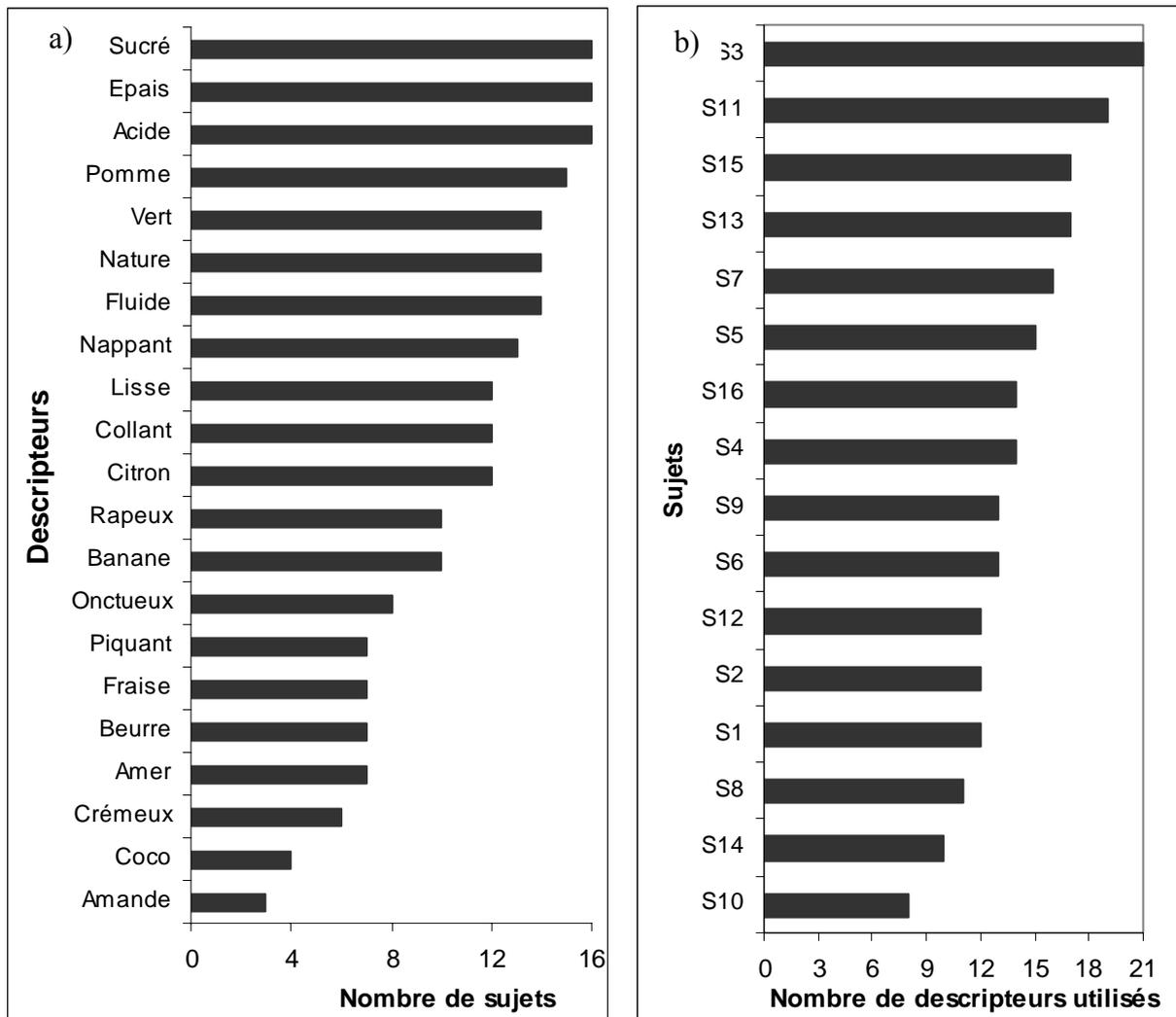


Figure III-31. a) Nombre des sujets utilisant chaque descripteur b) Nombre de descripteurs utilisés par chaque sujet pour décrire les produits.

Le profil libre choix a été utilisé comme une méthode intermédiaire entre le tri et le profil conventionnel pour générer et sélectionner les descripteurs les plus pertinents pour la caractérisation des produits. Afin de comparer les résultats avec ceux des tests de tri, l'évaluation des descripteurs de texture sera plus particulièrement discutée.

La figure III-32 présente le premier plan factoriel du consensus des produits sur les descripteurs de texture, obtenu par GPA sur les 12 yaourts. Les produits aromatisés avec les composés purs présentent des coordonnées inférieures, sur l'axe 2, aux produits aromatisés avec un mélange de composés. Les sujets non entraînés discriminent les produits selon la complexité de leur aromatisation, résultat qui confirme celui du tri. De plus, parmi les produits aromatisés avec un seul composé, ceux incluant l'hexanal et le trans-2-hexenal apparaissent très proches.

Les yaourts aromatisés avec les mélanges les plus complexes, M5 et M6, sont isolés à droite du plan factoriel.

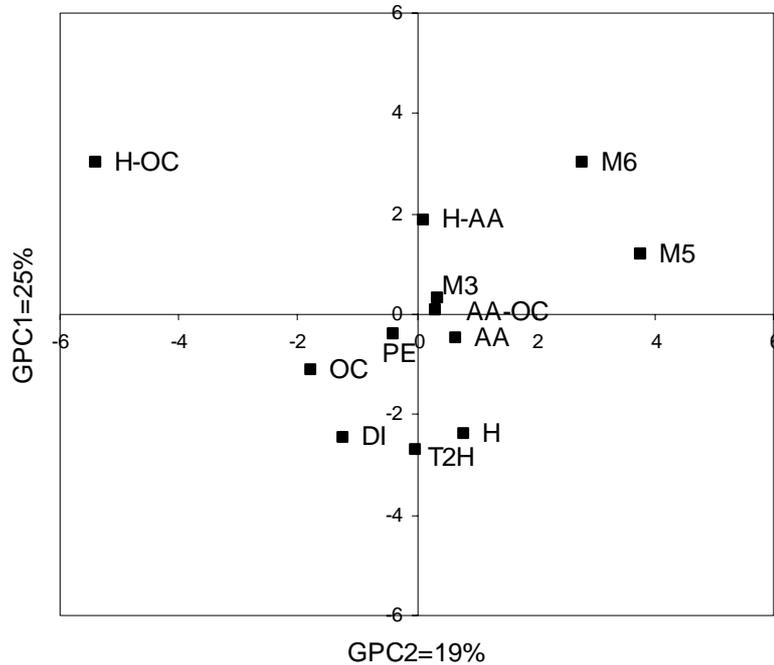


Figure III-32. Premier plan factoriel du consensus des produits de GPA effectué sur les évaluations de texture du profil libre choix des 12 yaourts.

Afin d'interpréter l'espace produit obtenu, les corrélations entre descripteurs ont été examinées. L'axe 1 apparaît positivement corrélé avec les descripteurs fluide, lisse et onctueux et négativement corrélé avec épais, crémeux et râpeux (tableau III-15). Les descripteurs corrélés positivement avec l'axe 2 sont fluide et, dans une moindre mesure, râpeux, alors que les descripteurs épais et onctueux sont négativement corrélés à cet axe pour la majorité des sujets. Par conséquent, les six produits aromatisés avec un seul composé d'arôme sont perçus comme étant plus épais, alors que ceux aromatisés avec les mélanges, et plus particulièrement M5 et M6, sont décrits comme fluides et lisses. Ces résultats confirment l'influence de la perception olfactive sur la perception de la texture.

Tableau III-15. Corrélations entre les descripteurs individuels et axes GPA

| | GPC1 | | | | GPC2 | | | |
|-----------------|----------------------------------|------------------|------------------|------------------|----------------------------------|------------------|------------------|------------------|
| | nombre ¹ de sujets | moy ² | max ³ | min ⁴ | nombre ¹ de sujets | moy ² | max ³ | min ⁴ |
| Collant | 5(-), 7(+) | -0,11 | 0,3 | -0,74 | 7(-), 5(+) | -0,09 | 0,48 | -0,56 |
| Cremeux | 7(-), 2(+) | -0,25 | 0,11 | -0,51 | 5(-), 4(+) | -0,04 | 0,53 | -0,37 |
| Epais | 10(-), 6(+) | -0,22 | 0,38 | -0,81 | 12(-), 4(+) | -0,21 | 0,28 | -0,63 |
| Fluide | 2(-), 12(+) | 0,28 | 0,73 | -0,65 | 3(-), 11(+) | 0,20 | 0,55 | -0,38 |
| Lisse | 4(-), 11(+) | 0,18 | 0,66 | -0,29 | 7(-), 8(+) | 0,09 | 0,68 | -0,64 |
| Nappant | 8(-), 7(+) | -0,02 | 0,63 | -0,59 | 7(-), 8(+) | 0,01 | 0,81 | -0,88 |
| Onctueux | 3(-), 7(+) | 0,19 | 0,68 | -0,21 | 7(-), 3(+) | -0,10 | 0,33 | -0,58 |
| Râpeux | 7(-), 3(+) | -0,16 | 0,46 | -0,74 | 3(-), 7(+) | 0,09 | 0,63 | -0,3 |

¹Nombre de sujets utilisant chaque descripteur et entre parenthèses signe de la corrélation entre le descripteur et la composante GPA.

^{2,3,4} Valeurs moyennes, maximum et minimum du coefficient de corrélation (r) entre le descripteur et la composante GPA.

4.2.3. Analyse quantitative descriptive

4.2.3.1. Capacité du panel à discriminer les produits selon les descripteurs de texture et de flaveur

a) Performances des sujets

Les tests de tri, le profil libre choix ainsi que les séances d'entraînement ont permis de déterminer un vocabulaire commun de 17 descripteurs pour caractériser les yaourts.

Les performances individuelles des sujets sont examinées par ANOVA à un facteur (produit) par sujet et par descripteur pour les 24 produits testés (12 TM1, 12 TM3).

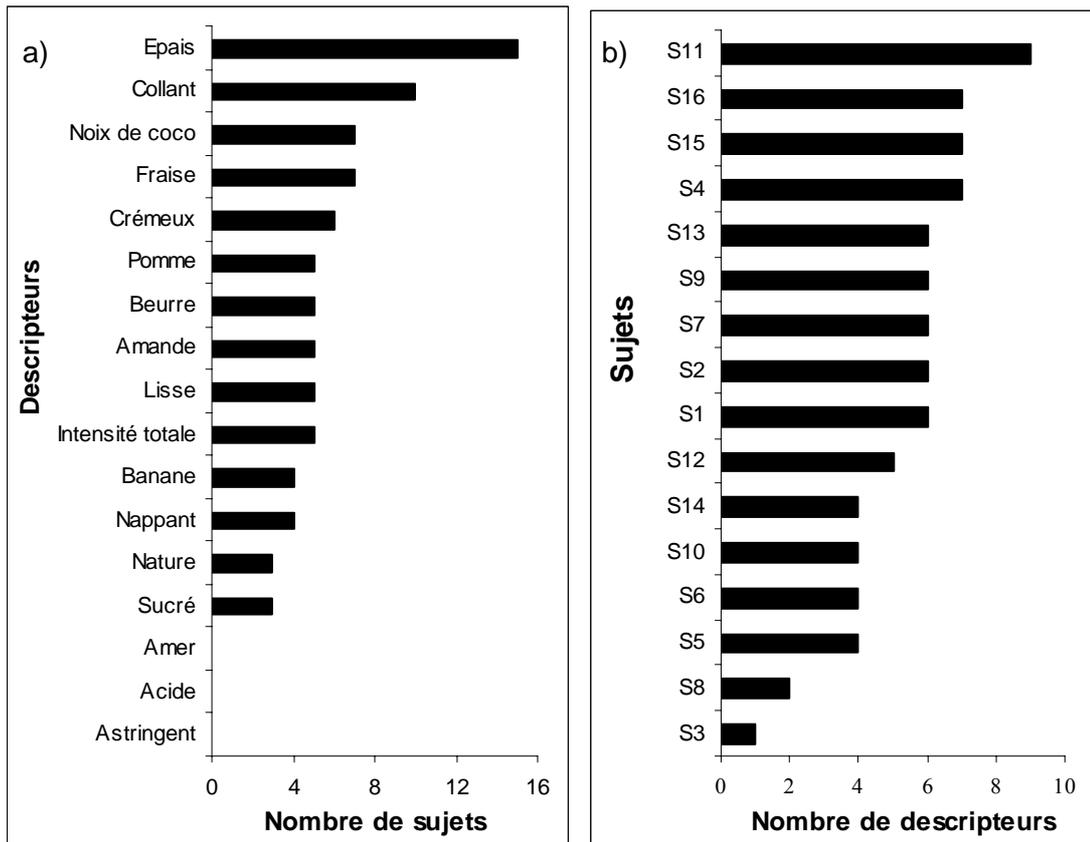


Figure III-33. a) Nombre de sujets utilisant chaque descripteur pour discriminer significativement les produits (ANOVA à un facteur $P < 0,05$). b) Nombre de descripteurs utilisés par chaque sujet pour discriminer significativement les produits (ANOVA à un facteur, $P < 0,05$).

Les sujets utilisent de manière discriminante de un à neuf descripteurs (moyenne = 5) (figure III-33). Les sujets S11, S4, S15 et S16 sont les plus discriminants. Ils discriminent significativement les produits sur plus de sept descripteurs. Certains sujets (S3, S8 et S9) ne présentent aucun descripteur d'arôme discriminant. L'entraînement a certainement été insuffisant pour ces trois sujets. Trois descripteurs ne permettent pas aux sujets de différencier les produits : astringent, acide et amer. Un entraînement effectué sur la matrice yaourt, et non sur des solutions aqueuses, aurait peut-être amélioré le pouvoir discriminant des sujets sur ces perceptions. Le descripteur épais est discriminant pour 15 sujets.

b) Performances du panel

L'ANOVA à deux facteurs (produits, sujets) sur les 24 produits met en évidence un effet sujet, rencontré également lors du premier plan d'expériences (S1). Malgré l'entraînement, les

sujets utilisent différemment l'échelle de notation. Par ailleurs, l'interaction significative (produit x sujet) pour 11 descripteurs indique des désaccords dans l'évaluation de ces descripteurs. Une illustration de ces divergences est présentée dans la figure III-34 pour le descripteur nappant.

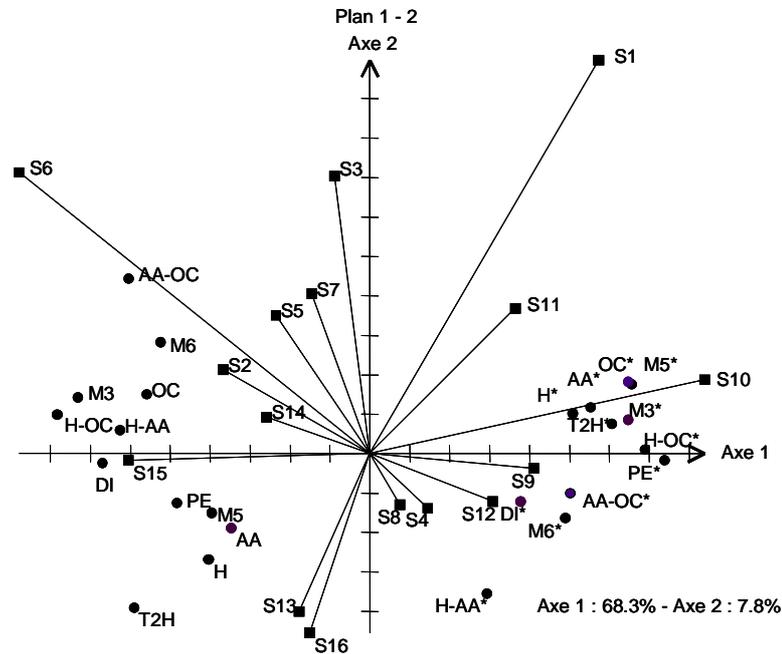


Figure III-34. ACP réalisée sur les notations du descripteur nappant pour les 24 produits (individus) par les 16 sujets (variables). Produits à texture maximum (TM1) et minimum* (TM3).

Malgré ces divergences, l'ANOVA (produit, sujet aléatoire) met en évidence un effet produit sur 14 descripteurs (tableau III-16). Seuls les descripteurs astringent, nappant et amer, pour lesquels les notes sont particulièrement faibles, ne permettent pas au panel de différencier les produits de manière significative. Ceci peut s'expliquer par un entraînement insuffisant sur ces termes ou par des faibles différences entre produits sur ces perceptions.

Tableau III-16. Valeurs de F et probabilités associées à l'ANOVA (produit, sujet) effectuée sur les notes d'intensité de 24 yaourts (12 yaourts TM1 et 12 yaourts TM3).

| Descripteurs | F produit 24 yaourts | F produit 12 yaourts TM1 | F produit 12 yaourts TM3 |
|------------------|-------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| Intensité totale | 6,11 *** | 5,48 *** | 6,53 *** |
| Astringent | 1,12 | 1,42 | 0,46 |
| Collant | 25,78 *** | 2,27 * | 0,73 |
| Crémeux | 13,49 *** | 1,12 | 0,84 |
| Épais | 72,74 *** | 5,7 *** | 2,16 * |
| Lisse | 5,52 *** | 1,09 | 1,4 |
| Nappant | 0,79 | 1,35 | 0,38 |
| Acide | 1,88 ** | 0,64 | 1,19 |
| Amer | 1,41 | 1,1 | 1,86 * |
| Sucré | 2,23 ** | 1,21 | 1,04 |
| Amande | 3,56 *** | 4,21 *** | 3,26 *** |
| Banane | 6,11 *** | 6,78 *** | 5,69 *** |
| Beurre | 8,51 *** | 12,34 *** | 5,93 *** |
| Fraise | 12,32 *** | 15,34 *** | 9,81 *** |
| Nature | 5,31 *** | 2,55 ** | 9,71 *** |
| Noix de coco | 10,18 *** | 14,76 *** | 7,37 *** |
| Pomme verte | 3,58 *** | 3,19 *** | 3,85 *** |

*P < 0,05; **P < 0,01, *** P < 0,001.

4.2.3.2. Impact du traitement mécanique sur la perception de texture

Les yaourts ayant subi un traitement mécanique faible (TM1) sont perçus significativement plus collant, plus épais, plus crémeux et moins lisses que ceux ayant subi un traitement mécanique fort (TM3) (test SNK) (figure III-35). Ces observations corroborent les résultats du premier plan d'expériences. De plus, les variations des notations moyennes entre les produits TM1 et TM3 sont du même ordre de grandeur pour les deux plans d'expériences :

- $\Delta I_{\text{Épais}} (\text{PE1}) = 81\%$ $\Delta I_{\text{Épais}} (\text{PE 2}) = 82\%$
- $\Delta I_{\text{Collant}} (\text{PE1}) = 79\%$ $\Delta I_{\text{Collant}} (\text{PE1}) = 84\%$
- $\Delta I_{\text{Lisse}} (\text{PE1}) = 34\%$ $\Delta I_{\text{Lisse}} (\text{PE1}) = 20\%$

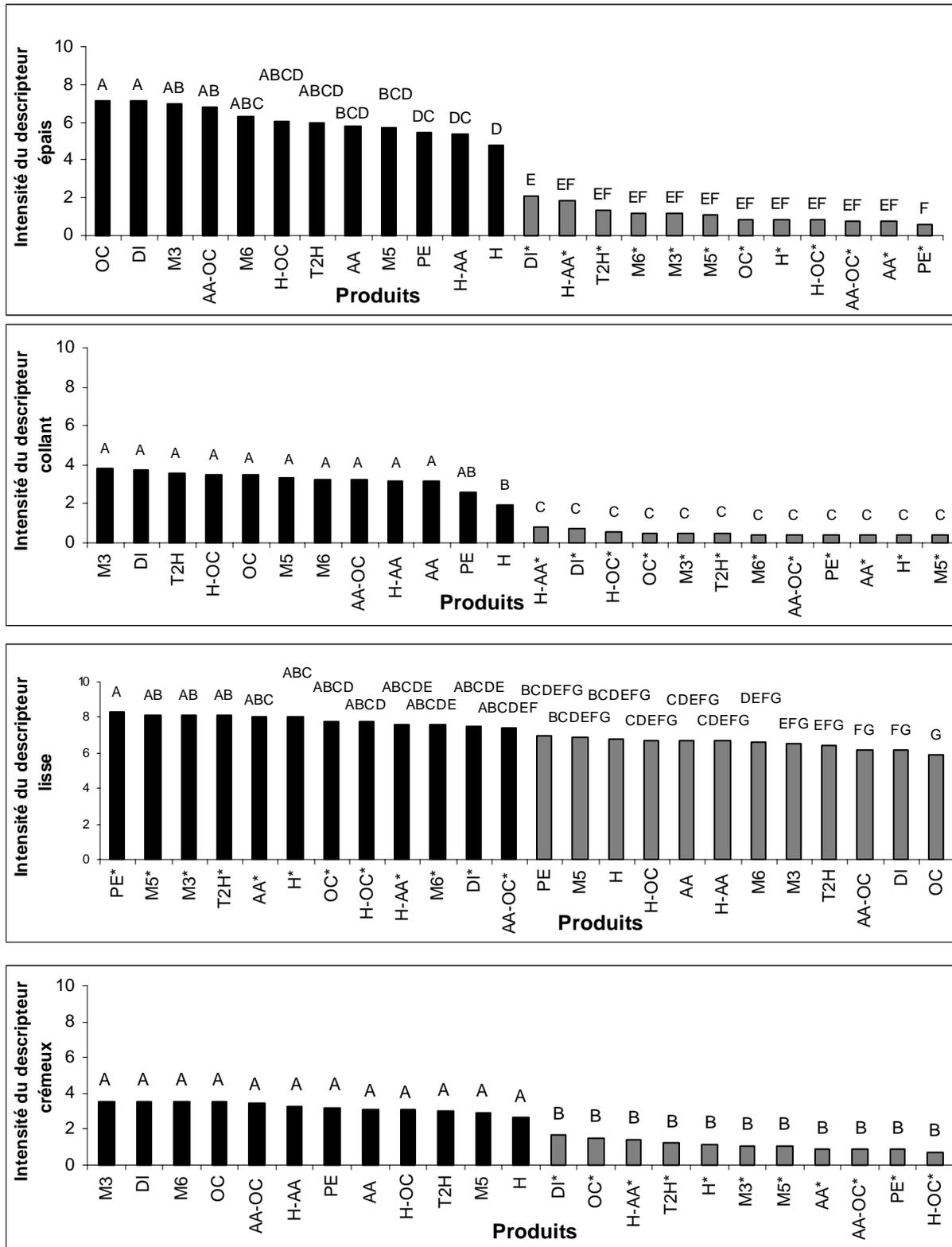


Figure III-35. Notation et résultats du test SNK des produits TM3 (*) et TM1 pour les descripteurs de texture discriminants : épais, collant, lisse et crémeux. Les différentes lettres (A-F) montrent des moyennes significativement différentes ($P < 0,05$)

Avec

$$\Delta I = \frac{I_{moy}(TM1) - I_{moy}(TM3)}{I_{max}(TM1 \text{ ou } TM3)} \times 100$$

Des corrélations significatives ($|r| > 0,82$) ont été observées entre les descripteurs de texture collant, épais, crémeux et lisse et les paramètres rhéologiques η^*_{0} et η^*_{100} . Mais, de même que lors du premier plan d'expériences, aucune corrélation positive n'a été observée entre les descripteurs de flaveur et les paramètres rhéologiques.

En conclusion, les résultats du deuxième plan d'expériences confirment ceux du premier. Le traitement mécanique induit des différences significatives pour les caractères épais, collant, crémeux et lisse.

4.2.3.3. Impact de la formule aromatique sur la perception de l'arôme

Les yaourts sont significativement différents selon toutes les notes olfactives ($P < 0,05$). D'après le test SNK, les produits aromatisés avec les mélanges les plus complexes (M5 et M6) présentent une intensité aromatique totale significativement plus élevée. Les deux produits aromatisés avec l'hexanal ou le diacétyle présentent l'intensité aromatique totale la plus faible. De plus, les produits aromatisés avec un seul composé d'arôme sont perçus significativement plus intenses sur la note aromatique associée par rapport aux produits aromatisés avec un mélange contenant ce composé d'arôme et ceux aromatisés avec d'autres composés d'arôme. La figure III-36 illustre ces observations dans le cas de la note beurre.

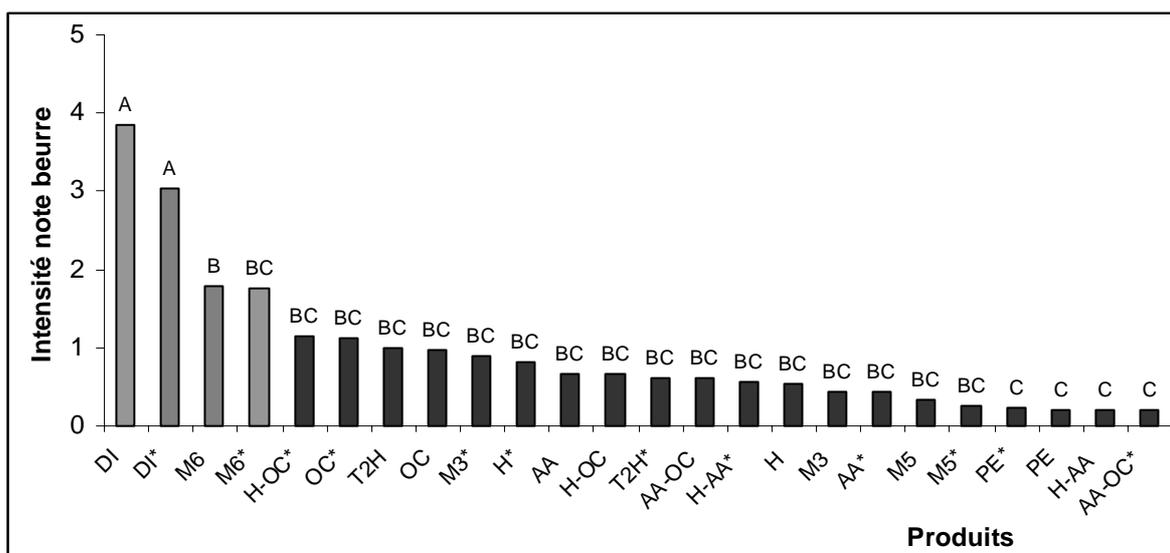


Figure III-36. Intensité moyenne de la note beurre des 24 produits (12 TM1 et 12 TM3) et résultats du test SNK. Les produits soumis à TM3 sont présentés avec le symbole *. Les différentes lettres (A - C) indiquent des moyennes significativement différentes à $P < 0,05$.

Les yaourts de traitement mécanique faible et fort, aromatisés avec le diacétyle (DI, DI*, M6 et M6*) sont perçus plus intense en note beurre que les produits aromatisés avec les autres composés d'arôme. Les yaourts aromatisés avec un mélange contenant un composé d'arôme spécifique obtiennent des notes similaires sur le descripteur associé, mais légèrement inférieures aux produits aromatisés avec le composé pur. Seuls les mélanges incluant l'hexanal font exception et sont notés plus intenses que les yaourts aromatisés avec l'hexanal seul.

De même que lors du tri, le premier plan factoriel de l'ACP réalisée sur les notes des yaourts TM1, montre que les yaourts aromatisés avec un seul composé d'arôme sont regroupés selon l'axe 1 en trois groupes : PE et AA, H et T2H et DI et OC (figure III-37).

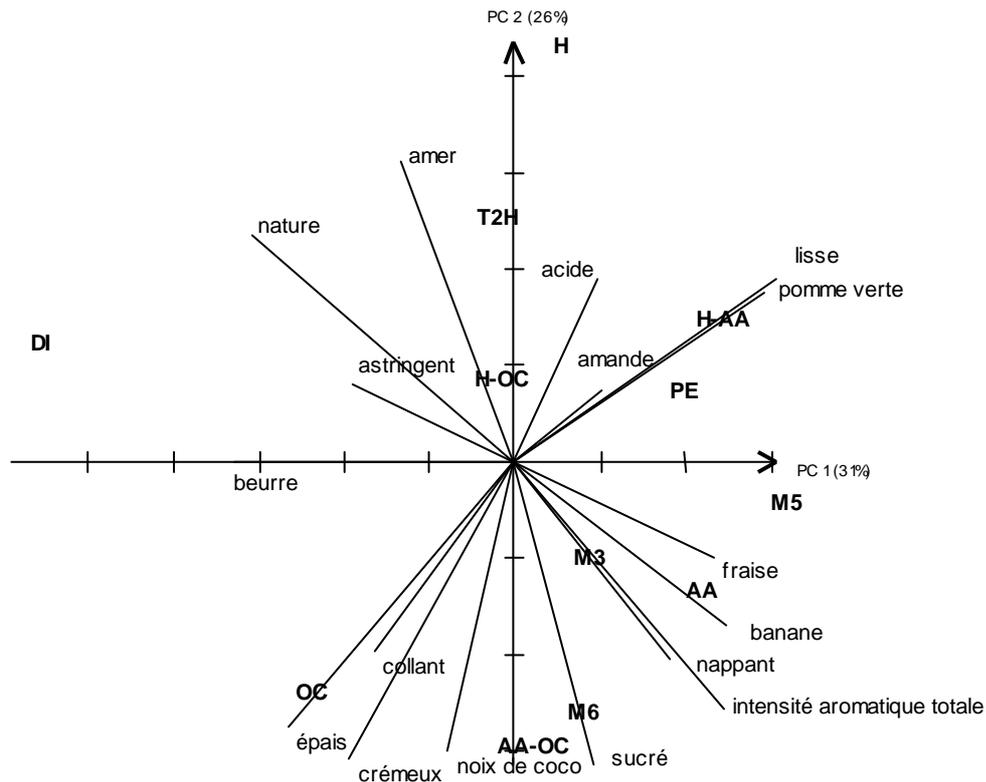


Figure III-37. Premier plan factoriel de l'ACP sur les notations du QDA des 12 produits soumis à TM1.

Mais, les yaourts aromatisés avec un mélange de composés ne se distinguent pas des yaourts aromatisés avec un seul composé. Cette observation est confirmée par l'ACP effectuée uniquement sur les descripteurs de texture. Comme le montre la figure III-37, la position des yaourts aromatisés avec un mélange binaire de composés (AA-OC, H-OC et H-AA) est intermédiaire aux positions des yaourts aromatisés avec les composés purs. Ce phénomène est aussi observé pour le mélange ternaire M3 qui est localisé dans le triangle composé par ses composants (H, AA et OC), avec cependant une dominance de la note banane conférée par AA.

Bien que les résultats soient moins marqués, l'ACP effectuée sur les résultats du profil concernant les yaourts TM3 montre que les mélanges binaires occupent toujours une position intermédiaire entre leurs composants (figure III-38).

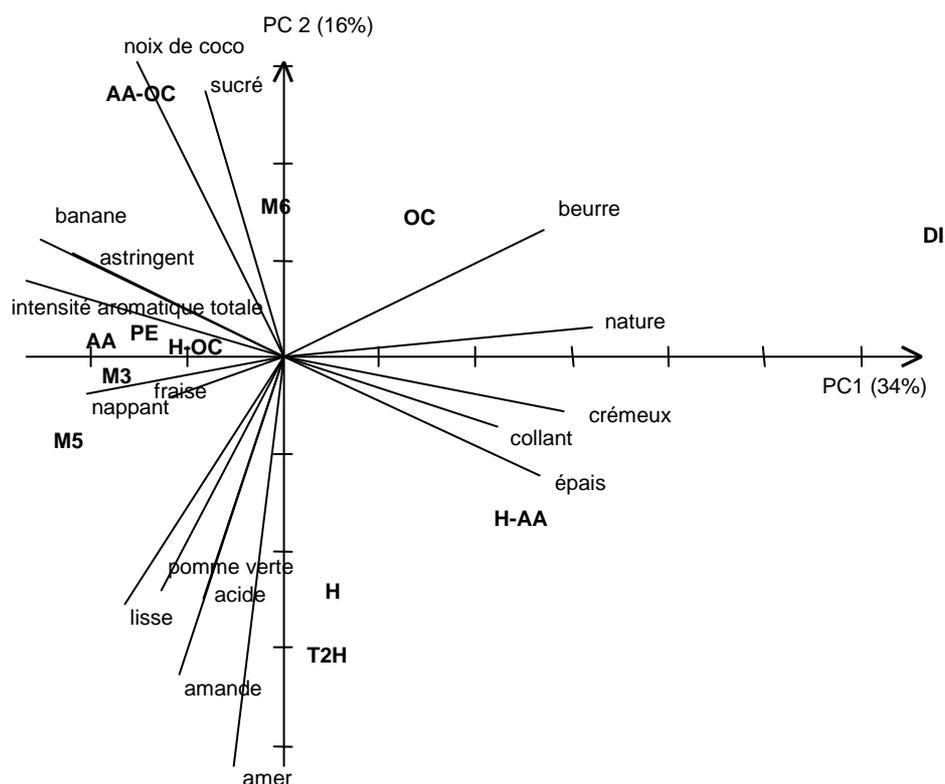


Figure III-38. Premier plan factoriel de l'ACP sur les notations de l'analyse descriptive des 12 produits TM3.

4.2.3.4. Interactions texture-flaveur

4.2.3.4.1. Impact de la texture sur la perception de la flaveur

Les yaourts de différentes propriétés rhéologiques (TM1 et TM3) sont différenciés selon leurs caractères acide et sucré. D'après le test SNK, les yaourts TM1 sont, dans l'ensemble, perçus moins sucrés (figure III-39), mais plus acides que les produits TM3 (figure III-40).

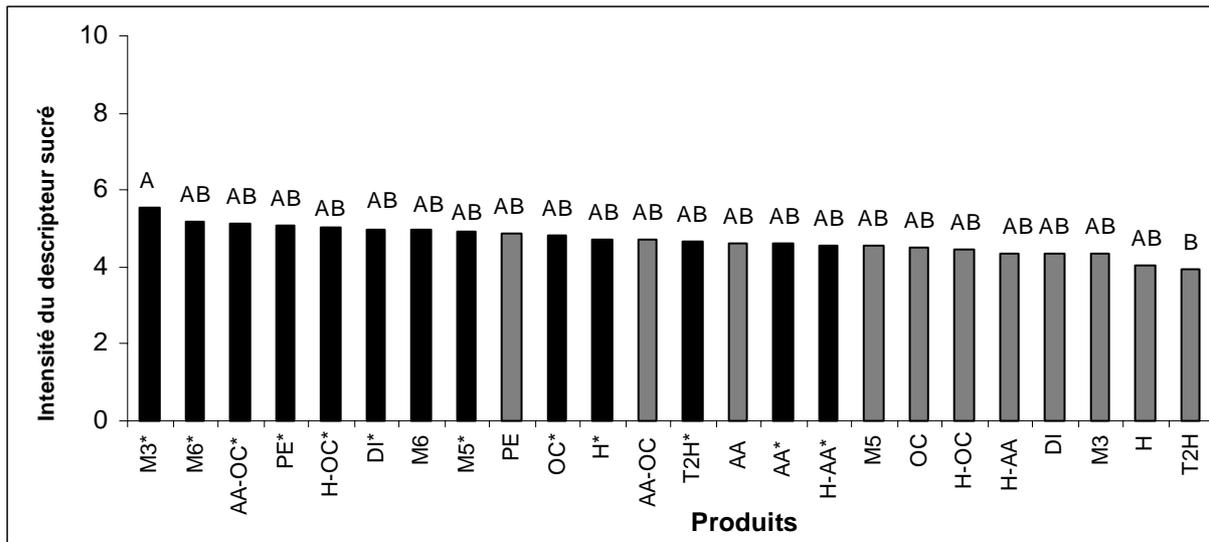


Figure III-39. Notation et résultats du test SNK des produits TM3 (*) et TM1 pour la saveur sucrée. Les différentes lettres (A-B) montrent des moyennes significativement différentes (SNK).

Quant au descripteur acide, les sujets ont pu opposer la perception de l'acidité à celle du sucré. Bien que les pH des produits soient similaires, les sujets perçoivent les produits les plus épais comme étant moins sucrés, et par opposition, plus acides.

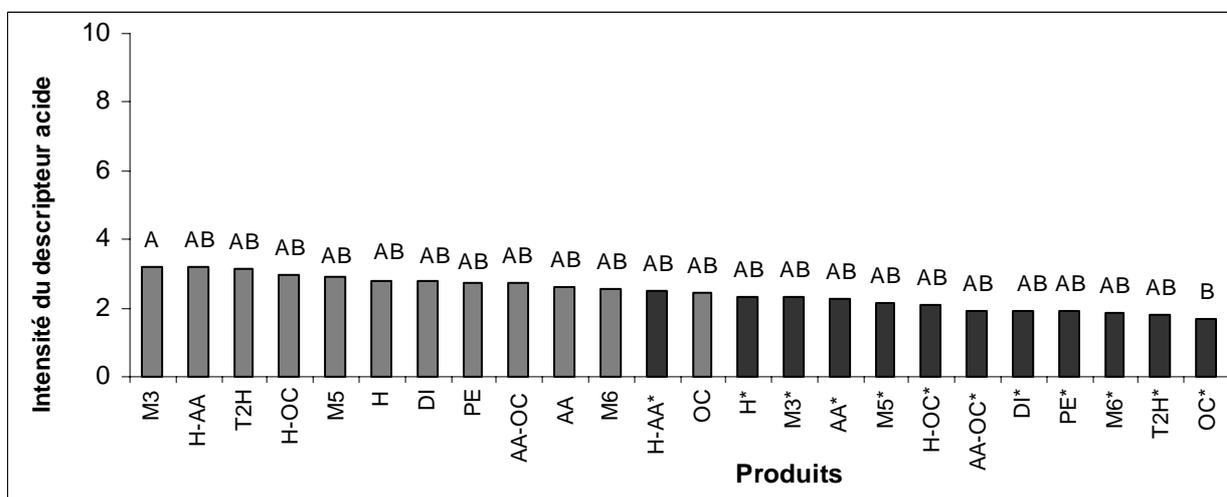


Figure III-40. Notation et résultats du test SNK des produits TM3 (*) et TM1 pour la saveur acide. Les différentes lettres (A-B) montrent des moyennes significativement différentes (SNK).

En revanche, les produits ne sont pas discriminés selon les descripteurs d'arôme. Ainsi, de même que lors du premier plan d'expériences, aucun impact du traitement mécanique n'apparaît.

4.2.3.4.2. Impact de la qualité et de la complexité de l'aromatisation sur les perceptions de saveur et de texture

Afin de comparer les résultats de l'analyse descriptive avec ceux du tri et du profil libre choix, les évaluations des produits sont exploitées par niveau de texture minimum (TM3) et maximum (TM1).

Le premier plan factoriel de l'ACP réalisée sur les notes des yaourts TM1 montre que les produits aromatisés avec DI, OC, AA-OC et M6 sont perçus épais, collant et crémeux, contrairement aux produits aromatisés avec H et T2H caractérisés par leur amertume (figure III-37). Le test SNK confirme que les yaourts aromatisés avec DI et OC sont notés significativement plus épais que celui contenant H. Par ailleurs, les produits H-AA et PE sont notés plus lisses. Le produit AA et, dans une moindre mesure, M3 sont caractérisés comme étant les plus nappants. L'examen des corrélations entre descripteurs correspondants à différentes modalités sensorielles montre que les plus fortes corrélations entre les descripteurs de texture et d'arôme sont : pomme verte-lisse ($r = 0,74$) et pomme verte-épais ($r = - 0,68$). Les plus fortes corrélations entre les descripteurs d'arôme et de saveur sont : fraise - sucré ($r = 0,62$) et pomme verte-acide ($r = 0,61$). Ces résultats confirment les résultats du premier plan d'expériences et suggèrent des interactions supplémentaires entre arôme et saveur.

L'ACP effectuée sur les résultats du profil concernant les yaourts TM3 permet d'examiner si les interactions observées précédemment peuvent être généralisées à des produits de propriétés rhéologiques différentes (figure III-38).

Les yaourts aromatisés avec T2H et H sont à nouveau caractérisés par leur amertume, mais également par leur caractère lisse. De même que pour les yaourts TM1, les produits aromatisés avec AA et M3 apparaissent nappant. Mais les produits H-AA et DI sont perçus comme étant les plus épais, résultat confirmé par le test SNK.

Les corrélations les plus élevées entre modalités sensorielles apparaissent entre beurre et crémeux ($r = 0,62$), beurre et épais ($r = 0,60$), pomme verte et acide ($r = 0,63$) et amande et amer ($r = 0,79$).

En conclusion, les résultats du profil du deuxième plan d'expériences (S2) révèlent **des interactions texture-arôme** et confirment certaines observations du premier profil (S1). De même que pour les tests de tri ou de profil libre choix, ces résultats mettent en évidence une

influence de la qualité d'arôme sur la perception de la texture. Les produits aromatisés avec le diacétyl et la γ -octalactone, qui induisent les notes beurre et noix de coco, apparaissent plus épais et plus collants. Les produits aromatisés avec l'hexanal et le trans-2-hexenal, associés aux notes pomme verte et amande, sont jugés plutôt lisses et fluides. De plus, des corrélations sont observées entre le caractère épais des produits et la note beurre ainsi qu'entre la texture lisse et la note pomme verte. Cependant, ce phénomène de congruence (Schifferstein, 1996) semble dépendre de la viscosité du produit. La corrélation entre beurre et épais apparaît plus élevée pour les produits TM3 ($r = 0,60$) par rapport aux produits TM1 ($r = 0,51$). La note beurre semble renforcer la perception du caractère épais, plus particulièrement pour les produits à viscosité plus faible. De même, les corrélations positives entre pomme verte et lisse et négatives entre pomme verte et épais sont plus élevées (en valeur absolue) pour les produits TM1.

Le profil a permis d'observer également *des interactions arôme-saveur*. Les yaourts de même composition en acides et de même pH sont perçus plus acides quand ils sont aromatisés avec la note pomme verte (hexanal), confirmant les résultats du premier plan d'expériences (S1).

De plus, *la qualité de la perception olfactive* apparaît conditionnée par la complexité de l'aromatisation. Les produits aromatisés avec les mélanges binaires sont considérés comme des intermédiaires entre leurs constituants. Ces résultats confirment ceux de Moskowitz (1976) qui a montré que la qualité de mélanges d'odeurs est intermédiaire à la qualité de leurs composants. Cependant, dans les mélanges d'ordre trois ou plus, Moskowitz (1976) a également observé un effet suppresseur de certains composés sur la qualité des autres constituants, souvent à un degré considérable. Dans le cadre de ce travail, les mélanges complexes de cinq ou six composés représentent des notes dominantes : noix de coco pour M5 et fraise pour M6. Par ailleurs, la formule aromatique utilisée lors du premier plan d'expériences (S1) présente une note dominante verte. Les différentes notes dominantes de M5 (2^{ème} plan) et de la formule aromatique constituée de cinq composés d'arôme (1^{er} plan) suggèrent une dépendance de la proportion entre composés du mélange.

Enfin, la complexité de l'aromatisation paraît également influencer la perception de la texture. Les yaourts aromatisés avec un seul composé d'arôme sont perçus plus épais que les yaourts aromatisés avec un mélange de composés. Une diminution de l'intensité du caractère

épais lors de l'augmentation de la concentration en formule aromatique a été également observée lors du premier plan d'expériences sensorielles.

4.2.4. Quelle méthode sensorielle pour examiner les interactions texture/flaveur ?

Les résultats de la méthode de tri montrent que des sujets non entraînés sont capables de discriminer sur des critères de texture, des produits de viscosité identique, mais de nature et de complexité aromatiques différentes. Ces observations suggèrent l'existence d'interactions sensorielles et plus particulièrement l'influence de la perception aromatique sur celle de texture.

Les procédures de tri ont été largement utilisées pour explorer des similarités entre produits aux caractéristiques olfactives différentes : composés volatils en solution modèle (Lawless, 1989 ; McRae *et al.*, 1990 ; McRae *et al.*, 1992 ; Heymann, 1994), arômes dans eaux plates (Falahee et Macrae, 1995) et bières (Chollet et Valentin, 2001). Cependant, à notre connaissance, seul Lawless *et al.* (1995) et Tang et Heymann (1999) rapportent l'importance de dimensions de texture pour interpréter les configurations MDS des données de tri sur des fromages et des confitures (jelly).

Lors du tri effectué dans notre étude, l'attention des sujets était focalisée sur la perception de la texture. De plus, une description des produits était demandée afin de faciliter l'interprétation des configurations MDS. Des différences de description sont observées entre sujets, comme c'est habituellement le cas avec des sujets non entraînés (Chollet et Valentin, 2001). Malgré cela, un certain consensus dans la description permet de mettre en évidence l'influence de l'aromatisation du produit sur la perception de la texture, et ceci avec des sujets non avertis. Il révèle plus particulièrement la diminution du caractère épais perçu, quand le nombre de composés d'arôme augmente. De plus, cette information confirme en partie le fait que les sujets ont bien compris la tâche demandée et se sont focalisés sur les perceptions de texture. En effet, le positionnement différent des produits aromatisés avec les mélanges de composés lors des procédures de tri et de QDA suggère que les sujets ne se sont pas basés sur la perception aromatique lors du tri. Par ailleurs, la canalisation de l'attention du sujet sur une modalité sensorielle spécifique peut limiter la variabilité interindividuelle inhérente à toute procédure de tri, les sujets pouvant se baser sur des caractéristiques sensorielles très différentes lors de l'appréciation des similitudes / différences entre produits complexes.

Globalement, le profil libre choix rapporte des informations très similaires au test de tri. En accord avec les conclusions de Tang et Heymann (1999), quand un panel non entraîné évalue des produits complexes, les mêmes informations peuvent être extraites des deux méthodes, malgré leurs différences conceptuelles. Initialement le profil libre choix a été appliqué pour examiner des différences d'apparence et de flaveur de vins et de cafés (Williams et Langron, 1984 ; Williams et Arnold, 1985). Ensuite des études ont montré l'avantage de l'utilisation du profil libre choix pour évaluer des différences de texture entre produits (Marshall et Kirby, 1988 ; Raats et Shepherd, 1992 ; Jack *et al.*, 1993 ; Tang et Heymann, 1999). Mais les produits testés par ces auteurs étaient de textures très différentes. Notre étude illustre l'aptitude du profil libre choix à révéler des différences fines de texture entre produits. Cependant, pour une interprétation plus détaillée des résultats, la QDA paraît plus adaptée. En effet, l'interprétation des axes de la GPA à partir de leurs corrélations avec les descripteurs individuels est délicate (Lachnit *et al.*, 2003). Enfin, l'utilisation du profil libre choix s'est avérée très utile pour la génération de vocabulaire et la familiarisation des sujets avec les échelles de notation, en vue de réaliser la QDA.

L'analyse quantitative descriptive est sûrement une des méthodes les plus fréquemment utilisées, fournissant des informations plus détaillées sur les propriétés sensorielles. Cependant certains aspects de la méthodologie descriptive méritent discussion. Dans ce travail, la QDA a permis d'obtenir des informations exhaustives sur les interactions texture-flaveur, englobant les interactions arôme-texture, saveur-texture et arôme-saveur. Mais, contrairement aux résultats du tri et du profil libre choix, la QDA ne conduit pas à une différenciation des produits selon la complexité de l'aromatisation. Ce résultat suggère que la QDA, qui "dissèque" la perception sensorielle en descripteurs indépendants, ne révèle pas les mêmes informations que des procédures sensorielles plus synthétiques telles que le tri. Cette constatation rejoint celle de Chauhan et Harper (1986) qui mentionnent que le profil de différents éléments sensoriels ne reflète pas forcément la même information que l'expérience spontanée, originelle. Lawless (1999), s'interrogeant sur la validité de l'analyse descriptive d'odeurs complexes, suggère que la question majeure concerne la perception de stimuli olfactifs complexes comme "unitary or analyzable percepts" (percepts synthétiques ou analytiques). Bien que traitant des interactions olfaction-saveur, les réflexions de Prescott (1999) suggèrent l'intégration de différentes informations sensorielles (perçues par différents sens) en un "tout", soit une perception dite holistique ("whole percept"). Par extension, les perceptions de flaveur et de texture

concomitantes lors de la consommation d'un produit alimentaire, pourraient être traitées par notre système sensoriel comme expérience sensorielle unique. Dans ce cas, la part respective de chaque modalité sensorielle sur la perception globale semble difficile à évaluer. La nature analytique ou synthétique de la procédure sensorielle utilisée pourrait donc déterminer la nature de l'information obtenue.

En conclusion, les différentes méthodologies et tout particulièrement le tri et le QDA fournissent des informations complémentaires, très utiles pour révéler les interactions entre modalités sensorielles dans un produit complexe. En plus des considérations de temps et de coût, le choix de la procédure dépend de l'objectif de l'étude. La procédure de tri s'avère intéressante pour refléter les interactions texture-flaveur induisant la réponse globale du consommateur envers des produits complexes.

5. DISCUSSION GENERALE : QUELLE EST LA NATURE DES INTERACTIONS TEXTURE-FLAVEUR OBSERVEES, PHYSICO-CHEMIE ET/OU SENSORIELLE ?

Les analyses effectuées lors des deux plans d'expériences sensorielles ont montré :

- un effet des facteurs modifiant les propriétés rhéologiques et la texture sur la perception de la saveur ;
- un effet de l'aromatization ou de la perception olfactive sur la texture.

Ces interactions texture-saveur peuvent être de nature physico-chimique, sensorielle ou résulter d'une combinaison des deux types de mécanismes. Pour mieux comprendre leurs rôles respectifs, toutes les interactions observées ont été répertoriées et des explications basées sur la double approche physico-chimiques et sensorielle ainsi que sur les données de la littérature seront proposées.

a) Impact de la perception aromatique sur la perception de la texture

Les profils sensoriels des deux plans d'expériences ont permis d'établir les conclusions suivantes, qui sont donc analysées pas à pas dans ce sous-chapitre de discussion conclusive.

La perception olfactive induit des changements dans la perception du caractère astringent des yaourts (plan d'expériences S1). Les produits ont été perçus plus astringents en présence de la perception olfactive. Ce résultat pourrait s'expliquer par un phénomène de congruence, consistant en l'association cognitive de deux modalités sensorielles (Schiffstein, 1996). Ainsi, lorsque les sujets perçoivent certaines caractéristiques olfactives telles que la pomme verte, ils pourraient associer cette perception à l'astringence du fruit insuffisamment mûr et noter plus fortement ce critère. Un effet exhausteur de molécules sapides (acide) sur certaines perceptions fruitées (Bonnans et Noble, 1993 ; Kuo *et al.*, 1993 ; Guinard *et al.*, 1997) a été souligné dans la littérature mais, à notre connaissance, aucun auteur n'a mentionné d'effet de congruence entre perceptions d'arôme et de texture.

La concentration en formule aromatique (plan d'expériences S1) ou sa complexité chimique (plan d'expériences S2) affectent la perception du descripteur épais.

En général, les produits les plus aromatisés ont été perçus les moins épais (plan d'expériences S1). L'augmentation de la concentration de la formule aromatique a entraîné une diminution significative de l'intensité du descripteur épais, évalué sans pince nez, pour les produits correspondant aux combinaisons épaississant/traitement mécanique 01x et 13x (x = 1,2,3 ou 4, correspondant au niveau de la concentration en formule aromatique).

De même, le deuxième plan d'expériences sensorielles (S2) a montré que les yaourts aromatisés avec les mélanges les plus complexes étaient notés moins épais, alors que les viscosités des produits étaient identiques.

Différentes hypothèses peuvent être émises pour expliquer la diminution de la perception du caractère épais des yaourts les plus aromatisés ou aromatisés avec les mélanges les plus complexes. Les mesures instrumentales de la viscosité complexe des yaourts ne révélant aucun effet significatif de la concentration en composés d'arôme sur les propriétés rhéologiques des produits, l'hypothèse d'un mécanisme de type physico-chimique paraît peu probante. Ces résultats suggèrent tout d'abord un impact de la perception olfactive sur la perception de la texture. Mais cet effet pourrait également être induit par une modification de la manipulation des produits en bouche, lorsque la perception olfactive est modifiée. En effet, lorsque la perception olfactive est intense ou complexe, les sujets pourraient manipuler plus en bouche les produits. Par conséquent, ces derniers deviennent plus liquides et sont donc notés moins épais.

Les auteurs qui ont examiné les interactions arôme/texture rapportent quant à eux des conclusions contrastées. Pangborn et Szczesniak (1974) ont montré une diminution de la viscosité mesurée et perçue de solutions d'hydrocolloïdes, en présence d'un des composés d'arôme utilisé, l'acide butyrique. Jaime *et al.* (1993) observent peu d'influence de la nature et de la concentration en composé d'arôme sur la perception de la texture de desserts de gélatine. Cayot *et al.* (1998) rapportent une tendance de l'acétate d'isoamyle présent à 350 ppm dans des gels d'amidon à augmenter la fermeté mesurée instrumentalement dans des gels d'amidon, mais aucune différence de perception n'est observée. Enfin, dans des yaourts formulés avec deux types d'amidons de blé et trois arômes différents, Brennan *et al.* (2002) n'observent aucun impact de la perception olfactive sur la perception de la texture. Ainsi, il apparaît que les interactions texture-flaveur reportées dans la littérature soient très dépendantes de la nature du composé d'arôme et de la nature de l'agent de texture étudié.

Les tests de tri et le profil (plan d'expériences S2) ont révélé quant à eux *un impact de la note aromatique sur la perception de la texture*. Les yaourts de mêmes propriétés rhéologiques étaient perçus plus épais quand ils étaient aromatisés avec la γ -octalactone et le diacétyle, associés respectivement aux notes noix de coco et beurre, et plus liquides quand ils étaient aromatisés avec l'hexanal et le trans-2-hexenal, associés aux notes vertes. De plus, des corrélations significatives ont été observées entre les descripteurs épais et beurre, d'une part et lisse et pomme verte d'autre part. A nouveau, des phénomènes de congruence peuvent être à l'origine de ces observations. Mais ces derniers semblent dépendants de la texture. La corrélation entre la note beurre et le descripteur épais est plus forte pour les yaourts ayant subi un traitement mécanique fort ($r = 0,60$) que pour ceux avec traitement mécanique faible ($r = 0,51$). Ainsi, la note beurre semble accroître particulièrement le caractère épais des yaourts de plus faible viscosité. De plus, la corrélation positive entre la note pomme verte et le descripteur lisse et la corrélation négative entre pomme verte et épais sont toutes les deux supérieures pour les yaourts les plus visqueux.

Par ailleurs, une corrélation significative entre la note beurre et le descripteur crémeux ($r = 0,62$) est observée (plan d'expériences S2). Le descripteur crémeux a été décrit dans la littérature comme un descripteur complexe, dépendant des caractéristiques de texture et d'arôme (Kilcast et Clegg, 2002). Lors de ce travail, ce descripteur n'a pas été précisément défini, faute de difficultés à obtenir un consensus pendant l'entraînement du panel. Cependant, il a été classé dans les descripteurs de texture. Une régression pas à pas entre le terme crémeux et la totalité des descripteurs utilisés pour décrire les 24 produits du plan d'expérience S2 révèle trois prédictifs significatifs, épais, lisse et nappant, selon la relation :

$$\text{Crémeux} = 0,29 * \text{épais} - 0,29 * \text{lisse} + 0,22 * \text{nappant} + 2,15 \quad (P < 0,10)$$

Ce résultat indique que le descripteur crémeux est utilisé par les sujets, avant tout, pour caractériser la texture. Cette observation confirme les conclusions de Kokini (1987) qui a montré que le crémeux peut être, en effet, estimé à partir des notes des descripteurs épais et lisse.

b) Impact de la perception de texture sur la perception de la flaveur

La concentration en épaississant est une source de variation de la perception de la note pomme verte des produits (plan d'expériences S1). Les yaourts épaissis ont été notés moins intenses en note pomme verte que ceux sans épaississant. Or, la concentration en épaississant entraîne une diminution très faible du coefficient de partage gaz/yaourt à l'équilibre, de l'ordre de 5%. Cette réduction correspond à une diminution de la concentration de l'espace de tête de

$0,3 \times 10^{-3}$ ppm, qui, très probablement, n'est pas perceptible par les sujets. La modification de la diffusivité de l'hexanal en présence de l'épaississant pourrait être une autre explication de la diminution de la perception de la note pomme verte. Mais les expérimentations conduites pour étudier la libération de l'hexanal dans les différents yaourts n'ont pas montré de différences significatives sur la diffusivité de l'hexanal dans les yaourts "épais" ou "fluide". Par conséquent, ni les phénomènes de rétention dus à des interactions spécifiques entre l'épaississant et l'hexanal, ni les phénomènes de transfert de l'hexanal ne permettent d'interpréter le résultat obtenu en analyse sensorielle. De même, les facteurs physiologiques tels que la température de la bouche ou le flux salivaire ne semblent pas fournir des sources d'explications. En effet, nous avons montré que l'élévation de la température du produit en bouche est indépendante des propriétés rhéologiques des yaourts. Par ailleurs, le flux salivaire, mais également la quantité prise par les sujets, sont plus importants dans le cas d'un yaourt épais. Par conséquent, la dilution due à la salive serait similaire pour tous les yaourts quel que soit leur comportement rhéologique. Ainsi, bien que les compositions en épaississant des yaourts étudiés soient différentes, l'impact des facteurs physiologiques tels que le flux salivaire ou la température du produit dans la bouche paraît similaire, pour une même personne. En revanche, d'autres paramètres physiologiques tels que la surface d'échange dans la bouche pourrait être incriminés. On pourrait penser qu'un yaourt plus liquide s'étalerait plus dans la bouche. Par conséquent, la surface d'échange et donc la quantité de stimulus olfactif serait plus élevée.

Des facteurs physiologiques (surface d'échange dans la bouche) et/ou des interactions sensorielles pourrait donc être à l'origine des effets de la texture sur la flaveur.

Dans la littérature, plusieurs auteurs concluent que l'effet de l'épaississant sur la perception olfactive retronasale est dépendant du type d'épaississant (Pangborn et Szczesniak, 1974 ; Guinard et Marty, 1995 ; Yven *et al.*, 1998 ; Cayot *et al.*, 1998) et du composé d'arôme (Pangborn et Szczesniak, 1974 ; Yven *et al.*, 1998) en suggérant des interprétations de nature physico-chimique. En revanche, des études plus récentes appuient l'hypothèse d'interactions sensorielles. Ainsi, les concentrations en composés d'arôme dans la cavité nasale, lors de la consommation de gels des protéines du lactosérum (Weel *et al.*, 2002), de solutions de gomme de guar (Cook *et al.*, 2003) et de HPMC (Cook *et al.*, 2003 ; Hollowood *et al.*, 2002) ne semblent pas être affectées par la concentration en agent de texture. Or, l'intensité de la perception olfactive retronasale, des gels ou des solutions, diminue avec la présence des agents de texture à des concentrations supérieures à la valeur critique c^* (Weel *et al.*, 2002 ; Hollowood *et al.*,

2002 ; Cook *et al.*, 2003). Par conséquent Weel *et al.* (2002) et Cook *et al.* (2003) concluent que la perception de l'arôme est déterminée par la perception de la texture, mais ces auteurs n'ont toutefois pas réalisé une évaluation des descripteurs de texture pour appuyer leur hypothèse. Hollowood *et al.* (2002) émettent l'hypothèse que la diminution de la perception olfactive est due à des interactions entre l'arôme et la saveur. En effet, ces auteurs observent que pour chaque concentration en épaississant, la perception olfactive suit la concentration en sucres. Or, comme la concentration en composés d'arôme dans la cavité nasale, lors de la consommation des matrices, ne varie pas avec la concentration en épaississant ou en sucres, les résultats obtenus suggèrent des interactions sensorielles arôme-saveur.

Des hypothèses similaires semblent très concevables pour expliquer la diminution de la perception de la note pomme verte des yaourts sucrés et épaissis.

Les facteurs de variation des propriétés rhéologiques ont un impact significatif sur la perception des saveurs sucrée et acide.

Lors du deuxième plan d'expériences (S2), dans l'ensemble, les yaourts plus visqueux sont perçus moins sucrés.

La suppression de la perception sucrée, quand la viscosité complexe des yaourts augmente, corrobore les résultats de la littérature concernant des systèmes modèles, gels ou solutions aqueuses sucrés et épaissies (Moskowitz et Arabie, 1970 ; Arabie et Moskowitz, 1971 ; Baines et Morris, 1987 ; Hollowood *et al.*, 2002 ; Cook *et al.*, 2003).

Différentes interprétations ont été formulées. La majorité des auteurs suggèrent des phénomènes de transfert impliquant directement la diffusion des composés d'arôme dans les matrices épaissies ou intégrant l'impact de la mobilité de l'eau. La première hypothèse, postulée par de nombreux auteurs, concerne un transfert moins rapide des molécules sapides dans les matrices épaissies vers la surface et donc vers les papilles gustatives. Certains auteurs se contentent de proposer des fonctions psychophysiques. Moskowitz et Arabie (1970) et Arabie et Moskowitz (1971) concluent à une relation (puissance) entre l'intensité sapide et l'inverse de la viscosité apparente des solutions. Izutsu *et al.* (1981) ont montré que l'intensité sucrée ne dépend pas uniquement de la viscosité de la matrice mais également de la concentration en sucre. En revanche, Baines et Morris (1987) suggèrent que la perception sucrée diminue en fonction de la viscosité, mais pour des concentrations supérieures à c^* . Cependant, ces auteurs n'ont pas

effectué de mesures des coefficients de diffusion des molécules sapides en parallèle des analyses sensorielles, ce qui permettrait d'appuyer leur hypothèse sur la modification des transferts de matière. Kokini (1985 ; 1987) propose un modèle de transfert qui prédit le flux des molécules sapides vers les papilles gustatives en fonction du coefficient de diffusion, postulant que c'est l'étape limitante de la perception gustative. L'autre hypothèse explicative, soulignant le rôle des mécanismes de transfert, est avancée par Mathlouthi *et al.* (Mathlouthi, 1984 ; Mathlouthi *et al.*, 1986 ; Mathlouthi et Seuvre, 1988). La concentration en épaississant, réduisant la mobilité de l'eau, ralentirait indirectement le transfert des molécules sapides et limiterait leur détection.

Une explication sensorielle de l'impact de la concentration en épaississant sur l'intensité de la perception sucrée est soulevée par Cook *et al.* (2003). Les auteurs observent une corrélation significative entre la contrainte exercée dans la bouche, calculée à partir de mesures expérimentales des propriétés rhéologiques des solutions et l'intensité de perception gustative du saccharose. Cook *et al.* (2003) expliquent les résultats par des interactions texture-saveur : la perception de la saveur est modulée par celle de la texture.

En conclusion, l'impact des facteurs de variation des propriétés rhéologiques sur la perception pourrait être dû à des phénomènes physico-chimiques et sensoriels.

Par ailleurs, le traitement mécanique appliqué aux yaourts diminue légèrement l'intensité de perception de l'acidité des produits (plan d'expériences S2). Cette observation semble être plus probablement liée aux interactions entre saveurs qu'à des phénomènes physico-chimiques. Les sujets ont pu opposer la perception de l'acidité à la celle du sucré. Les yaourts les plus épais, étant perçus les plus sucrés, sont notés les moins acides.

c) Impact de la perception d'arôme sur la perception de la saveur

Une corrélation positive significative a été observée lors des deux expérimentations sensorielles (S1 et S2) entre *pomme verte* et *acide* ($r = 0,75$ (S1), $r = 0,61$ (S2)). De plus, les yaourts de même composition en saccharose, aromatisés avec *la note fraise* (pentanoate d'éthyle), sont perçus plus *sucrés* (plan d'expériences S2). Une corrélation positive existe également entre la note *amande* et *l'amertume* (plan d'expériences S2).

Ces corrélations arôme/saveur peuvent être expliquées par des phénomènes de congruence. Elles confirment, sur un produit alimentaire complexe, l'effet exhausteur des perceptions olfactives sur les perceptions de saveur congruentes rapportées dans des milieux modèles (Frank et Byram, 1988 ; Clark et Lawless, 1994 ; Noble, 1996 ; Stevenson *et al.*, 1999).

L'intégration de ces perceptions olfactives et gustatives, pourrait résulter de l'expérience de leur association dans différents produits alimentaires (Prescott, 1999). Ainsi, la note pomme verte a probablement été associée à l'acidité du fruit insuffisamment mûr, l'arôme fraise à la perception sucrée des produits habituellement aromatisés avec cette note (gâteaux, glaces, bonbons) et l'arôme amande à l'amertume de l'amande. Ainsi, les sujets, quand ils perçoivent les arômes, notent plus fortement les saveurs associées.

Différents auteurs ont rapporté l'effet exhausteur de l'acide citrique et de la saveur acide associée sur certaines perceptions fruitées (Bonnans et Noble, 1993 ; Kuo *et al.*, 1993 ; Stampanoni, 1993 ; Guinard *et al.*, 1997). Mais, à notre connaissance, seul Stevenson *et al.* (1999) ont examiné l'influence des perceptions olfactives sur l'acidité. Ils observent une suppression de la saveur acide par l'un des agents aromatisants utilisés (caramel). Mais ils ne mettent pas en évidence d'augmentation de l'intensité acide en présence de différents odorants.

Par ailleurs, Frank et Byram (1988) rapportent, dans le cas de l'odeur fraise, que les interactions perception olfactive/saveur sont dépendantes de l'association note aromatique/saveur. Ainsi, la présence de l'arôme fraise augmente l'intensité maximale de perception du sucré du saccharose dans une crème fraîche, mais n'a pas d'impact sur la perception du goût salé de chlorure de sodium.

Au terme de cette discussion générale, il apparaît clairement l'intérêt de coupler les deux approches physico-chimique et sensorielle dans l'objectif de mieux comprendre les perceptions sensorielles.

CONCLUSION GENERALE

L'objectif du travail présenté dans ce mémoire était de mieux comprendre les interactions entre la texture et la flaveur dans un produit réel, tel que le yaourt brassé aromatisé. Une meilleure connaissance de ces interactions est, en effet, indispensable pour tendre vers une formulation rapide et raisonnée de nouveaux produits possédant une texture et une flaveur souhaitée, résultat d'une composition et/ou d'un procédé de fabrication donnés.

L'analyse bibliographique des interactions entre texture et flaveur des produits alimentaires, le plus souvent modèles, met en évidence que plusieurs facteurs de nature physico-chimique et sensorielle pourraient être à l'origine de ces interactions. Nous avons donc choisi de suivre une démarche intégrant à la fois des caractérisations physico-chimiques et sensorielles, où la texture et la flaveur ne sont plus considérées indépendamment l'une de l'autre.

L'approche physico-chimique visait à caractériser, identifier et quantifier les phénomènes susceptibles de modifier la quantité de composé d'arôme disponible lors de la perception olfactive et, donc, à l'origine du stimulus. Ainsi, la rétention et la cinétique de libération des composés d'arôme dans les yaourts brassés aromatisés ont été étudiées. En parallèle, l'approche sensorielle a consisté à caractériser la texture, l'arôme et la saveur des mêmes produits. La confrontation des deux approches avait donc pour objectif de déterminer quelle était la part des interactions physico-chimiques et des interactions sensorielles dans l'explication des perceptions sensorielles de ce type de produit.

La première étape du travail visait à mettre au point la fabrication de yaourts possédant différentes propriétés rhéologiques dans des conditions maîtrisées et répétables. A l'issue d'un premier plan d'expériences, deux facteurs technologiques, la concentration en épaississant et le traitement mécanique, ont été sélectionnés. Ils présentent l'avantage d'obtenir une plage relativement large de variation des propriétés rhéologiques, avec des viscosités complexes comprises entre 10 et 60 Pa.s (à 10°C), pour des compositions de matrice variant peu (concentration en épaississant de 0 et 7 g/L) ou pas du tout, grâce au traitement mécanique (faible à fort). L'aromatisation des yaourts a été réalisée avec 6 composés d'arôme, offrant des notes aromatiques et des propriétés physico-chimiques différentes : l'hexanal (pomme verte), le trans-2-hexenal (amande), l'acétate d'amyle (banane), le pentanoate d'éthyle (fraise), le γ -octalactone (noix de coco) et le diacétyl (beurre).

Dans une deuxième étape, une étude physico-chimique systématique a été conduite. Elle avait pour objectifs : 1) la caractérisation des produits, 2) la quantification des interactions entre les composés d'arôme et les différents constituants de la matrice, ainsi que l'influence des facteurs technologiques sur ces interactions et 3) l'étude de la libération des composés d'arôme en mettant l'accent sur une molécule, l'hexanal, sélectionnée à l'issue des évaluations sensorielles.

L'étude expérimentale de la volatilité des composés dans les matrices laitières aromatisées à la température de stockage des yaourts (4°C) nous a permis de quantifier les interactions entre les molécules volatiles sélectionnées et les constituants de la matrice laitière (en solution liquide ou en gel). Une forte rétention des aldéhydes (hexanal et trans-2-hexenal) par les protéines laitières et un effet de "salting out" sur les esters (pentanoate d'éthyle et acétate d'amyle) par les sucres ont été observés, alors que l'épaississant et le traitement mécanique n'ont montré qu'une influence très modérée sur les propriétés à l'équilibre de ces composés d'arôme. Seule une diminution de 5% du coefficient de partage gaz/yaourt de l'hexanal a été notée lorsque la concentration en épaississant passe de 0 à 7 g/L. L'effet du traitement mécanique sur la volatilité des esters est quant à lui dépendant de la concentration en épaississant. Un traitement mécanique plus intense se traduit par une augmentation de la volatilité du composé le moins volatil, la γ -octalactone. Enfin, le composé le plus polaire, le diacétyle, ainsi que le trans-2-hexenal ne sont affectés par aucune variation des facteurs technologiques (concentration en épaississant ou traitement mécanique).

S'appuyant sur les résultats de la littérature, les interactions observées ont été discutées. Toutefois, ces interactions demeurent quantitativement faibles et ne semblent pas être responsables de différences sensorielles entre les produits. D'autres hypothèses sur les mécanismes physico-chimiques à l'origine des différences sensorielles ont donc été explorées. Ainsi, l'influence des propriétés rhéologiques des produits sur la cinétique de libération de l'hexanal dans les différentes matrices a été étudiée. Une méthode originale, basée sur l'analyse statique de l'espace de tête dans un système clos (en flacon), lors de l'application d'un échelon de température entre 4°C et 50°C a été mise au point. L'exploitation des cinétiques obtenues pour les différents yaourts nous a conduit, dans un premier temps, à estimer la thermodépendance des propriétés rhéologiques et de la volatilité de l'hexanal pour chaque matrice.

Le comportement rhéologique des yaourts entre 4°C et 50°C apparaît déterminé par la présence de l'épaississant. Ainsi, les yaourts épaissis "résistent" mieux à une augmentation de

la température. La volatilité de l'hexanal dans l'eau et dans les yaourts entre 4°C et 50°C a montré qu'un modèle classique de type "Arrhenius" pouvait décrire l'évolution du coefficient de partage en fonction de la température. Par ailleurs, aucune différence de volatilité de l'hexanal dans les produits de différentes viscosités complexes n'a été mise en évidence et ce quelle que soit la température.

Une analyse mécanistique des transferts de matière a été réalisée à partir d'un modèle développé par Marin *et al.* (1999) et adapté à notre système expérimental. Une bonne adéquation entre les valeurs expérimentales de concentration de l'hexanal dans la phase gazeuse au cours du temps et celles prédites par le modèle a été observée. Aucune différence significative des valeurs du coefficient de diffusion de l'hexanal dans les différents produits n'a été notée, tendant à montrer que les propriétés rhéologiques du yaourt, pour la gamme de variation étudiée dans cette étude, n'influencent pas de façon significative la cinétique de libération de l'hexanal.

Pour compléter l'approche cinétique, l'influence des propriétés rhéologiques des yaourts sur le transfert de chaleur lors du réchauffement des produits, qui pourrait être responsable d'une modification du stimulus sensoriel, a également été explorée. Ainsi, une analyse des transferts de chaleur *in vivo* (en bouche) et *in vitro* (en flacon) a confirmé que, comme pour le transfert de matière, la cinétique de transfert de chaleur ne paraissait être limitée ni par la composition, ni par les propriétés rhéologiques des yaourts étudiés.

La caractérisation sensorielle des produits, conduite en parallèle avec les analyses physico-chimiques, nous a permis de déterminer l'effet des variations maîtrisées de la composition (concentration en épaississant et en formule aromatique) et l'effet des propriétés rhéologiques (concentration en épaississant et traitement mécanique) sur la perception de la texture et de la flaveur. La discrimination des produits selon les descripteurs d'arôme étant plus faible que pour les descripteurs de texture, dans une série d'expériences distinctes, nous avons étudié spécifiquement l'influence d'aromatisations de qualités et complexités différentes en se focalisant sur l'effet de ses modifications sur la perception de la texture.

L'aromatisation du produit affecte la perception de la texture. Ainsi, en présence de la perception olfactive, les produits les plus aromatisés ont été perçus plus astringents. L'augmentation de la concentration en formule aromatique ou de la complexité de l'aromatisation entraîne une diminution de l'intensité de perception du caractère épais des

produits. De plus, un effet différencié des notes aromatiques est observé. Les tests de tri et de profil ont montré que les yaourts, ayant les mêmes propriétés rhéologiques, ont été perçus plus épais quand ils étaient aromatisés avec le diacétyl (note beurre) ou la γ -octalactone (noix de coco) et plus liquides quand ils étaient aromatisés avec l'hexanal (note pomme verte) ou le trans-2-hexenal (note amande).

Les facteurs de variation des propriétés rhéologiques modifient significativement la perception de la flaveur. Le présent travail a montré que la concentration en épaississant entraîne une diminution de la perception de la note pomme verte de la formule aromatique. Le deuxième profil sensoriel révèle également que les produits les plus visqueux, en raison du traitement mécanique, sont perçus moins sucrés.

L'analyse conjointe des résultats "sensoriels" et "physico-chimiques", nous a permis de donner des éclairages sur la nature des interactions observées lors des tests sensoriels. Tout d'abord, l'effet de la présence de la perception olfactive sur l'astringence des yaourts ainsi que de la note aromatique sur les descripteurs de texture de produits de propriétés rhéologiques identiques, révèle logiquement un impact sensoriel de la perception olfactive sur la perception de la texture. La congruence des deux perceptions expliquerait ces résultats. De même, les analyses rhéologiques n'ayant pas montré une modification significative de la viscosité complexe des produits avec la concentration en formule aromatique, la diminution de l'intensité du caractère épais observée ne pourrait pas provenir d'interactions de nature physico-chimique. La modification de la mastication des produits aromatisés, en raison de la concentration la plus forte en formule aromatique ou plus complexe, pourrait entraîner la diminution de l'intensité de perception du caractère épais.

Par ailleurs, les propriétés physico-chimiques de l'hexanal, en particulier sa volatilité et son coefficient de diffusion dans les différentes matrices, ne sont que très légèrement, voire pas modifiées, par la concentration en épaississant. Des mécanismes de nature sensorielle ou physiologique pourraient donc être à l'origine de la diminution de l'intensité de la note pomme verte dans les yaourts épaissis. Tout d'abord, la perception de la texture pourrait modifier la perception de l'arôme. Par ailleurs, des facteurs physiologiques tels que la dilution par la salive ainsi que l'augmentation de la surface d'échange pendant la mastication du produit pourraient également intervenir. Si les tests effectués ont montré que le flux salivaire était plus important pour le yaourt épais mais également la quantité de produit prise, un étalement plus important du yaourt plus liquide dans la bouche pourrait induire une libération différente de l'arôme.

La diminution de l'intensité sucrée des yaourts les plus épais, selon les données de la littérature, serait quant à elle probablement due au transfert plus lent des composés sapides ou encore à la réduction de la mobilité d'eau en présence de l'épaississant.

S'intéressant à la formulation de nouveaux yaourts brassés aromatisés, notre étude a donc permis de souligner de nombreuses interactions, qui ont été résumées sur la figure IV-1.

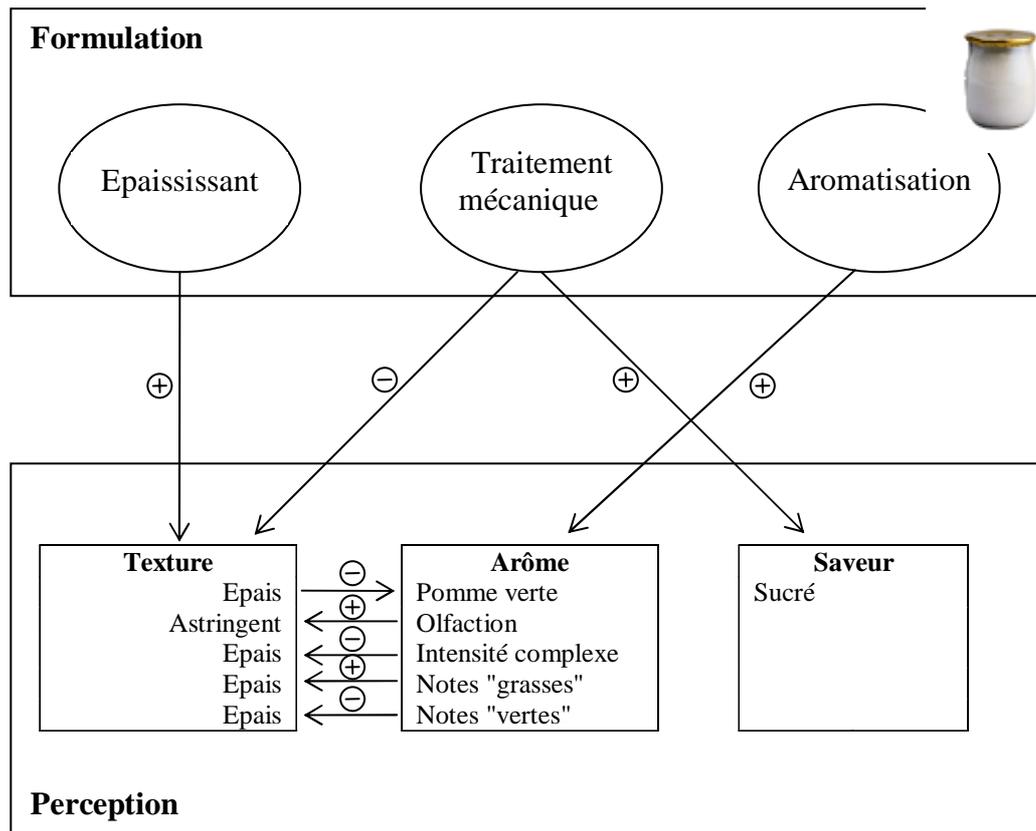


Figure IV-1. Effets de la formulation sur la perception sensorielle des yaourts brassés sans matière grasse.

Ce travail a donc permis de mettre en évidence l'intérêt d'une approche couplant analyse physico-chimique et sensorielle. Il souligne clairement la nécessité de la prise en compte des interactions sensorielles dans la formulation aromatique de produits de rhéologie complexe. Par ailleurs, les différentes méthodes sensorielles mises en œuvre dans ce travail et notamment les procédures de tri ont montré leur intérêt pour étudier ces interactions.

Toutefois, des méthodologies complémentaires pourraient être mises en œuvre pour lever les interrogations qui demeurent au terme de cette étude.

Elles portent, en premier lieu, sur les échelles d'observations (temporelle et spatiale) des systèmes d'étude et les méthodologies associées. Les approches macroscopiques (propriétés d'équilibre, transferts de matière et de chaleur) reposent sur la détermination de grandeurs observées sur une échelle de temps qui peut sembler éloignée des conditions de perception sensorielle. L'utilisation de méthodes tels que l'API-MS ou la PTR-MS pourrait permettre l'acquisition d'informations sur des intervalles de temps très courts (ordre de la seconde). Ces méthodes offrent de plus une précision (gains de sensibilité et de répétabilité) autorisant la mise en évidence des différences de comportement de faible amplitude, éventuellement masqués par des méthodes plus globales. L'API-MS et la PTR-MS ont montré leur grand intérêt dans l'analyse dynamique de la composition de l'air dans la cavité nasale (nose-space) lors de la consommation d'un produit. Cette analyse, couplée à une mesure temporelle de la perception (temps-intensité), permettrait de valider certaines hypothèses avancées dans ce travail.

Par ailleurs, des études récentes ont montré qu'il était possible d'accéder à des coefficients d'autodiffusion de composés d'arôme dans des gels par RMN-DOSY. Il s'agit d'une échelle d'observations dans l'espace des produits bien inférieure à celle présentée dans ce travail. Il serait donc intéressant de confronter les différentes approches.

Au plan de la perception sensorielle, d'autres procédures expérimentales peuvent également être envisagées afin d'analyser l'impact indirect des interactions entre saveur et texture sur les interactions entre arôme et texture. Ainsi, l'utilisation d'un inhibiteur de goût (saveur sucrée) permettrait de compléter notre étude en examinant l'effet de la perception sapide sur la perception olfactive.

Par ailleurs, pour se rapprocher des conditions de la perception olfactive, des études de l'effet des facteurs physiologiques, tels que la surface d'échange dans la bouche ou la mastication seraient nécessaires. Les simulateurs de mastications seraient pour cela des outils d'un grand intérêt.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Abraham, M. H., Chadha, H. S., Whiting, G. S. & Mitchell, R. C. 1994. Hydrogen bonding. XXXII: An analyses of water-octanol and water-alkane partitioning and the delta log P parameter of seiler. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 83, 1085-1100.

Andriot, I., Harrison, M., Fournier, N. & Guichard, E. 2000. Interactions between methyl ketones and β -lactoglobulin: Sensory analysis, headspace analysis, and mathematical modeling. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48, 4246- 4251.

Arabie, P. & Moskowitz, H. R. 1971. The effects of viscosity upon sweetness. *Perception & Psychophysics*, 9, 410-412.

Arvisenet, G., Le Bail, P., Voilley, A. & Cayot, N. 2002a. Influence of physicochemical interactions between amylose and aroma compounds on the retention of aroma in food-like matrices. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, 7088-7093.

Arvisenet, G., Voilley, A. & Cayot, N. 2002b. Retention of Aroma Compounds in Starch Matrices: Competitions between Aroma Compounds toward Amylose and Amylopectin. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*., 50, 7345-7349.

Baek, I., Linforth, R. S. T., Blake, A. & Taylor, A. J. 1999. Sensory perception is related to the rate of change of volatile concentration in-nose during eating of model gels. *Chemical Senses*, 24, 155-160.

Baines, Z. V. & Morris, E. R. 1987. Flavour/taste perception in thickened systems: the effect of guar gum above and below c^* . *Food Hydrocolloids*, 1, 197-205.

Bakker, J., Boudaud, N. & Harrison, M. 1998. Dynamic Release of Diacetyl from Liquid Gelatin in the Headspace. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*., 42, 2714-2720.

Barnes, D. L., Harper, S. J., Bodyfelt, F. W. & McDaniel, M. R. 1991a. Correlation of descriptive and consumer panel flavor ratings for commercial prestirred strawberry and lemon yogurts. *Journal of Dairy Science*, 74, 2089-2099.

Barnes, D. L., Harper, S. J., Bodyfelt, F. W. & McDaniel, M. R. 1991b. Prediction of consumer acceptability of yogurt by sensory and analytical measures of sweetness and sourness. *Journal of Dairy Science*, 74, 3746-3754.

Barrantes, E., Tamime, A. Y., Sword, A. M., Muir, D. D. & Kalab, M. 1996. The manufacture of set-type natural yoghurt containing différent oil. 2. Rheological properties and microstructure. *International Dairy Journal*, 6, 827-837.

Barthélémy, J. 1998. Evaluation d'une grandeur sensorielle complexe : description quantifiée. In Evaluation sensorielle. Manuel méthodologique. 2ème éd. Tec&Doc. (Eds), Lavoisier, Paris, 149-169.

Bejan, A. 1993a. Properties of liquids, Appendix C. In Heat transfer. First. Bejan, A. (Eds), John Wiley & Sons, Singapore, 637.

Bejan, A. 1993b. Time-dependent conduction. In Heat transfer. First. Bejan, A. (Eds), John Wiley & Sons, Singapore, 674.

Benezech, T. & Maingonnat, J. F. 1993. Flow properties of stirred yoghurt: structural parameter approach in describing time-dependency. *Journal of Texture Studies*, 24, 455-473.

Betterton, E. A. 1991. The partitioning of ketones between the gas and aqueous phases. *Atmospheric Environment*, 25A, 1473-1477.

- Biliaderis, C. G., Khan, M. M. & Blank, G. 1992.** Rheological and sensory properties of yogurt from skim milk and ultrafiltered retentates. *International Dairy Journal*, 2, 311-323.
- Bimbenet, J.-J., Duquenoy, A. & Trystram, G. 2002.** Annexe B. In *Génie des procédés alimentaires. Des bases aux applications.* (Eds), Dunod, Paris, 554.
- Bird, R. B., Stewart, W. E. & Lightfoot, E. N. 1960.** Transport phenomena. John Wiley & Sons, New York.
- Bonnans, S. & Noble, A. C. 1993.** Effect of sweetener type and of sweetener and acid levels on temporal perception of sweetness, sourness and fruitiness. *Chemical Senses*, 18, 273-283.
- Boudier, J. F. 1990.** Produits frais. In *Laits et produits laitiers. Vache- brebis-chèvre.* Luquet, F. M. (Eds), Technique et Documentation, Lavoisier, Paris, 35-66.
- Boursier, B. 1994.** Applications alimentaires des amidons modifiés. *Industries Alimentaires et Agricoles*, 9, 583-592.
- Boutboul, A., Giampaoli, P., Feigenbaum, A. & Ducruet, V. 2002.** Influence of the nature and treatment of starch on aroma retention. *Carbohydrate Polymers*, 47, 73-82.
- Braudo, E. E., Plashchina, I. G., Kobak, V. V., Golovnya, R. V., Zhuravleva, I. L. & Krikunova, N. I. 2000.** Interactions of flavor compounds with pectics substances. *Nahrung*, 44, 173-177.
- Brennan, E. M., Setser, C. & Schmidt, K. A. 2002.** Yoghurt thickness: effects on flavor perception and liking. *Journal of Food Science*, 67, 2785-2789.
- Breslin, P. A. S., Gilmore, M. M., Beauchamp, G. K. & Green, B. G. 1993.** Psychophysical evidence that oral astringency is a tactile sensation. *Chemical Senses*, 18, 405-417.
- Buettner, A. 2002.** Influence of human salivary enzymes on odorant concentration changes occurring in vivo. 1. Esters and thiols. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, 3283-3289.
- Buettner, A. & Schieberle, P. 2000.** Influence of mastification on the concentrations of aroma volatiles - some aspects of flavour release and flavour perception. *Food Chemistry*, 71, 347-354.
- Burns, D. J. W. & Noble, A. C. 1985.** Evaluation of the separate contributions of viscosity and sweetness of sucrose to perceived viscosity, sweetness and bitterness of vermouth. *Journal of Texture Studies*, 16, 365-381.
- Buttery, R. G., Bomben, J. L. & Guadagni, D. G. 1971.** Some considerations of volatilities of organic flavor compounds in foods. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 19, 1045-1048.
- Buttery, R. G., Ling, L. C. & Guadagni, D. G. 1969.** Volatilities of Aldehydes, Ketones. and Esters in Dilute Water Solution. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 17, 385-389.
- Callier, P. 2001.** Ordre de présentation des produits aux évaluateurs. In *Traité d'évaluation sensorielle. Aspects cognitifs et métrologiques des perceptions.* Urdapilleta, I., Ton Nu, C., Saint Denis, C. & Huon de Kermadec, F. (Eds), Dunod, Paris, 363-391.
- Carelli, A. A., Crapiste, G. H. & Lozano, J. E. 1991.** Activity coefficients of aroma compounds in model solutions simulating apple juice.
- Cayot, N., Taisant, C., Arvisenet, G., Meunier, J. M. & Voilley, A. 2000.** Flavouring ratios and partition coefficients for isoamyl acetate in various starch-based food matrices. *Science des aliments*, 20, 561-574.
- Cayot, N., Taisant, C. & Voilley, A. 1998.** Release and Perception of isoamyle acetate from a starch-based food matrix. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46, 1301-3206.
- Cayot, P. & Lorient, D. 1998.** La micelle de caséine. In *Structures et technofonctions des protéines du lait.* Cayot, P. & Lorient, D. (Eds), Technique et Documentation, Lavoisier, Paris, 51-79.

- Cerning, J., Buillanne, C. & Landon, M. 1990.** Comparaison of exocellular polysaccharide production by thermophilic lactic acid bacteria. *Science des aliments*, 10, 443-451.
- Chai, E., Oakenfull, D. G., McBride, R. L. & Lane A.G. 1991.** Sensory perception and rheology of flavoured gels. *Food Australia*, 43, 256-261.
- Chaintreau, A., Grade, A. & Muñoz-Box, R. 1995a.** Determination of Partition Coefficients and Quantitation of Headspace Volatile Compounds. *Analytical Chemistry*, 67, 3300-3304.
- Chaintreau, A., Grade, A. & Rafael, M.-B. 1995b.** Determination of partition coefficients and quantification of headspace volatile compounds. *Analytical Chemistry*, 67, 3300 -3304.
- Charles, M., Bernal, B. & Guichard, E. 1996.** Interactions of β -lactoglobulin with flavor compounds. *In* Flavor science: Recent developpement. Taylor, A. J. & Mottram, D. S. (Eds), The Royal Society of Chemistry, Cambridge, 433-436.
- Chauhan, J. & Harper, H. 1986.** Descriptive profiling versus direct similarity assessments of soft drinks. *Journal of Food Technologie*, 21, 175 -187.
- Chollet, S. & Valentin, D. 2001.** Impact of training on beer flavor perception and description: are trained and untrained subjects really different? *Journal of Sensory Studies*, 16, 601-618.
- Christensen, C. M. 1980.** Effects of solution viscosity on perceived saltiness and sweetness. *Perception and Psychophysics*, 28, 347-353.
- Clark, C. C. & Lawless, H. T. 1994.** Limiting response alternatives in time-intensity scaling : an examination of the halo-dumping effect. *Chemical Senses*, 19, 583-594.
- Cliff, M. & Heymann, H. 1993.** Time-intensity evaluation of oral burn. *Journal of Sensory Studies*, 8, 201-211.
- Conner, J. M., Birkmyre, L., Paterson, A. & Piggott, J. R. 1998.** Headspace concentrations of ethyl esters at different alcoholic strengths. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 77, 121-126.
- Cook, D. J., Hollowood, T. A., Linforth, R. S. T. & Taylor, A. J. 2002.** Perception of taste intensity in solutions of random-coil polysaccharides above and below c^* . *Food Quality and Preference*, 13, 473-480.
- Cook, D. J., Hollowood, T. A., Linforth, R. S. T. & Taylor, A. J. 2003.** Oral shear stress predicts flavour perception in viscous solutions. *Chemical Senses*, 28, 11-23.
- Corrieu, G., Spinnler, H. E., Picque, D. & Jomier, Y. 1988.** Procédé de mise en évidence et de contrôle de l'activité acidifiante d'agents de fermentation dans des bains de fermentation et dispositif pour sa mise en oeuvre. *French Patent no. 88 04456*.
- Couronne, T. 2001.** Etude de la performance des sujets. *In* Traité d'évaluation sensorielle. Aspects cognitifs et métrologiques des perceptions. Urdapilleta, I., Ton Nu, C., Saint Denis, C. & Huon de Kermadec, F. (Eds), Dunod, Paris, 393-415.
- Covarrubias-Cervantes, M., Champion, D., Debeaufort, F., Blond, G. & Voilley, A. 2002.** Diffusion of flavour compounds in aqueous sucrose solutions: concentration and temperature effects. *In* Flavour research at the dawn of the twenty-first century. Proceedings of the 10th Weurman Flavour Research Symposium. Le Quere, J. L. & Etiévant, P. (ed.). Tec&Doc et Intercept Scientific Technic Publisher 24-28 juin, Dijon, 216-219.
- Davidson, J. M., Linforth, R. S. T., Hollowood, T. A. & Taylor, A. J. 1999.** Effect of sucrose on the perceived flavor intensity of chewing gum. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47, 4336-4340.
- De Kee, D., Code, R. K. & Turcotte, G. 1983.** Flow properties of time-dependent foodstuffs. *Journal of Rheology*, 27, 581-604.
- De Roos, K. B. & Wolswinkel, K. 1994.** Non-equilibrium partition model for predicting flavour release in the mouth. *In* Trends in flavour reseach. Science, E. (Eds), Maarse, H.; van der Heij, D., Amsterdam, 15-32.

De Wijk, A. R., Van Gemerta, J. L., Terpstra, E. J. M. & Wilkinson, L. C. 2003. Texture of semi-solids; sensory and instrumental measurements on vanilla custard desserts. *Food Quality and Preference*, 14, 305–317.

De Wijk, R. A., Prinz, J., Polet, I., Van Doorn, J. & Weenen, H. 2002. Effect of flavorants on oral texture sensations. In XV Congress of the European Chemoreception Research Organisation. Erlangen, Germany 21-23/7/2002

Degussa Texturant Systems. 2003. Site internet. http://www.texturant-systems.com/skw_texturant/html.

Dessirier, J. M. 1999. spécificités des sensations trigéminales. *Journal International des Sciences de la Vigne et du Vin*, Hors serie, 25-30.

Dijksterhuis, G. & Eilers, P. 1997. Modelling time-intensity curves using prototype curves. *Food Quality and Preference*, 8, 131-140.

Doublier, J. L., Thibault, J. F. & Axelos, M. A. V. 1992. Agents épaississants et gélifiants de nature glucidique. In Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agro-alimentaires. Deuxième édition. Multon, J. L. (Eds), Technique et Documentation, Lavoisier, Paris, 373 - 414.

Doyen, K., Carey, M., Linforth, R. S. T., Marin, M. & Taylor, A. J. 2001. Volatile release from an emulsion: Headspace and in-mouth studies. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49, 804-810.

Dubois-Barbier, C. 1994. Influence des caractéristiques physico-chimiques d'un fromage frais sur son aromatisation par des composés volatils de l'ail. Thèse de doctorat. ENSBANA, Université de Bourgogne, Dijon.

Dufour, E. & Haertlé, T. 1990. Binding affinities of β -ionone and related flavor compounds to β -lactoglobulin: effect of chemical modification. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 38, 1691-1695.

Dufour, E., Marden, M. C. & Haertle, T. 1990. β -Lactoglobulin binds retinol and protoporphyrin IX at two different binding sites. *FEBS Letters*, 277, 223-226.

EPI. 2000. Estimation Programs Interface v3.10. Bases de données et modèles de prédiction.: Office of Pollution Prevention Toxics and Syracuse Research Corporation.

Ettre, L. S., Welter, C. & Kolb, B. 1993. Determination of gas-liquid partition coefficients by automatic equilibrium headspace - gas chromatography utilizing the Phase Ratio Variation method. *Chromatographia*, 35, 73-84.

Fabre, M., Aubry, V. & Guichard, E. 2002. Comparison of different methods: static and dynamic headspace and solid-phase microextraction for the measurement of interactions between milk proteins and flavor compounds with an application to emulsions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, 1497-1501.

Falahee, M. & Macrae, A. 1995. Consumer appraisal of drinking water: multidimensional scaling analysis. *Food Quality and Preference*, 6, 327-332.

Fares, K., Landy, P., Guilard, R. & Voilley, A. 1998. Physicochemical interactions between aroma compounds and milk proteins: effect of water and protein modification. *Journal of Dairy Science*, 81, 82-91.

Farkye, N., Y. & Imafidon, G. I. 1995. Thermal denaturation of indigenous milk enzymes. In Heat-induced changes in milk. Deuxieme édition. Fox, P. H. (Eds), International Dairy Federation, Brussels, 331-345.

Fischer, N. & Widder, S. 1997. How proteins influence food flavor. *Food Technology*, 51, 68-70.

Folkenberg, D. M. & Martens, M. 2003. Sensory properties of low fat yoghurts. Part A: effect of fat content, fermentation culture and addition of non-fat dry milk on the sensory properties of plain yoghurts. *Milchwissenschaft*, 58, 48-51.

Frank, R. A. & Byram, J. 1988. Taste-smell interactions are tastant and odorant dependent. *Chemical Senses*, 13, 445-455.

- Franzen, K. L. & Kinsella, J. E. 1974.** Parameters affecting the binding of volatile flavor compounds in model food systems. I. Proteins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 22, 675-678.
- Friel, E. N., Linfoth, R. S. T. & Taylor, A. J. 2000.** An empirical model to predict the headspace concentration of volatile compounds above solutions containing sucrose. *Food Chemistry*, 71, 309-317.
- Friel, E. N. & Taylor, A. J. 2001.** Effect of salivary components on volatile partitioning from solutions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49, 3898-3905.
- Giboreau, A. 2001.** La méthode du temps-intensité. In *Traité d'évaluation sensorielle. Aspects cognitifs et métrologiques des perceptions*. Urdapilleta, I., Ton Nu, C., Saint Denis, C. & Huon de Kermadec, F. (Eds), Dunod, Paris, 61-73.
- Godart, C. & Sauvageot, F. 1993.** The Time-Intensity method for sensory evaluation: effect of the nature of the instructions on the assessors response. *Science des aliments*, 13, 345-352.
- Godshall, M. A. & Solms, J. 1992.** Flavor and sweetener interactions with starch. *Food Technology*, June, 140-145.
- Gosset, J. M. 1987.** Measurement of Henry's law constante for C1 et C2 chlorinated hydrocarbons. *Environmental Science and Technology*, 21, 202-208.
- Gower, J. C. 1975.** Generalized procrustes analysis. *Psychometrika*, 40.
- Guichard, E., Issanchou, S., Descouvrières, A. & Etiévant, P. 1991.** Pectin concentration, molecular weight and degree of esterification: influence on volatile composition and sensory characteristics of strawberry jam. *Journal of Food Science*, 56, 1621-1627.
- Guinard, J. X. & Marty, C. 1995.** Time-intensity measurement of flavor release from a model gel system: effect of gelling agent type and concentration. *Journal of Food Science*, 60, 727-730.
- Guinard, J. X., Zoumas-Morse, C., Mori, L., Uatoni, B., Panyam, D. & Kilara, A. 1997a.** Sugar and fat effects on sensory properties of ice cream. *Journal of Food Science*, 62, 1087-1094.
- Guinard, J. X., Zoumas-Morse, C., Walchak, C. & Simpson, H. 1997b.** Relation between saliva flow and flavor release from chewing gum. *Physiology and Behavior*, 61, 591-596.
- Haahr, A. M., Bredie, W. L. P., Stahnke, L. H., Jensen, B. & Fefsgaard, H. H. F. 2000.** Flavour release of aldehydes and diacetyl in oil/water systems. *Food Chemistry*, 71, 355-362.
- Haddad, S. 2002.** Amélioration par voie microbiologique de la texture des yaourts brassés. *Communication personnelle*.
- Hansen, H. & Heinis, J. J. 1991.** Decrease of vanillin flavor perception in the presence of casein and whey proteins. *Journal of Dairy Science*, 74, 2936-2940.
- Hansen, H. & Heinis, J. J. 1992.** Benzaldehyde, citral and d-limonene flavor perception in the presence of casein and whey proteins. *Journal of Dairy Science*, 75, 1211-1215.
- Hansson, A., Leufvén, A., Pehrson, K. & Stenlöf, B. 2002.** Multivariate analysis of the influence of pectin, white syrup and citric acid on aroma concentration in the headspace above pectin gels. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, 3803-3809.
- Harper, S. J., Barnes, D. L., Bodyfelt, F. W. & McDaniel, M. R. 1991.** Sensory ratings of commercial plain yogurts by consumer and descriptive panels. *Journal of Dairy Science*, 74, 2927-2935.
- Harrison, M. & Hills, P. 1997.** Mathematical model of flavor release from liquids containing aroma-binding macromolecules. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45, 1883-1890.

- Hassan, A. N., Frank, J. F., Farmer, M. L., Schmidt, K. A. & Shalabi, S. I. 1995.** Observation of encapsulated lactic acid bacteria using confocal scanning laser microscopy. *Journal of Dairy Science*, 78, 2624-2628.
- Heertje, I., Visser, J. & Smits, P. 1985.** Structure formation in acid milk gels. *Food Microstructure*, 4, 267-277.
- Hellinga, C., Somsen, D. J. & Koenraads, J. P. J. M. 1986.** Viscosity of stirred yoghurt : modern techniques useful in analysing and improving routine measurements. *Netherlands Milk Dairy Journal*, 40, 217-240.
- Henderson, D. & Vaisey, M. 1970.** Some personality traits related to performance in a repeated sensory task. *Journal of Food Science*, 35, 407-411.
- Hess, S. J., Roberts, R. F. & Ziegler, G. R. 1997.** Rheological properties of nonfat yogurt stabilized using *Lactobacillus delbrueckii* ssp. *bulgaricus* producing exopolysaccharide or using commercial stabilizer systems. *Journal of Dairy Science*, 80, 252-263.
- Heymann, H. 1994.** A comparison of descriptive analysis of vanilla by two independently trained panels. *Journal of Sensory Studies*, 9, 21-32.
- Hine, J. & Mookerjee, P. K. 1975.** The intrinsic hydrophilic character of organic compounds. Correlations in terms of structural contributions. *Journal of Organic Chemistry*, 40, 292-298.
- Hoang Dung, N. 2000.** Contribution à l'étude des interactions entre entrées sensorielles. L'effet de la présence d'un arôme sur la perception d'une saveur. Thèse de doctorat. ENSBANA, Université de Bourgogne, Dijon.
- Hollowood, T. A. 2002.** Taste-aroma-matrix interactions determine flavour perception. Thèse de doctorat. Division of Food Sciences, University of Nottingham, Loughborough.
- Hollowood, T. A., Linforth, R. S. T. & Taylor, A. J. 2002.** The effect of viscosity on the perception of flavour. *Chemical Senses*, 27, 583-591.
- Imhof, R., Glättli, H. & Bosset, J. O. 1994.** Volatile organic aroma compounds produced by thermophilic and mesophilic mixed strain dairy starter cultures. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, 27, 442-449.
- Incropera, F. P. & De Witt, D. P. 1990.** Transient conduction. *In* Fundamentals of heat and mass transfer. Third. Incropera, F. P. & De Witt, D. P. (Eds), John Wiley & Sons, Singapore, 919.
- ISO 5492. 1992.** Norme internationale ISO 5492. Analyse sensorielle. Vocabulaire. *In* Contrôle de la qualité des produits alimentaires. 1995 (Eds), AFNOR, Paris
- ISO 11035. 1994.** Norme internationale ISO 11035. Analyse sensorielle. Recherche et sélection de descripteurs pour l'élaboration d'un profil sensoriel, par approche multidimensionnelle. *In* Contrôle de la qualité des produits alimentaires. 1995 (Eds), AFNOR, Paris
- ISO. 1993.** Norme ISO 8586-1. Guide général pour la sélection, l'entraînement et le contrôle des sujets. Partie 1 : sujets qualifiés. AFNOR, Paris.
- Issanchou, S. 1997.** L'analyse sensorielle du fromage (aspect scientifique). *In* Le Fromage. 3ème édition. Eck, A. (Eds), Techniques et Documentation Lavoisier, Paris, 802-827.
- Issanchou, S. & Lesschaeve, I. 1995.** Screening individual ability to perform descriptive analysis of food products : basic statements and application to a Camembert cheese descriptive panel. *Journal of Sensory Studies*, 10, 349-368.
- Izutsu, T., Taneya, S., Kikuchi, E. & Sone, T. 1981.** Effect of viscosity on perceived sweetness intensity of sweetened sodium carboxymethylcellulose solutions. *Journal of Texture Studies*, 12, 259-272.
- Jack, F. R., Piggott, J. R. & Paterson, A. 1993.** Discrimination of texture and appearance in Cheddar cheese using consumer free-choice profiling. *Journal of Sensory Studies*, 8, 167-176.

- Jaime, I., Mela, D. J. & Bratchell, N. 1993.** A study of texture-flavor interactions using Free-Choice Profiling. *Journal of Sensory Studies*, 8, 177-188.
- Janniaux, M., Labouret, V., Torres, C., Colas, B. & Lecomte, C. 2000.** L'industrie française du yaourt : est-elle parvenue à maturité ? *Industrie Agro Alimentaires*, Septembre, 53-61.
- Jouenne, E. & Crouzet, J. 2000a.** Determination of apparent binding constants for aroma compounds with β -lactoglobulin by dynamic coupled column liquid chromatography. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48, 5396-5400.
- Jouenne, E. & Crouzet, J. 2000b.** Effect of pH on Retention of Aroma Compounds by β -Lactoglobulin. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48, 1273-1277.
- Jouquand, C. & Giampaoli, P. 2002.** Determination of partition coefficient of aroma compounds in polysaccharide solutions by the phase ratio variation. In *Flavour research at the dawn of the twenty-first century. Proceedings of the 10th Weurman Flavour Research Symposium*. Le Quere, J. L. & Etiévant, P. (ed.). Tec&Doc et Intercept Scientific Technic Publisher 24-28 juin, Dijon, 99-102.
- Jung, D. M. & Ebeler, S. E. 2003.** Headspace Solid-Phase Microextraction Method for the Study of the Volatility of Selected Flavor Compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, 200-2005.
- Kalab, M., Emmons, D. B. & Sargant, A. G. 1976.** Milk gel structure V. Microstructure of yoghurt as related to the heating of milk. *Milchwissenschaft*, 31, 402-408.
- Kälviäinen, N., Roininen, K. & Tuorila, H. 2000.** Sensory characterization of texture and flavor of high viscosity gels made with different thickeners. *Journal of Sensory Studies*, 31, 407-419.
- Kessler, H. G. 1998.** The structure of fermented milk products as influenced by technology and composition. In *Texture of fermented milk products and dairy dessert. Proceedings of the IDF Symposium*. Vicenza, Italy, 5-6 May 1997, 93-105.
- Kieckbusch, T. G. & King, C. J. 1979.** Partition coefficients for acetates in food systems. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 27, 504-507.
- Kilcast, D. & Clegg, S. 2002.** Sensory perception of creaminess and its relationship with food structure. *Food Quality and Preference*, 13, 609-623.
- Kim, H. & Min, D. B. 1989.** Interaction of flavor compounds with protein. In *Flavor chemistry of lipid foods*. Min, D. B. & Smouse, T. H. (Eds), American oil chemists' Society, Champaign, Illinois, 404-420.
- Kokini, J. L. 1985.** Fluid and semi-solid food texture and texture-taste interactions. *Food Technology*, novembre, 86-94.
- Kokini, J. L. 1987.** The physical basis of liquid food texture and texture-taste interactions. *Journal of Food Engineering*, 6, 51-81.
- Kuo, Y. L., Pangborn, R. M. & Noble, A. C. 1993.** Temporal patterns of nasal, oral, and retronasal perception of citral and vanillin and interaction of these odourants with selected tastants. *International Journal of Food Science and Technology*, 28, 127-137.
- Lachnit, M., Busch-Stockfisch, M., Kunert, J. & Krahl, T. 2003.** Suitability of Free Choice Profiling for assessment of orange-based carbonated soft-drinks. *Food Quality and Preference*, 14, 257-263.
- Laing, D. G. & Francis, G. W. 1989.** The capacity of Humans to identify odors in mixtures. *Physiology and Behavior*, 46, 809-814.
- Landy, P., Druaux, C. & Voilley, A. 1995.** Retention of aroma compounds by proteins in aqueous solutions. *Food Chemistry*, 54, 387-392.

- Landy, P., Espinoza, M. & Voilley, A. 1996.** Measurement of volatility of volatile organic compounds by two methods. *Odours & VOC's Journal*, 1, 328-333.
- Landy, P., Farès, K., Lorient, D. & Voilley, A. 1997.** Effect of chemical modification of sodium caseinate on diffusivity of aroma compounds in aqueous solutions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45, 2649-2653.
- Langourieux, S. & Crouzet, E. 1994.** Study of aroma compounds-polysaccharides interactions by dynamic exponential dilution. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, 27, 544-549.
- Lawless, H. T. 1989.** Exploration of fragrance categories and ambiguous odors using multidimensional scaling and cluster analysis. *Chemical Senses*, 14, 349-360.
- Lawless, H. T. 1999.** Descriptive analysis of complex odors : reality, model or illusion? *Food Quality and Preference*, 10, 325-332.
- Lawless, H. T., Antinone, M. J., Ledford, R. A. & Johnston, M. 1994.** Olfactory responsiveness to diacetyl. *Journal of Sensory Studies*, 9, 47-56.
- Lawless, H. T. & Clark, C. C. 1992.** Psychological biases in time-intensity scaling. *Food Technology*, novembre, 81-90.
- Lawless, H. T., Sheng, N. & Knoops, S. S. C. P. 1995.** Multidimensional scaling of sorting data applied to cheese perception. *Food Quality and Preference*, 6, 91-98.
- Le Thanh, M., Lamer, T., Voilley, A. & Jose, J. 1993.** Détermination des coefficients de partage vapeur-liquide et d'activité de composés d'arôme à partir de leurs caractéristiques physico-chimiques. *Journal de Chimie Physique*, 90, 545-560.
- Le Thanh, M., Thibeau, P., Thibaut, M. A. & Voilley, A. 1992.** Interactions between volatile and non volatile compounds in the presence of water. *Food Chemistry*, 43, 129-135.
- Lee, K. D., Lo, C. G., Richter, R. L. & Dill, C. W. 1995.** Effect of Milk Composition on the Partition Coefficients of Diacetyl, Acetaldehyde, and Ethanol in Acidified Milk Products. *Journal of Dairy Science*, 78, 2666-2674.
- Leroi, J. C., Masson, J. C., Renon, H., Fabries, J. F. & Sannier, H. 1977.** Accurate measurement of activity coefficients at infinite dilution by inert gas stripping and gas chromatography. *Ind. Eng. Chem*, 16, 139-144.
- Lesschaeve, I. 1997.** Etude des performances des sujets effectuant l'analyse descriptive quantitative de l'odeur ou de l'arôme des produits alimentaires. Recherche de liens entre épreuves de sélection et épreuves de profil. Thèse de doctorat. Université de Bourgogne, ENSBANA, Dijon, France.
- Linforth, R. S. T., Baek, I. & Taylor, A. J. 1999.** Simultaneous instrumental and sensory analyses of volatile release from gelatine and pectin/gelatin gels. *Food Chemistry*, 65, 77-83.
- Linforth, R. S. T., Friel, E. N. & Taylor, A. J. 2000.** Modeling aroma release from foods using physicochemical parameters. In ACS symposium series 763. Flavor release. Roberts, D. D. & Taylor, A. J. (Eds), American Chemical Society, Washington, 166 -178.
- Livermore, A. & Laing, D. G. 1996.** Influence of training and experience on the perception of multicomponent odor mixtures. *Journal of Experimental Psychology : Human Perception and Performance*, 22, 267-277.
- Lo, C. G., Lee, K. D., Richter, R. L. & Dill, C. W. 1996.** Influence of Guar Gum on the Distribution of Some Flavor Compounds in Acidified Milk Products. *Journal of Dairy Science*, 79, 2081-2090.
- Loones, A. 1994.** Laits fermentés par les bactéries lactiques. In Bactéries lactiques : Aspects fondamentaux et technologiques. Vol 2. De Roissart, H. & Luquet, F. M. (Eds), Lorica, Uriage, 135-154.

- Lubbers, S., Landy, P. & Voilley, A. 1998.** Retention and release of aroma compounds in foods containing proteins. *Food Technology*, 52, 68-74;208-214.
- Lucey, J. A., Tamehana, M., Singh, H. & Munro, P. A. 1998.** A comparison of the formation, rheological properties and microstructure of acid skim milk gels made with a bacterial culture or glucono- Δ -lactone. *Food Research International*, 31, 147-155.
- Lundgren, B., Pangborn, R. M., Daget, N., Yoshida, N., Laing, D. G., McBride, R. L., Griffiths, N., Hyvönen, L., Sauvageot, F., Paulus, K. & Barylko-Pikielna, N. 1986.** An interlaboratory study of firmness, aroma and taste of pectin gels. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, 19, 66-76.
- Mac Fie, H. J. H. & Liu, Y. H. 1992.** Developpements in the analyses of Time-Intensity. *Food Technology*, 46, 92-97.
- Mac Leod, P., Sauvageot, F. & Köster, E. P. 1998.** Les caractéristiques d'une réponse sensorielle. In Evaluation sensorielle. Manuel méthodologique. 2ème éd. Tec&Doc. (Eds), Lavoisier, Paris, 6-29.
- Mahaut, M., Jeantet, R., Brulé, G. & Schuck, P. 2000.** Les produits industriels laitiers. Tech&Doc, Lavoisier, Paris.
- Maier, H. G. 1970.** Volatile flavoring substances in foodstuffs. *Angewandte Chemie International Edition*, 9, 917-926.
- Mälkki, R., Heiniö, L. & Autio, K. 1993.** Influence of oat gum, guar gum and carboxymethyl cellulose on the perception of sweetness and flavour. *Food Hydrocolloids*, 6, 525-532.
- Marin, M., Baek, I. & Taylor, A. J. 1999a.** Flavor unit as a unit-operation = a mass transfert approach. *Symposium on "Flavor release. Linking experiments, theory and reality"*, American Chemical Society, Annual Meeting, 22-26 août, New Orleans (USA).
- Marin, M., Baek, I. & Taylor, A. J. 1999b.** Volatile release from aqueous solutions under dynamic headspace dilution conditions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47, 4750-4755.
- Marshall, R. J. & Kirby, S. P. J. 1988.** Sensory measurement of food texture by free-choice profiling. *Journal of Sensory Studies*, 3, 63-80.
- Marshall, V. M. 1987.** Lactic acid bacteria: starters for flavour. *FEMS Microbiology Reviews*, 46, 327-336.
- Martin, N., Skokanova, J., Latrille, E., Béal, C. & Corrieu, G. 1999.** Influence of fermentation and storage conditions on the organoleptic properties of plain low fat stirred yoghurts. *Journal of Sensory Studies*, 14, 139-160.
- Mathlouthi, M. 1984.** Relationship between the structure and the properties of carbohydrates in aqueous solutions: solute-solvent interactions and the sweetness of D-fructose, D-glucose and sucrose in solution. *Food Chemistry*, 13, 1-16.
- Mathlouthi, M., Cholli, A. L. & Koenig, J. L. 1986.** Spectroscopic study of the structure of sucrose in the amorphous state and in aqueous solution. *Carbohydrate Research*, 147, 1-9.
- Mathlouthi, M. & Seuvre, A. M. 1988.** Solution properties and the sweet taste of small carbohydrates. *Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions*, 1, 2641-2650.
- Mayr, D., Märk, T., Lindinger, W., Brevard, H. & Yeretziyan, C. 2003.** Breath-by-breath analysis of banana aroma by proton transfer reaction mass spectrometry. *International Journal of Mass Spectrometry and Ion Processes*, 223-224, 743-756.
- McFie, H. J., Bratchell, N., Greenhoff, K. & Vallis, L. 1989.** Designs to balance the effect of order of presentation and first-order effects in hall tests. *Journal of Sensory Studies*, 4, 129-148.

- McRae, A. W., Howgate, P. & Geelhoed, E. N. 1990.** Assessing the similarity of odours by sorting and by triadic comparison. *Chemical Senses*, 15, 691-699.
- McRae, A. W., Rawcliffe, T., Howgate, P. & Geelhoed, E. N. 1992.** Patterns of odour similarity among carbonyls and their mixtures. *Chemical Senses*, 17, 119-125.
- Meilgaard, M. C., Civille, G. V. & Carr, B. T. 1991.** Sensory evaluation techniques. CRC Press, London, UK.
- Meylan, W. M. & Howard, P. H. 1995.** Atom/fragment contribution method for estimating octanol-water partition coefficients. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 84, 83-93.
- Meynier, A., Garillon, A., Lethuaut, L. & Genot, C. 2003.** Partition of five aroma compounds between air and skim milk, anhydrous milk fat or full-fat cream. *Lait*, 83, 223-235.
- Mietton, B., Weber, F., Desmazeaud, M. & De Roissart, H. 1994.** Transformation des produits animaux. Transformation du lait en fromage. In *Bactéries lactiques : Aspects fondamentaux et technologiques*. Vol 2. De Roissart, H. & Luquet, F. M. (Eds), Loriga, Uriage, 55-133.
- Mills, O. E. & Solms, J. 1984.** Interaction of selected flavour compounds with whey proteins. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, 17, 331-335.
- Molinari, H., Ragona, L., Varani, L., Musco, G., Consonni, R., Zetta, L. & Monaco, H. L. 1996.** Partially folded structure of monomeric bovine β -lactoglobuline. *FEBS Letters*, 381, 237-243.
- Montet, A. 2001.** Les principales méthodes descriptives et leurs variantes. In *Traité d'évaluation sensorielle. Aspects cognitifs et métrologiques des perceptions*. Urdapilleta, I., Ton Nu, C., Saint Denis, C. & Huon de Keradec, F. (Eds), Dunod, Paris, 3-147.
- Moskowitz, H. R. 1976.** Multidimensional scaling of odorants and mixtures. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, 9, 232-238.
- Moskowitz, H. R. & Arabie, P. 1970.** Taste intensity as a function of stimulus concentration and solvent viscosity. *Journal of Texture Studies*, 1, 502-510.
- Mottar, J., Bassier, A., Joniau, M. & Baert, J. 1989.** Effet of heat-induced association of whey proteins and casein micelles on yogurt texture. *Journal of Dairy Science*, 72, 2247-2256.
- Muir, D. D. & Hunter, E. A. 1992.** Sensory evaluation of fermented milks : vocabulary development and the relations between sensory properties and composition and between acceptability and sensory properties. *Journal of the Society of Dairy Technology*, 45, 73-80.
- Murray, J. M., Delahunty, C. M. & Baxter, I. A. 2001.** Descriptive sensory analysis: past, present and future. *Food Research International*, 34, 461-471.
- Nahon, D. F., Harrison, M. & Roozen, J. P. 2000.** Modeling flavor release from aqueous sucrose solutions, using mass transfer and partition coefficients. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48, 1278-1284.
- Nahon, D. F., Navarro y Koren, P. A., Roozen, J. P. & Posthumus, M. A. 1998.** Flavor release from mixtures of sodium cyclamate, sucrose and an orange aroma. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46, 4963-4968.
- Nawar, W. W. 1971.** Some variables affecting composition of headspace aroma. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 19, 1057-1059.
- Neyraud, E., Prinz, J. & Dransfield, E. 2003.** NaCl and sugar release, salivation and taste during mastication of salted chewing gum. *Physiology and Behavior*, 79, 731-737.
- Noble, A. C. 1996.** Taste-aroma interactions. *Trends in Food Science and Technology*, 7, 439-444.
- O'Neil, J. M., Kleyn, D. H. & Hare, L. B. 1979.** Consistency and compositional characteristics of commercial yoghurts. *Journal of Dairy Science*, 62, 1032-1036.

- O'Neill, T. E. & Kinsella, E. 1987.** Binding of alkanone flavors to β -lactoglobulin: effects of conformational and chemical modification. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 35, 770-774.
- Ono, T. & Obata, T. 1989.** A model for the assembly of bovine casein micelles from F2 and F3 subunits. *Journal of Dairy Research*, 56, 453-461.
- Ott, A., Fay, L. B. & Chaintreau, A. 1997.** Determination and origin of the aroma impact compounds of yoghurt flavor. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45, 850-858.
- Ott, A., Hugi, A., Baumgartner, M. & Chaintreau, A. 2000.** Sensory investigation of yaourt Flavour Perception: Mutual Influence of Volatiles and Acidity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48, 441-450.
- Overbosch, P., Ageterof, W. G. M. & Haring, P. G. M. 1991.** Flavor release in the mouth. *Food Reviews International*, 7, 137-184.
- Overbosch, P., Van den Enden, J. C. & Keur, B. M. 1986.** An improved method for measuring perceived intensity/time relationships in human taste and smell. *Chemical Senses*, 11, 331-338.
- Pangborn, R. M., Gibbs, Z. M. & Tassan, C. 1978.** Effect of hydrocolloids on apparent viscosity and sensory properties of selected beverages. *Journal of Texture Studies*, 9, 415-436.
- Pangborn, R. M. & Szczesniak. 1974.** Effect of hydrocolloids and viscosity on flavor and odor intensities of flavor compounds. *Journal of Texture Studies*, 4, 467-482.
- Pangborn, R. M., Trabue, I. & Szczesniak, A. 1973.** Effect of hydrocolloids on oral viscosity and basic taste intensities. *Journal of Texture Studies*, 4, 224-241.
- Pelletier, E., Sostman, K. & Guichard, E. 1998.** Measurement of interactions between β -lactoglobuline and flavor compounds (esters, acids and pyrazines) by affinity and exclusion size chromatography. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46, 1506-1509.
- Pérez, S., Mazeau, K. & Hervé du Penhoat, C. 2000.** The three dimensional structures of the pectin polysaccharides. *Plant Physiology and Biochemistry*, 38, 37-55.
- Philippe, E. 2003.** Etude des différents paramètres physico-chimiques sur la rétention des composés d'arôme par des matrices possédant un comportement rhéologiques similaires. Thèse de doctorat. ENSBANA, Université de Bourgogne, Dijon.
- Piggott, J. R., Hunter, E. A. & Margomenou, L. 2000.** Comparison of methods of analysis of time-intensity data: application to Scotch malt whisky. *Food Chemistry*, 71, 319-326.
- Piraprez, G., Herent, M. F. & Collin, S. 1998.** Determination of the lipophilicity of aroma compounds by RP-HPLC. *Flavour and Fragrance Journal*, 13, 400-408.
- Prescott, J. 1999.** Flavour as a psychological construct: implications for perceiving and measuring the sensory qualities of foods. *Food Quality and Preference*, 10, 349-356.
- Prescott, J. & Swain-Campbell, N. 2000.** Responses to repeated oral irritation by capsaicin, cinnamaldehyde and ethanol in PROP tasters and non-tasters. *Chemical Senses*, 25, 239-246.
- Raats, M. M. & Shepherd, R. 1992.** Free Choice Profiling of milks and other products prepared with milks of different fat contents. *Journal of Sensory Studies*, 7, 179-203.
- Rega, B., Guichard, E. & Voilley, A. 2002.** Flavour release from pectin gels: effect of texture, molecular interactions and aroma compounds diffusion. *Science des aliments*, 22, 235-248.
- Reid, R. C., Prausnitz, J. & Poling, B. E. 1987.** Diffusion coefficients. *In* The properties of gases and liquids, 4^{ème} édition. Reid, R. C., Prausnitz, J. & Poling, B. E. (Eds), McGraw-Hill Inc, New York, Etats Unis, 577-632.

- Reiners, J., Nicklaus, S. & Guichard, E. 2000.** Interaction between β - lactoglobulin and flavour compounds of different chemical classes. Impact of the protein on the odour perception of vanillin and eugenol. *Lait*, 347-360.
- Richard, H. 1992.** Connaissance de la nature des arômes. In Les arômes alimentaires. Richard, H. & Multon, J. L. (Eds), Technique et Documentation, Lavoisier, Paris, 134-145.
- Richardson, S. J., Baianu, I. C. & Steingerg, M. P. 1987.** Mobility of water in sucrose solutions determined by deuterium and oxygen-17 nuclear magnetic resonance measurement. *Journal of Food Science*, 52, 806-809.
- Rizzotti. 1994.** Les agents de texture, épaississants, gélifiants, stabilisants. *Industries Agro Alimentaires*, Septembre, 563-573.
- Roberts, D. D. & Acree, T. E. 1995.** Simulation of retronasal aroma using a modified heaspace technique : investigating the effects of saliva, temperature, shearing and oil on flavor release. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 43, 2179-2186.
- Roberts, D. D., Elmore, J. S., Langley, K. R. & Bakker, J. 1996.** Effects of sucrose, guar gum, and carboxymethylcellulose on the release of volatile flavor compounds under Dynamic Conditions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44, 1321-1326.
- Robillard, K. A. & Wishnia, A. 1972.** Aromatic hydrophobes and β -lactoglobulin A. Thermodynamics of binding. *Biochemistry*, 11, 3835-3840.
- Rogacheva, S., Espinosa Diaz, M. A. & Voilley, A. 1999.** Transfert of aroma compounds in water-lipid systems: binding tendency of β -lactoglobulin. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47, 259-263.
- Rohm, H., Kovac, A. & Kneifel, W. 1994.** Effects of starter cultures on sensory properties of set-style yoghurt determined by quantitative descriptive analysis. *Journal of Sensory Studies*, 9, 171-186.
- Rolls, E. T. 2001.** The rules of formation of the olfactory representations found in the orbitofrontal cortex olfactory areas in primates. *Chemical Senses*, 26, 595-604.
- Saadjian, E. 1998.** Convection naturelle en milieu fluide. In Phénomènes de transport et leurs résolutions numériques. 2^{ème} édition. Saadjian, E. (Eds), Polytechnica, Paris, 144-146.
- Salvador, D., Bakker, J., Langley, K. R., Potjewijd, R., Martin, A. & Elmore, J. S. 1994.** Flavour release of diacetyl from water, sunflower oil and emulsions in model systems. *Food Quality and Preference*, 4, 103-107.
- Sancho, M. F., Rao, M. A. & Downing, D. L. 1997.** Infinite dilution activity coefficients of apple juice aroma compounds. *Journal of Food Engineering*, 34, 145-158.
- Schiffenstein, H. N. J. 1996.** Cognitive factors affecting taste intensity judgments. *Food Quality and Preference*, 7, 167-175.
- Schiffman, S. S., Reynolds, M. L. & Young, F. W. 1981.** Introduction to multidimensional scaling: theory, methods and applications. Academic Press, New York.
- Schirle-Keller, J. P., Chang, H. H. & Reineccius, G. A. 1992.** Interaction of flavor compounds with microparticulated proteins. *Journal of Food Science*, 57, 1448-1451.
- Schkoda, A., Stumph, A. & Kessler, H. G. 1998.** Stability of texture of fermented milk products in relation to composition. In Texture of fermented milk products and dairy dessert. Proceedings of the IDF Symposium. Vicenza, Italy, 5-6 May 1997, 115-121.
- Schkoda, P., Hechler, A. & Hinrichs, J. 2001.** Influence of the protein content on structural characteristics of stirred fermented milks. *Milchwissenschaft*, 56, 19-22.
- Seuvre, A. M., Espinosa Diaz, M. A. & Voilley, A. 2000.** Influence of the food matrix structure on the retention of aroma compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48, 4296-4300.

- Seuvre, A. M., Espinosa Diaz, M. A. & Voilley, A. 2002.** Transfer of aroma compounds through the lipidic-aqueous interface in a complex system. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, 1106-1110.
- Singh, J. 1983.** Influence of heat-treatment of milk and incubation temperatures on *Streptococcus thermophilus* and *Lactobacillus acidophilus*. *Milchwissenschaft*, 38, 347-348.
- Skriver, A., Roemer, H. & Qvist, K. B. 1993.** Rheological characterization of stirred yoghurt : viscometry. *Journal of Texture Studies*, 24, 185-198.
- Snider, J. R. & Dawson, G. A. 1985.** Tropospheric light alcohols, carbonyls, and acetonitrile: Concentrations in the southwestern United States and Henry's law data. *Journal of Geophysical Research*, 90D, 3797-3805.
- Snoeren, T. H. M., Klok, H. J., van Hooydonc, A. C. M. & Damman, A. J. 1984.** The voluminosity of casein micelles. *Milchwissenschaft*, 39, 461-463.
- Sokal, R. R. & Rohlf, F. J. 1981.** Biometry. Freeman, San Francisco.
- Solms, J., Osman-Ismail, F. & Beyeler, M. 1973.** The interaction of volatiles with food compounds. *Canadian Institute of Food Science and Technology*, 6, 10 -15.
- Sostman, K. & Guichard, E. 1998.** Immobilized β -lactoglobuline on a HPLC-column: a rapid way to determine protein-flavor interactions. *Food Chemistry*, 62, 509-513.
- Suchon, I. 1994.** Extraction en continu de lactones produites par voie microbiologique. Thèse de doctorat. ENSBANA, Université de Bourgogne, Dijon.
- Stampanoni, C. R. 1993.** Influence of acid and sugar content on sweetness, sourness and the flavour profile of beverages and sherbets. *Food Quality and Preference*, 4, 169-176.
- Stampanoni, C. R. 1994.** The use of standardized flavor languages and quantitative flavor profiling technique for flavored dairy products. *Journal of Sensory Studies*, 9, 383-400.
- Stevenson, R. J., Boakes, R. A. & Prescott, J. 1998.** Changes in odor sweetness resulting from implicit learning of a simultaneous odor-sweetness association : an example of learned synesthesia. *Learning and motivation*, 29, 113-132.
- Stevenson, R. J., Chen, X. D. & Mills, O. E. 1996.** Modern analyses and binding studies of flavour volatiles with particular reference to dairy protein products. *Food Research International*, 29, 265-290.
- Stevenson, R. J., Prescott, J. & Boakes, R. A. 1999.** Confusing tastes and smells : how odours can influence the perception of sweet and sour tastes. *Chemical Senses*, 24, 627-635.
- Stone, H., Sidel, J., Oliver, S., Woolsey, A. & Singleton, R. C. 1974.** Sensory evaluation by quantitative descriptive analysis. *Food Technology*, 28, 24-34.
- Stone, H., Sidel, J. L. & Bloomquist, J. 1980.** Quantitative descriptive analysis. *Cereal Foods World*, 25, 642-644.
- Stringler, F. 1998.** L'organisation pratique de la mesure sensorielle. In Evaluation sensorielle. Manuel méthodologique. 2ème éd. Tec&Doc. (Eds), Lavoisier, Paris, 46-94.
- Syrbe, A., Bauer, W. J. & Klostermeyer, H. 1998.** Polymer Science Concepts in Dairy Systems- An overview of milk protein and food hydrocolloid interaction. *International Dairy Journal*, 8, 179-193.
- Tamime, A. Y., Kalab, M. & Davies, G. 1984.** Microstructure of set-style yoghurt manufactured from cow's milk fortified by various methods. *Food Microstructure*, 3, 83-92.
- Tamime, A. Y. & Robinson, R. K. 1985.** Background to manufacturing practice. In Yoghurt. Science and technology. Tamime, A. Y. & Robinson, R. K. (Eds), Pergamon Press, Paris, 7-90.

- Tang, C. & Heymann, H. 1999.** Multidimensional sorting, similarity scaling and free-choice profiling of grape jellies. *Journal of Sensory Studies*, 17, 493-509.
- Taylor, A. J., Besnard, S., Puaud, M. & Linforth, R. S. T. 2001.** In vivo measurement of flavor release from mixed phase gels. *Biomolecular Engineering*, 17, 143-150.
- Taylor, A. J. & Linforth, R. S. T. 1996.** Flavor release in the mouth. *Trends in Food Science and Technology*, 7, 444-448.
- Taylor, A. J., Linforth, R. S. T., Harvey, B. A. & Blake, A. 2000.** Atmospheric pressure chemical ionisation mass spectrometry for in vivo analyses of volatile flavour release. *Food Chemistry*, 71, 327-338.
- Taylor, A. J. & Mottram, D. S. 1996.** Flavor science: Recent developpement. The Royal Society of Chemistry, Cambridge.
- Touraille, C. 1998.** Epreuves discriminatives. *In* Evaluation sensorielle. Manuel méthodologique. 2ème éd. Tec&Doc. (Eds), Lavoisier, Paris, 98-122.
- Urdapilleta, I. 2001.** Les épreuves descriptives et discriminatives. *In* Traité d'évaluation sensorielle. Aspects cognitifs et métrologiques des perceptions. Urdapilleta, I., Ton Nu, C., Saint Denis, C. & Huon de Kermadec, F. (Eds), Dunod, Paris, 3-147.
- Van Marle, M. 1998.** Structure and rheological properties of yoghurt gels and stirred yoghurts. Theses., University of Twente, Enschede, Pays Bas.
- Van Ruth, S. M., Grossmann, I., Geary, M. & Delahunty, C. M. 2001.** Interactions between artificial saliva and 20 aroma compounds in water and oil model systems. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49, 2409-2413.
- van Ruth, S. M., O'Connor, C. H. & Delahunty, C. M. 2000.** Relationships between temporal release of aroma compounds in a model mouth system and their physico-chemical characteristics. *Food Chemistry*, 71, 393-399.
- van Ruth, S. M. & Roozen, J. P. 2000.** Influence of mastication and saliva on aroma release in a model mouth system. *Food Chemistry*, 71, 339-345.
- Visser, J., Minihan, A., Smits, P., Tjian, S. B. & Heertje, I. 1986.** Effects of pH and temperature on the milk salts system. *Netherlands Milk Dairy Journal*, 40, 351-368.
- Voilley, A., Fousse, C. & Martin Polo, M. 1999.** Interactions between pectins and aroma compounds in model systems. *In* COST 96. Interactions of food matrix with small ligands influencing flavour and texture. Volume 5. Zyrich, Switzeland, 69-72.
- Voutsas, E. C., Andreou, C. I., Theodorou, D. G. & Tassios, D. P. 2001.** Prediction of infinite dilution volatilities of aroma compounds in water. *Journal of Food Science*, 66, 447-452.
- Walker, S. & Prescott, J. 2000.** The influence of solution viscosity and different viscosifying agents on apple juice flavor. *Journal of Sensory Studies*, 15, 285-307.
- Weber, F. 1994.** Altérations des produits laitiers par les bactéries lactiques. *In* Bactéries lactiques. De Roissart, H. & Luquet, F. M. (Eds), Loriga, Uriage, 567-572.
- Weel, K. G. C., Boelrijk, A. E. M., Alting, A. C., Van Mil, P. J. J. M., Burger, J. J., Gruppen, H., Voragen, A. G. J. & Smit, G. 2002.** Flavor release and perception of flavored whey protein gels: perception is determined by texture rather than by release. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*., 50, 5149-5155.
- Wendin, K., Solheim, R., Allmere, T. & Johanson, L. 1997.** Flavour and texture in sourmilk affected by thickeners and fat content. *Food Quality and Preference*, 8, 281-291.

Williams, A. A. & Arnold, G. M. 1985. A comparison of the aromas of six coffees characterised by conventional profiling, Free-Choice Profiling and similarity scaling methods. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 36, 204-214.

Williams, A. A. & Langron, S. P. 1984. The use of Free-Choice Profiling for the evaluation of commercial ports. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 35, 558-568.

Wilson, C. E. & Brown, W. E. 1997. Influence of food matrix structure and oral breakdown during mastication on temporal perception of flavor. *Journal of Sensory Studies*, 21, 69-86.

Wishnia, A. & Pinder, T. W. 1966. Hydrophobic interactions in Proteins. The alkane binding site of β -lactoglobulins A and B. *Biochemistry*, 5, 1534-1542.

Yven, C., Guichard, E., Giboreau, A. & Roberts, D. D. 1998. Assessment of interactions between hydrocolloids and flavor compounds by sensory, headspace, and binding methodologies. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46, 510-514.

Zhou, X. & Mopper, K. 1990. Apparent partition coefficients of 15 carbonyl compounds between air and seawater and between air and freshwater. Implications for air-sea exchange. *Environmental Science and Technology*, 24, 1864-1869.

ANNEXE 2

ORGANISATION DES INTERFACES FIZZ UTILISEES LORS DU 1^{ER} PLAN D'EXPERIENCES SENSORIELLES POUR LE PROFIL

TEXTURE

| | | |
|------------------|------------------|--------------|
| Epais | Très peu intense | Très intense |
| Collant | Très peu intense | Très intense |
| Nappant /fondant | Très peu intense | Très intense |
| Lisse | Très peu intense | Très intense |
| Astringent | Très peu intense | Très intense |

AROME

| | | |
|-------------------|------------------|--------------|
| Amande | Très peu intense | Très intense |
| Banane | Très peu intense | Très intense |
| Fraise | Très peu intense | Très intense |
| Herbe/pomme verte | Très peu intense | Très intense |
| Noix de coco | Très peu intense | Très intense |

SAVEUR

| | | |
|-------|------------------|--------------|
| Acide | Très peu intense | Très intense |
| Amer | Très peu intense | Très intense |
| Sucré | Très peu intense | Très intense |

ANNEXE 3

FICHE UTILISEE POUR LE TRI DES PRODUITS AROMATISES LORS DU DEUXIEME PLAN D'EXPERIENCES SENSORIELLES

a) Regroupement

Vous disposez de 6 produits.

Veillez constituer des groupes de produits présentant des similitudes : **vous placez dans le même groupe les produits qui pour vous se ressemblent**. Vous êtes libres de constituer autant de groupes que vous désirez.

Groupe 1 : produit n°
produit n°

Groupe 2 : produit n°
produit n°

Groupe 3 : produit n°
produit n°

Groupe 4 : produit n°
produit n°

Groupe 5 : produit n°
produit n°

Groupe 6 : produit n°

produit n°

b) Description des produits

Enfin, veuillez **caractériser chaque produit** à l'aide d'un ou plusieurs mots descriptifs de texture (que vous classerez **par ordre d'importance**).

Produit 1 : descripteur 1 :
 descripteur 2 :
 descripteur 3 :
 autre :

Produit 2 : descripteur 1 :
 descripteur 2 :
 descripteur 3 :
 autre :

Produit 3 : descripteur 1 :
 descripteur 2 :
 descripteur 3 :
 autre :

Produit 4 : descripteur 1 :
 descripteur 2 :
 descripteur 3 :
 autre :

Produit 5 : descripteur 1 :
 descripteur 2 :
 descripteur 3 :
 autre :

Produit 6 : descripteur 1 :
 descripteur 2 :
 descripteur 3 :
 autre :

ANNEXE 4

FICHES D'INSTRUCTIONS ET ORGANISATION DES INTERFACES FIZZ POUR LE PROFIL LIBRE CHOIX LORS DU DEUXIEME PLAN D'EXPERIENCES SENSORIELLES

a) Fiche d'instructions

12 échantillons vont vous être présentés.

Vous allez sélectionner pour chaque produit les termes de texture, de saveur et d'arôme **que vous trouvez les plus pertinents** et les plus appropriés à la description des produits. Puis vous noterez l'intensité de ces descripteurs sur les échelles proposées (de très peu intense à très intense).

Veillez utiliser **au minimum un terme par catégorie de perception** (texture, arôme, saveur) pour décrire ces produits.

La liste de descripteurs regroupe les termes les plus cités lors des séances précédentes. Vous avez peut-être lors des séances précédentes utilisées des synonymes de ces termes principaux. Ces synonymes sont indiqués ci-dessous entre parenthèses. Parmi les termes présentant des synonymes, veuillez entourer sur cette feuille le descripteur que vous pensez être le plus approprié pour décrire les produits : 1 seul terme.

Veillez noter sur la fiche papier jointe les termes que vous voulez utiliser et qui ne sont pas dans cette liste.

Voici la liste des termes utilisés :

- TEXTURE :
 - **Epais** (compact – ferme - lourd)
 - **fluide** (liquide - peu épais - coulant)
 - **nappant** (tapisse le palais - diffuse bien en bouche)
 - **lisse**
 - **collant** (adhérent)
 - **râpeux** (astringent - rugueux)
 - **onctueux**
 - **crémeux**

- AROME :
 - **noix de coco**
 - **pomme**
 - **nature** (naturel - yaourt - laitier)
 - **vert** (herbacé - herbe - végétal)
 - **banane**
 - **piquant**
 - **beurre**
 - **citron**
 - **fraise**
 - **amande**

- SAVEUR :
 - **sucré** (doux)
 - **acide**
 - **amer**

b) Interfaces FIZZ

TEXTURE

| | | |
|----------|------------------|--------------|
| Epais | Très peu intense | Très intense |
| Fluide | Très peu intense | Très intense |
| Nappant | Très peu intense | Très intense |
| Lisse | Très peu intense | Très intense |
| Collant | Très peu intense | Très intense |
| Râpeux | Très peu intense | Très intense |
| Onctueux | Très peu intense | Très intense |
| Crémeux | Très peu intense | Très intense |

AROME

| | | |
|--------------|------------------|--------------|
| Noix de coco | Très peu intense | Très intense |
| Pomme | Très peu intense | Très intense |
| Nature | Très peu intense | Très intense |
| Vert | Très peu intense | Très intense |
| Banane | Très peu intense | Très intense |
| Piquant | Très peu intense | Très intense |
| Beurre | Très peu intense | Très intense |
| Citron | Très peu intense | Très intense |
| Fraise | Très peu intense | Très intense |
| Amande | Très peu intense | Très intense |

SAVEUR

| | | |
|-------|------------------|--------------|
| Sucré | Très peu intense | Très intense |
| Acide | Très peu intense | Très intense |
| Amer | Très peu intense | Très intense |

c) Fiches supplémentaires

TERMES SUPPLEMENTAIRES

Echantillon 002 :

| | | |
|----------------|------------------|--------------|
| texture :..... | Très peu intense | Très intense |
| arôme :..... | Très peu intense | Très intense |
| saveur :..... | Très peu intense | Très intense |

Echantillon 108 :

| | | |
|----------------|------------------|--------------|
| texture :..... | Très peu intense | Très intense |
| arôme :..... | Très peu intense | Très intense |
| saveur :..... | Très peu intense | Très intense |

ANNEXE 5

ORGANISATION DES INTERFACES FIZZ LORS DU PROFIL CONVENTIONNEL DU DEUXIEME PLAN D'EXPERIENCES SENSORIELLES

| | | |
|------------------------------|------------------|--------------|
| Intensité aromatique globale | Très peu intense | Très intense |
|------------------------------|------------------|--------------|

TEXTURE

| | | |
|------------------|------------------|--------------|
| Astringent | Très peu intense | Très intense |
| Collant | Très peu intense | Très intense |
| Crémeux | Très peu intense | Très intense |
| Epais | Très peu intense | Très intense |
| Lisse | Très peu intense | Très intense |
| Nappant /fondant | Très peu intense | Très intense |

AROME

| | | |
|-------------------|------------------|--------------|
| Amande | Très peu intense | Très intense |
| Banane | Très peu intense | Très intense |
| Beurre | Très peu intense | Très intense |
| Fraise | Très peu intense | Très intense |
| Nature | Très peu intense | Très intense |
| Noix de coco | Très peu intense | Très intense |
| Herbe/pomme verte | Très peu intense | Très intense |

SAVEUR

| | | |
|-------|------------------|--------------|
| Acide | Très peu intense | Très intense |
| Amer | Très peu intense | Très intense |
| Sucré | Très peu intense | Très intense |

ANNEXE 6

**RECHERCHE DU PH D'ARRET, DE LA CONCENTRATION EN EPAISSISSANT ET EN
POUDRE DE LAIT POUR LA FABRICATION DES YAOURTS BRASSES**

| Bloc | Epaississant (g/L) | Poudre de lait (g/L) | pH arrêt | Traitement mécanique | η^*_0 |
|------|--------------------|----------------------|----------|----------------------|------------|
| 1 | 13 | 30 | 4,65 | Faible | 44,82 |
| 1 | 13 | 30 | 4,65 | Faible | 44,75 |
| 1 | 13 | 30 | 4,65 | Faible | 45,3 |
| 2 | 13 | 30 | 4,65 | Faible | 42,69 |
| 2 | 13 | 30 | 4,65 | Faible | 42,68 |
| 2 | 13 | 30 | 4,65 | Faible | 43,32 |
| 1 | 13 | 30 | 4,65 | Fort | 32,54 |
| 1 | 13 | 30 | 4,65 | Fort | 32,92 |
| 1 | 13 | 30 | 4,65 | Fort | 33,18 |
| 2 | 13 | 30 | 4,65 | Fort | 33,06 |
| 2 | 13 | 30 | 4,65 | Fort | 33,035 |
| 2 | 13 | 30 | 4,65 | Fort | 33,94 |
| 1 | 13 | 30 | 4,45 | Faible | 54,68 |
| 1 | 13 | 30 | 4,45 | Faible | 55,53 |
| 1 | 13 | 30 | 4,45 | Faible | 56,52 |
| 2 | 13 | 30 | 4,45 | Faible | 49,99 |
| 2 | 13 | 30 | 4,45 | Faible | 50,45 |
| 2 | 13 | 30 | 4,45 | Faible | 51,49 |
| 1 | 13 | 30 | 4,45 | Fort | 38,95 |
| 1 | 13 | 30 | 4,45 | Fort | 39,34 |
| 1 | 13 | 30 | 4,45 | Fort | 39,92 |
| 2 | 13 | 30 | 4,45 | Fort | 40,03 |
| 2 | 13 | 30 | 4,45 | Fort | 40,32 |
| 2 | 13 | 30 | 4,45 | Fort | 41,01 |
| 1 | 13 | 50 | 4,65 | Faible | 45,66 |
| 1 | 13 | 50 | 4,65 | Faible | 45,88 |
| 1 | 13 | 50 | 4,65 | Faible | 46,33 |
| 2 | 13 | 50 | 4,65 | Faible | 40,61 |
| 2 | 13 | 50 | 4,65 | Faible | 40,95 |
| 2 | 13 | 50 | 4,65 | Faible | 41,6 |
| 1 | 13 | 50 | 4,65 | Fort | 30,08 |
| 1 | 13 | 50 | 4,65 | Fort | 30,42 |
| 1 | 13 | 50 | 4,65 | Fort | 30,8 |
| 2 | 13 | 50 | 4,65 | Fort | 30,9 |
| 2 | 13 | 50 | 4,65 | Fort | 31,23 |
| 2 | 13 | 50 | 4,65 | Fort | 31,81 |
| 1 | 13 | 50 | 4,45 | Faible | 51,96 |
| 1 | 13 | 50 | 4,45 | Faible | 52,94 |
| 1 | 13 | 50 | 4,45 | Faible | 53,6 |
| 2 | 13 | 50 | 4,45 | Faible | 55,49 |
| 2 | 13 | 50 | 4,45 | Faible | 55,8 |
| 2 | 13 | 50 | 4,45 | Faible | 56,5 |
| 1 | 13 | 50 | 4,45 | Fort | 38,17 |
| 1 | 13 | 50 | 4,45 | Fort | 38,71 |
| 1 | 13 | 50 | 4,45 | Fort | 39,29 |
| 1 | 0 | 30 | 4,65 | Faible | 9,3 |
| 1 | 0 | 30 | 4,65 | Faible | 9,47 |
| 1 | 0 | 30 | 4,65 | Faible | 9,64 |
| 2 | 0 | 30 | 4,65 | Faible | 9,81 |
| 2 | 0 | 30 | 4,65 | Faible | 9,82 |
| 2 | 0 | 30 | 4,65 | Faible | 9,93 |
| 1 | 0 | 30 | 4,65 | Fort | 4,59 |
| 1 | 0 | 30 | 4,65 | Fort | 4,62 |
| 1 | 0 | 30 | 4,65 | Fort | 4,65 |
| 2 | 0 | 30 | 4,65 | Fort | 4,54 |
| 2 | 0 | 30 | 4,65 | Fort | 4,53 |
| 2 | 0 | 30 | 4,65 | Fort | 4,57 |
| 1 | 0 | 30 | 4,45 | Faible | 11,96 |
| 1 | 0 | 30 | 4,45 | Faible | 12,17 |
| 1 | 0 | 30 | 4,45 | Faible | 12,46 |

| | | | | | |
|---|---|----|------|--------|-------|
| 2 | 0 | 30 | 4,45 | Faible | 12,6 |
| 2 | 0 | 30 | 4,45 | Faible | 12,82 |
| 2 | 0 | 30 | 4,45 | Faible | 13 |
| 1 | 0 | 30 | 4,45 | Fort | 6,77 |
| 1 | 0 | 30 | 4,45 | Fort | 6,77 |
| 1 | 0 | 30 | 4,45 | Fort | 6,86 |
| 2 | 0 | 30 | 4,45 | Fort | 6,52 |
| 2 | 0 | 30 | 4,45 | Fort | 6,5 |
| 2 | 0 | 30 | 4,45 | Fort | 6,52 |
| 1 | 0 | 50 | 4,65 | Faible | 17,54 |
| 1 | 0 | 50 | 4,65 | Faible | 17,62 |
| 1 | 0 | 50 | 4,65 | Faible | 17,73 |
| 2 | 0 | 50 | 4,65 | Faible | 14,68 |
| 2 | 0 | 50 | 4,65 | Faible | 15,12 |
| 2 | 0 | 50 | 4,65 | Faible | 15,46 |
| 1 | 0 | 50 | 4,65 | Fort | 9,1 |
| 1 | 0 | 50 | 4,65 | Fort | 9,34 |
| 1 | 0 | 50 | 4,65 | Fort | 9,42 |
| 2 | 0 | 50 | 4,65 | Fort | 8,55 |
| 2 | 0 | 50 | 4,65 | Fort | 8,63 |
| 2 | 0 | 50 | 4,65 | Fort | 8,79 |
| 1 | 0 | 50 | 4,45 | Faible | 24,36 |
| 1 | 0 | 50 | 4,45 | Faible | 24,55 |
| 1 | 0 | 50 | 4,45 | Faible | 24,74 |
| 2 | 0 | 50 | 4,45 | Faible | 23 |
| 2 | 0 | 50 | 4,45 | Faible | 23,07 |
| 2 | 0 | 50 | 4,45 | Faible | 23,32 |
| 1 | 0 | 50 | 4,45 | Fort | 9,8 |
| 1 | 0 | 50 | 4,45 | Fort | 9,86 |
| 1 | 0 | 50 | 4,45 | Fort | 9,97 |
| 2 | 0 | 50 | 4,45 | Fort | 9,67 |
| 2 | 0 | 50 | 4,45 | Fort | 9,72 |
| 2 | 0 | 50 | 4,45 | Fort | 9,83 |

ANNEXE 7

RESULTATS DE L'ANOVA A 1 FACTEUR (PH DES YAOURTS)

| | Valeur de F | Valeur de P |
|--|-------------|-------------|
| Acétate d'amyle | 80 | 0,0001 |
| Pentanoate d'éthyle | 40,14 | 0,0001 |
| Hexanal | 57,92 | 0,0001 |
| trans-2-Hexenal | 30,07 | 0,0001 |
| γ-octalactone | 4,45 | 0,0414 |

ANNEXE 8

CALCUL DE LA CONSTANTE THERMIQUE DE L'EAU ($a_{\text{therm.}}$) A L'AIDE DES MODELES THEORIQUES DE TRANSPORT

Les équations III-4 et III-5 montrent que nos mesures expérimentales donnent $Bi \approx 4$ à 20°C. Or, d'après l'équation III-3, seul la conductivité thermique est susceptible de varier avec la température. La conductivité thermique de l'eau à 20°C étant de 0,60 W/m.K, le produit $Bi \cdot \lambda \approx 2,4$. Calculons Z à 10°C et à 40°C avec ses valeurs de $Bi \cdot \lambda$.

A 10°C, $\lambda=0,58$ d'où $Bi=4,14$ et d'après l'équation III-7, $Z=1,27$.

A 40°C, $\lambda=0,63$ d'où $Bi=3,81$ et d'après l'équation III-7, $Z=1,25$.

Connaissant la diffusivité thermique à 10°C et 40°C qui est respectivement égale à $0,0014 \cdot 10^{-4}$ et à $0,0015 \cdot 10^{-4}$ (Bejan, 1993), nous en déduisons que a_{therm} à 10°C vaut 0,0075 et a_{therm} à 40°C vaut 0,0077. Ceci représente une variation inférieure à 5% qui est beaucoup plus faible que celle que nous déterminons expérimentalement.