

Article original

## Mise au point et validation d'une technique d'extraction des arômes du beurre permettant de conserver la typicité de l'odeur des produits

Christine Guyot<sup>a</sup>, Christelle Bonnafont<sup>a</sup>, Isabelle Lesschaeve<sup>a</sup>,  
Sylvie Issanchou<sup>a</sup>, Henri-Eric Spinnler<sup>b\*</sup>

<sup>a</sup> Laboratoire de recherche sur les arômes, Inra, 17, rue Sully, BV 1540,  
21034 Dijon cedex, France

<sup>b</sup> Groupe d'enseignement et de recherche en technologies et procédés alimentaires, INA PG,  
78850, Thiverval Grignon, France

(Reçu le 12 juin 1997 ; accepté le 22 septembre 1997)

**Abstract — Optimization and validation of an extraction procedure preserving odor characteristics of butters.** Analysis of aroma compounds in food products requires to achieve an odor representative extract. In the case of butter, odor quality of extracts obtained with vacuum distillation and water extraction was evaluated by a sensory panel. Aqueous extracts obtained by vacuum distillation were not representative of the original products. However, they restituted odor characteristics of the original butter if they were reincorporated in a model emulsion similar to the one they came from. Thus, aroma compounds were appreciated within a medium where their interactions with the other non-volatile constituents were taken into account. In the case of cultured butters characterized by a specific aroma due to the presence of hydrophobic molecules, these model emulsions preserved the odor specificity of original products. In the case of non-cultured butters, the aroma which is essentially made up of hydrophilic compounds, water extraction was the only method which led to representative extracts. © Inra/Elsevier, Paris.

**butter / aroma / extraction method / sensory analysis**

**Résumé —** L'obtention d'un extrait représentatif de l'odeur d'un aliment est une étape essentielle de l'analyse de ses composés d'arôme. Dans le cas du beurre, deux techniques d'extraction ont été comparées du point de vue de la qualité des extraits obtenus, avec l'aide d'un jury de dégustateurs: une technique d'extraction sous vide et une technique d'extraction à l'eau. Les extraits obtenus par distillation sous vide, purement aqueux, ne sont pas représentatifs des beurres d'origine. Néanmoins, ils en restituent toutes les qualités odorantes lorsqu'ils sont réincorporés au sein d'une émulsion comparable à celle du beurre. Les arômes extraits sont alors évalués dans un contexte tenant compte de leurs interactions avec les autres constituants du milieu. Dans le cas des

---

\* Correspondance et tirés à part.

beurres maturés développant un arôme spécifique grâce à la présence de molécules hydrophobes, de telles émulsions préservent la typicité odorante des produits d'origine. En revanche, dans le cas des beurres non maturés dont l'arôme se compose essentiellement de molécules hydrophiles, la technique d'extraction à l'eau se révèle mieux adaptée à l'obtention d'extraits représentatifs. © Inra/Elsevier, Paris.

## beurre / arôme / méthode d'extraction / analyse sensorielle

### 1. INTRODUCTION

De nombreuses techniques d'extraction reposent sur la volatilité des composés d'arôme. Néanmoins, dans le cas du beurre, aliment particulièrement riche en matières grasses, la plupart de ces molécules présentent une pression de vapeur réduite en raison de leur caractère lipophile. Il en résulte une diminution de l'efficacité de l'extraction [21]. La réalisation d'un extrait aromatique de beurre est par conséquent une étape délicate, mais primordiale avant d'appliquer des techniques de détection olfactive des composés intervenant dans la typicité des beurres, telles les techniques CHARM (*combined hedonic aroma response measurement*) [2], AEDA (*aroma extract dilution analysis*) [7, 10] et Osme [20].

L'odeur et l'arôme d'un aliment résultent d'un subtil équilibre entre les divers composés volatils et les autres constituants de la matrice. Cet équilibre dépend (i) de la composition et de l'hydrophobicité des molécules volatiles [13, 26], (ii) des paramètres physiques et chimiques caractérisant le milieu (teneur en eau et température) [5, 18] et (iii) des interactions établies entre les composés volatils et les autres constituants de la matrice (lipides, glucides et protéines) [5, 15, 17]. Idéalement, un extrait représentatif doit contenir quantitativement tous les composés d'arôme du produit initial. Cependant, toute méthode d'extraction entraîne des distorsions en privilégiant certaines familles chimiques. Il est donc primordial de vérifier

si des modifications ou des pertes de composés volatils, ayant un impact sensoriel important, se produisent au cours de l'extraction [12]. Le chercheur doit ainsi replacer l'extrait obtenu dans un environnement similaire à celui dont il provient, de façon à tester sa qualité odorante en tenant compte des interactions avec les constituants non volatils de la matrice [7, 9, 19, 25]. Dans cette optique, Abbott et al. [1] ont évalué la qualité olfactive d'extraits de bière en ajustant leur teneur en éthanol à celle des produits étudiés. Salles et al. [22] ont par ailleurs réalisé une base fromagère leur permettant d'évaluer l'impact sensoriel de certains composés d'arôme extraits de différents fromages. Par conséquent, la mise au point de milieux modélisant les produits alimentaires s'avère être une étape cruciale, permettant à un jury de dégustateurs d'apprécier plus précisément la représentativité de l'extrait en le comparant avec le produit initial.

Dans le cas des produits à fortes teneurs en lipides, les procédés d'extraction sous vide conduisent à des rendements acceptables pour une large gamme de composés volatils. Ainsi ces rendements sont supérieurs à 75 % dans le cas des méthylcétones présentant 3 à 12 atomes de carbone et supérieurs à 60 % dans le cas des alcools présentant 2 à 10 atomes de carbone [6, 8]. Cependant, la mise en œuvre de ces techniques nécessite plusieurs heures, limitant ainsi leur emploi.

Dans un aliment, les lipides ont tendance à piéger les composés d'arôme lipo-

philes, conduisant alors à une diminution de leur concentration dans la phase gazeuse environnante. Ils provoquent, par conséquent, une augmentation de leurs seuils de perception [11, 16, 26]. Pour cette raison, dans un milieu aussi hydrophobe que le beurre, les molécules lipophiles jouent probablement un rôle mineur sur l'odeur. Par conséquent, une technique d'extraction à l'eau a été étudiée afin de recueillir les composés les plus hydrophiles susceptibles de participer à l'odeur du beurre.

À l'aide d'une étude préliminaire, nous avons choisi trois types de produits présentant des caractéristiques odorantes significativement différentes: un beurre traditionnel originaire des Charentes présentant des notes « noisettes » et « herbacées », un beurre d'origine normande fabriqué selon le procédé NIZO® [27, 28], présentant des notes crèmeuses, et une crème non maturée ayant servi à la fabrication du beurre Normand, présentant des notes lactées. L'objectif de cette étude a été d'optimiser les deux procédés d'extraction pour obtenir des extraits de beurre représentatifs. À chaque étape, nous avons invité un jury de dégustateurs à évaluer la qualité de l'odeur des extraits obtenus. Ceux-ci ont été ou non replacés dans un contexte physico-chimique similaire à celui dont ils provenaient, afin de rétablir les interactions existant initialement entre les arômes et les autres constituants de la matrice.

## 2. MATÉRIEL ET MÉTHODES

### 2.1. Beurres

Tous les produits sont pasteurisés et conditionnés en plaquettes de 250 g. Leur achat est

dicté par leur date de fabrication ne devant pas excéder  $4 \pm 1$  semaines.

Le beurre des Charentes (C) est un beurre fabriqué de façon traditionnelle, avec une appellation d'origine contrôlée. Il est obtenu après le barattage d'une crème maturée par des bactéries lactiques.

Le beurre de Normandie ( $N_1$ ) est un beurre portant la mention « gastronomique et extra-fin ». Ce beurre est fabriqué selon le procédé mis au point et breveté par le NIZO [27, 28]. Il est obtenu à partir d'une crème non maturée. Après le barattage de la crème, un levain acidifiant et aromatisant est ajouté aux grains de beurre pour conduire au produit final.

La crème non acidifiée et non maturée ayant servi à la fabrication du beurre de Normandie a également été examinée. Pour les besoins de cette étude, elle a simplement été barattée ( $N_0$ ).

Afin de limiter l'évolution des échantillons au sein d'un même lot de beurre, les produits étaient conservés à  $-18^\circ\text{C}$  avant d'être utilisés. Les beurres subissant une extraction sont employés congelés. Ceux destinés à l'analyse sensorielle sont préalablement décongelés durant 12 heures à  $4^\circ\text{C}$  à l'abri de la lumière.

### 2.2. Constituants du milieu modèle destiné à tester la représentativité des extraits

La phase hydrophobe du milieu modèle est constituée d'huile de paraffine (Primol 352) (GHM SIGG, Marseille, France). Cette huile est composée d'alcane saturés (masse moléculaire moyenne :  $490\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ), et sa densité à  $20^\circ\text{C}$  s'élève à 0,86. Cette huile a été choisie pour (i) son caractère inodore, (ii) son inertie vis-à-vis de la plupart des composés chimiques et (iii) sa composition relativement constante au cours du temps.

L'émulsifiant (MG 2606) est constitué de mono-diglycérides d'acide gras. Il est fabriqué par la société Oléofina (Paris, France). Cet émulsifiant est inodore et présente une balance hydrophile / lipophile caractérisée par une HLB§ de 3.

§ Balance hydrophile/lipophile (HLB) : indice fondé sur des considérations semi-empiriques, permettant d'estimer l'hydrophobicité de l'agent émulsifiant en considérant les proportions relatives des parties hydrophiles et hydrophobes. HLB : (poids de la partie hydrophile / poids de la partie hydrophobe)  $\times (100/5)$ .

## 2.3. Techniques d'extraction

### 2.3.1. Distillation sous vide

Le dispositif d'extraction est une adaptation de celui décrit par Dumont et al. [6]. Cinq cents grammes de beurre sont débités en dés de 1 cm<sup>3</sup>, et placés dans un ballon cannelé de 4 L. Celui-ci plonge dans un bain-marie thermostaté à 35 ± 1 °C ayant pour rôle de maintenir le beurre en fusion afin de faciliter l'extraction. Les modifications apportées sont les suivantes :

– lorsque le beurre est fondu, un moteur d'entraînement Rotavapor® assure la rotation du ballon, pour assurer l'homogénéité du produit ;

– lorsque la pression atteint 10<sup>-2</sup> mbar à l'intérieur du circuit, la distillation se poursuit en vide statique durant 1 heure (méthode optimisée) ou 5 heures 30 (méthode longue) ;

– seul le distillat aqueux du piège placé après le ballon cannelé est soigneusement recueilli et pesé. Il est ensuite immédiatement congelé à -18 °C.

### 2.3.2. Extraction à l'eau

Une quantité de 300 g de beurre congelé est mélangée à 400 mL d'eau à 40 ± 1 °C. L'ensemble est placé sous agitation dans un bain-marie thermostaté à 40 ± 1 °C. Lorsque la fusion du beurre est complète, l'extraction se poursuit durant 1 h. L'échantillon est alors centrifugé à 12 500 g durant 30 minutes à 4 °C (centrifugeuse Jouan KR22i). La phase aqueuse est ensuite recueillie et filtrée sur de la gaze. L'échantillon est alors immédiatement utilisé.

## 2.4. Évaluation sensorielle

### 2.4.1. Échantillons présentés

Les beurres sont présentés dans des gobelets en plastique à usage alimentaire (sans odeur). Les quantités sont respectivement de 5 g ou 10 g si les essais ont lieu par flairage ou avec mise en bouche. Préalablement à la séance d'analyse sensorielle, les échantillons sont disposés dans la salle de dégustation, afin d'être à la température de la pièce au moment de l'évaluation.

Les extraits aqueux obtenus après une extraction à l'eau sont présentés en l'état, le facteur de dilution apporté par la méthode d'extraction ne nous permettant pas de les replacer au sein d'une émulsion modèle. Les extraits obtenus après une distillation sous vide sont évalués sous deux formes : dilués 12 fois (cette dilution correspond à l'ajustement de la quantité d'extrait aqueux obtenu à partir de 500 g de beurre dans 500 mL d'eau. La concentration des arômes est alors deux fois plus faible, comparée à celle du beurre d'origine) ou en émulsion dans le milieu modèle. La composition de cette émulsion est la suivante (pour 100 g de milieu) : 16 g d'extrait, 1 g d'émulsifiant et 83 g d'huile de paraffine. La teneur en huile correspond au pourcentage de matière grasse des beurres. Les émulsions sont réalisées avec un appareil Ika-Ultra-Turax T25 (Janke et Kunkel, Staufen, Allemagne) ; 30 s pour 100 mL. Leur préparation est réalisée à 4 °C afin de minimiser les pertes en composés d'arôme.

Le pH des extraits est ajusté à celui des beurres dont ils proviennent (4,5 ; 5,2 et 6,5 respectivement pour C, N<sub>1</sub> et N<sub>0</sub>) avec des solutions de NaOH 0,01 N ou d'HCl 0,01 N. Les mesures sont réalisées avec une électrode de pH (modèle A90333, Bioblock Scientific, Illkirch France) reliée à un microprocesseur (modèle A93313, Bioblock Scientific, France).

Les extraits ou les émulsions sont placés dans des flacons bruns bouchés de 60 mL à raison de 20 mL par flacon. Les tests ont lieu uniquement par flairage. Les flacons sont remplis la veille des séances d'analyse sensorielle et placés à 15 °C. Ils sont ensuite déposés dans la salle de dégustation afin d'être à la température de la pièce au moment de l'évaluation.

### 2.4.2. Locaux

La salle d'analyse sensorielle est équipée selon la norme Afnor V09-105 [4]. Les évaluations ont eu lieu à 20 ± 1 °C sous lumière rouge. La création des questionnaires, l'identification des sujets et la saisie des données sensorielles sont réalisées à l'aide du logiciel PSA® (OP & P, Utrecht, Pays-Bas).

### 2.4.3. Sujets

Un jury externe a participé à cette étude. Vingt personnes ayant déjà pratiqué l'analyse sensorielle et appelées à évaluer d'autres pro-

duits laitiers, ont été sélectionnées et entraînées pour leurs capacités à discriminer, mémoriser et reconnaître différentes perceptions gustatives et olfactives. Les tests de sélection subis par l'ensemble du panel sont ceux préconisés par Issanchou et al. [14]. L'entraînement des sujets porte sur l'apprentissage des tests réalisés par la suite.

#### 2.4.4. Tests sensoriels

Pour tous les tests, l'ordre de présentation des échantillons est aléatoire et différent pour chaque sujet :

– *test triangulaire* : cette épreuve a été utilisée d'une part pour vérifier que les sujets étaient capables de différencier les beurres et d'autre part pour tester si les extraits correspondant aux beurres étaient également sensoriellement différents ; les tests ont été réalisés selon la norme Afnor V09-013 [3] ;

– *test de similitude d'odeur* : il a pour objet de comparer la qualité odorante de différents extraits, en les confrontant au beurre dont ils proviennent ; les sujets doivent placer plusieurs échantillons sur une échelle non structurée de 12 cm, selon leur similitude d'odeur avec un beurre témoin ; l'échelle de notation oppose les caractères « le plus proche du témoin » et « le plus différent du témoin » ;

– *test de description* : il permet de déterminer les notes odorantes caractéristiques des beurres et de leurs extraits (bruts ou en émulsion) et de les comparer afin d'apprécier la qualité de l'extraction. Les sujets décrivent aussi précisément que possible l'odeur des échantillons présentés sur un questionnaire

papier. Les notes odorantes sont ensuite classées selon leur fréquence de citation.

## 2.5. Traitement statistique

Toutes les analyses statistiques sont réalisées avec le logiciel SAS (SAS Institute, Inc., Cary, NC États-Unis). Pour les tests de similitude, les moyennes des distances sont comparées avec une analyse de la variance (ANOVA) selon le modèle :

« distance » = « distance moyenne » + «  $a_1$  extrait » + «  $a_2$  sujet » + «  $a_3$  sujet  $\times$  extrait » + « erreur ». Le facteur sujet est considéré comme aléatoire, et l'effet extrait est donc testé par rapport à l'interaction (sujet  $\times$  extrait). Si les différences entre les échantillons sont significatives, une comparaison multiple des moyennes est effectuée avec un test de Student-Newman-Keuls.

## 3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

### 3.1. Beurres

Dans un premier temps, les sujets ont été amenés à comparer par flairage l'odeur des trois beurres à l'aide d'un test triangulaire. Comparés deux à deux, les trois produits ont tous été différenciés au seuil de 5 % (tableau I).

Nous avons également réalisé un test triangulaire avec mise en bouche pour

**Tableau I.** Résultats des tests triangulaires concernant l'odeur et l'arôme des beurres  $N_0$ ,  $N_1$  et C\*.  
**Table I.** Results of triangular tests concerning odour and flavour of  $N_0$ ,  $N_1$  and C butters\*.

Odeur			Arôme		
$N_1$ -C	$N_1$ - $N_0$	C- $N_0$	$N_1$ -C	$N_1$ - $N_0$	C- $N_0$
11 / 20	15 / 20	19 / 20	10 / 20	11 / 20	15 / 20
( $p \leq 0,05$ )	( $p \leq 0,001$ )	( $p \leq 0,001$ )	(N.S.)	( $p \leq 0,05$ )	( $p \leq 0,001$ )

\* Nombre de réponses correctes / nombre total de réponses (niveau de significativité du test). N.S. : non significatif.

\* Number of correct answers / total number of answers (significance level of test). N.S. : not significant.

comparer l'arôme des beurres  $N_0$ ,  $N_1$  et C. Si les sujets ont pu différencier le beurre  $N_0$  des beurres  $N_1$  ou C au seuil de 5 %, ils n'ont pu en revanche distinguer le beurre  $N_1$  du beurre C (tableau I).

La différence entre les beurres est davantage perceptible à l'odeur. Aussi, nous nous sommes limités à l'étude de la représentativité de l'odeur des beurres. De plus, les extraits, seuls ou en émulsion dans l'huile de paraffine, ne sont pas de qualité alimentaire et ont donc seulement été appréciés par flairage.

### 3.2. Extraits

Après nous être assurés des différences odorantes existant entre les trois beurres, nous avons comparé les extraits résultant de deux techniques d'extraction: une extraction sous vide et une extraction à l'eau.

#### 3.2.1. Extraction sous vide primaire

Les conditions opératoires de la procédure d'extraction sous vide résultent d'une optimisation, dont chaque étape a été validée d'un point de vue sensoriel. Par la suite, les extraits aqueux obtenus avec cette technique seront dénommés « extraits primaires ».

Dumont et al. [6] poursuivaient l'extraction sous vide statique durant plusieurs heures. Nous avons cherché à réduire la durée de cette opération. À cette fin, nous avons comparé les extraits primaires obtenus après 5 heures 30 d'extraction sous vide statique avec ceux obtenus après 1 heure. Nous avons choisi le beurre C, jugé le plus aromatique. Deux types de tests ont été réalisés: un test triangulaire et un test de similitude d'odeur.

Lors du test triangulaire, dix sujets sur vingt ont trouvé l'échantillon non répété. Ce résultat indique que les extraits ne sont pas significativement différents au seuil de 5 %. Mais sur les 10 personnes ayant discriminé les deux échantillons, si on considère arbitrairement que 37,5 % de ces dégustateurs ont vraiment perçu une différence, les extraits peuvent être déclarés identiques à tort avec un risque de seconde espèce  $\beta$  de 16 % [24]. Afin de préciser les résultats du test triangulaire, nous avons réalisé un test de similitude d'odeur par rapport au beurre C, dont les résultats sont donnés dans le tableau II.

Les moyennes des distances sont proches et une analyse de variance sur ces distances a révélé que les différences entre les extraits n'étaient pas significatives. Ces résultats confirment ceux obtenus lors du test triangulaire et nous avons donc conclu

**Tableau II.** Résultat du test de similitude d'odeur d'extraits primaires obtenus après 1 heure ou 5 heures 30 d'extraction sous vide statique par comparaison avec le beurre témoin C.

**Table II.** Result of similarity test concerning primary extracts obtained after 1 hour or 5 hours 30 in static vacuum distillation, in comparison with the reference butter C.

Durée de l'extraction	Moyenne des distances <sup>1</sup> (écart type)	
1 heure	58,8	(25,8)
1 heure	61,3	(27,4)
5 heure 30	57,7	(29,2)

<sup>1</sup> Moyenne des distances = moyenne des distances sur l'échelle de 0 à 100 par rapport au beurre témoin (0 = le plus proche du témoin ; 100 = le plus différent du témoin).

<sup>1</sup> Distance mean: distances on the 0 to 100 scale in comparison with the reference butter (0 = the closest to reference; 100 = the most different from reference).

à une absence de différence sensorielle entre les deux types d'extrait (*tableau II*). Les arômes les plus volatils sont extraits en 1 heure, en même temps que la quasi-totalité de l'eau contenue dans le beurre.

Les caractéristiques sensorielles des extraits se révèlent assez éloignées de celles du beurre témoin, comme en témoigne l'importance des distances moyennes (*tableau II*). Cela est vraisemblablement lié au contexte aqueux dans lequel les arômes ont été évalués, contexte totalement différent de celui du beurre. Ainsi, un tel système favorise le relargage des molécules apolaires, entraînant une augmentation de leur tension de vapeur et, par voie de conséquence, de leur intensité odorante [13]. À l'inverse, les molécules odorantes de nature hydrophile, retenues par le milieu, sont vraisemblablement moins perceptibles. Ces deux phénomènes entraînent une distorsion de l'odeur perçue, car les quantités de composés volatils disponibles au-dessus des extraits ne sont pas identiques à celles normalement présentes au-dessus d'un échantillon de beurre. Aussi, afin de pouvoir étudier la représentativité des extraits primaires, nous les avons replacés au sein d'une émulsion

modèle, comparable à celle existant au sein du beurre, composée à 83 % d'huile de paraffine et d'1 % d'émulsifiant.

### 3.2.2. Extraction à l'eau

Avec un test triangulaire, les sujets ont comparé l'odeur des extraits hydrosolubles deux à deux. Parmi les 18 sujets présents, 11 ont différencié les beurres  $N_1$  et C, 14 ont différencié les beurres  $N_0$  et  $N_1$  et 16 ont différencié les beurres  $N_0$  et C. Les différences entre toutes les paires d'extraits sont donc significatives au seuil de 5 %.

### 3.3. Comparaison des extraits hydrosolubles, des extraits primaires et des extraits primaires en émulsions

Pour déterminer la technique d'extraction la plus adaptée à l'étude des arômes du beurre, nous avons comparé avec un test de similitude d'odeur, l'extrait hydrosoluble, l'extrait primaire et l'émulsion réalisée à partir de cet extrait, pour chacun des produits. Les résultats concernant la comparaison des trois extraits sont reportés dans le *tableau III*.

**Tableau III.** Résultats des tests de similitude d'odeur entre les beurres  $N_0$ ,  $N_1$  et C, et les extraits primaires, les émulsions à base de ces extraits et les extraits hydrosolubles\*.

**Table III.** Results of odour similarity tests between the  $N_0$ ,  $N_1$  and C butters, and the primary extracts, the primary extract emulsions and the water-soluble extracts\*.

	Moyenne des distances <sup>1</sup> (écart type)					
	Beurre $N_0$		Beurre $N_1$		Beurre C	
Extrait primaire	76,2	(28,0) <sup>a</sup>	72,9	(27,9) <sup>a</sup>	76,7	(20,1) <sup>a</sup>
Émulsion d'extrait primaire	51,9	(26,3) <sup>b</sup>	36,7	(30,1) <sup>b</sup>	21,3	(22,2) <sup>c</sup>
Extrait hydrosoluble	30,2	(29,3) <sup>c</sup>	36,2	(24,3) <sup>b</sup>	46,7	(30,6) <sup>b</sup>

<sup>1</sup> Moyenne des distances : moyenne des distances sur l'échelle de 0 à 100 par rapport au beurre témoin (0 = le plus proche du témoin, 100 = le plus différent du témoin). \* Les valeurs d'une même colonne portant une lettre identique ne sont pas significativement différentes ( $p \leq 0,05$ ).

<sup>1</sup> Distance mean: distances on the 0 to 100 scale in comparison with the reference butter (0 = the closest to reference; 100 = the most different from reference). \* Values in the same column with the same letter are not significantly different ( $P \leq 0,05$ ).

Pour le beurre C, l'odeur de l'émulsion réalisée à partir de l'extrait primaire est la plus proche de celle du beurre. Inversement, pour le beurre  $N_0$ , l'extrait hydrosoluble est le plus représentatif. Dans le cas du beurre  $N_1$ , l'émulsion à base d'extrait primaire et l'extrait hydrosoluble ont des similitudes odorantes équivalentes. Afin de mieux comprendre ces similitudes, nous nous sommes intéressés aux notes odorantes des beurres et de leurs extraits.

### 3.4. Comparaison des notes odorantes des beurres, des extraits primaires, des extraits primaires en émulsion et des extraits hydrosolubles

Ces descriptions nous ont permis d'une part de caractériser les différences olfactives existant entre les trois beurres, et d'autre part de mettre en évidence les notes odorantes communes aux beurres et à leurs différents extraits (*tableau IV*).

#### 3.4.1. Beurre $N_0$

Le beurre  $N_0$ , obtenu à partir du barattage d'une crème non maturée et non acidifiée, présente une note « lait » accentuée en accord avec son origine (*tableau IV*). Ce caractère se retrouve dans les extraits hydrosolubles, mais est légèrement exacerbé par rapport au produit d'origine, tout comme les notes « beurre » et « petit lait ». Des notes « vanille » et « étable » apparaissent, mais restent mineures. Les extraits primaires bruts ou en émulsion restituent mal les caractéristiques lactées du beurre  $N_0$ , et sont essentiellement décrits par des notes « herbacé » et « rance ». Ces résultats confirment ceux du test de similitude, où l'extrait hydrosoluble s'était avéré être le plus proche du beurre  $N_0$  (*tableau III*).

#### 3.4.2. Beurre $N_1$

Le beurre  $N_1$ , fabriqué selon le procédé NIZO<sup>®</sup>, provient de la même matière première que le beurre  $N_0$ . Pour cette raison, il présente encore une note « lait » marquée, mais les notes « beurre », « crème » et « noisette » se sont développées grâce à l'injection du levain aromatisant (*tableau IV*).

L'extrait primaire a perdu une grande partie des caractéristiques initiales du beurre. La mise en émulsion restitue partiellement la note « beurre », mais la note « plastique » est plus accentuée. Enfin, dans l'extrait hydrosoluble du beurre  $N_1$ , les notes « beurre » et « petit lait » sont exacerbées.

Lors du test de similitude, l'extrait en émulsion et l'extrait hydrosoluble ont été placés à la même distance du témoin (*tableau III*), mais leur positionnement sur l'échelle de notation laisse penser que les sujets n'ont pas retrouvé toutes les caractéristiques du beurre initial, et en particulier les notes « crème » et « noisette » (*tableau IV*). Cependant, si l'on se réfère aux caractéristiques odorantes données dans le *tableau IV*, l'extrait hydrosoluble s'avère plus proche du beurre témoin que l'extrait primaire en émulsion, ce dernier apparaissant comparable à l'extrait primaire brut.

#### 3.4.3. Beurre C

Le beurre C de fabrication traditionnelle présente surtout des notes « beurre » et « crème », et apparaît légèrement plus « rance » et « herbacé » que les autres beurres (*tableau IV*). La plupart de ces notes aromatiques apparaissent exacerbées dans l'extrait hydrosoluble, tandis que dans l'extrait primaire, les notes lactées sont en partie masquées par des notes « caramel », « plastique » et « rance ». Seule la mise en émulsion de l'extrait pri-

**Tableau IV.** Odeur des beurres N<sub>0</sub>, N<sub>1</sub> et C, de leurs extraits primaires, de leurs extraits primaires en émulsion et de leurs extraits hydrosolubles : fréquence de citations des principaux descripteurs\*.

**Table IV.** Odour of N<sub>0</sub>, N<sub>1</sub> and C butters, of their primary extracts, of their primary extract emulsions, and of their water-soluble extracts: quotation frequency of the main descriptors\*.

Descripteur	N <sub>0</sub>				N <sub>1</sub>				C			
	Beurre	Ext. primaire	Ext. en émulsion	Ext. hydrosol.	Beurre	Ext. primaire	Ext. en émulsion	Ext. hydrosol.	Beurre	Ext. primaire	Ext. en émulsion	Ext. hydrosol.
Beurre	6/7	3	4/5	10/8	11/16	5	5/7	17/13	9/15	8	12/13	19/18
Caramel	-/1	2	-/-	2/1	3/2	2	-/-	3/1	-/1	6	3/	4/5
Carton	-/-	-	-/1	-/-	-/-	-	3/-	1/1	-/-	-	4/-	1/1
Chou	-/-	-	1/6	-/-	-/-	-	-/1	-/-	-/-	-	-/-	-/-
Crème	1/2	-	-/-	1/3	11/7	2	1/3	4/4	6/8	2	4/9	11/10
Etable	2/-	2	-/-	4/2	1/-	2	-/-	2/1	-/-	-	-/-	-/1
Fromage blanc	-/-	-	-/1	-/-	-/-	-	2/-	-/-	1/2	-	3/5	-/-
Herbacé	2/2	7	6/2	2/4	1/-	3	3/1	3/-	6/1	5	3/1	5/8
Lait	13/13	2	4/4	12/17	9/9	2	4/2	10/9	1/3	-	4/1	3/4
Noisette	3/1	-	4/2	2/2	6/6	3	3/1	5/4	3/5	1	2/2	-/4
Petit lait	2/1	-	-/-	8/3	1/4	1	1/7	4/5	2/5	-	2/6	8/6
Plastique	2/1	2	4/3	1/-	1/1	3	6/4	2/2	-/-	5	5/2	2/-
Rance	2/2	6	3/4	4/3	3/-	4	5/5	3/3	3/5	7	2/3	2/2
Vanille	-/-	1	-/-	-/4	2/-	-	-/-	1/-	-/-	1	-/-	1/1

\* Répétition 1 / répétition 2. Seuls les descripteurs cités au moins 4 fois au cours d'une répétition pour l'un des échantillons sont reportés. Les descriptions ont été réalisées par 20 sujets, à l'exception de la seconde répétition concernant les extraits hydrosolubles où seules 18 personnes étaient présentes.

\* Repetition 1 / repetition 2. Only descriptors quoted at least 4 times in the course of a session for one of the samples are reported. Descriptions were performed by 20 subjects, except the second session concerning water-soluble extracts where only 18 persons were present.

maire permet de correctement restituer les notes présentes dans le produit d'origine, malgré la persistance de la note « plastique » et l'apparition de nouveaux descripteurs mineurs : « fromage blanc » et « carton ». Cela confirme les résultats du test de similitude où l'extrait primaire en émulsion est apparu le plus proche du beurre témoin (tableau III).

Le procédé d'extraction à l'eau favorise l'extraction des molécules hydrophiles, telles le diacétyl responsable de la note « beurre ». Dans le cas des beurres peu aromatiques (beurre  $N_0$ ), les extraits obtenus restituent, en les accentuant, la plupart des caractéristiques des produits d'origine. Cela laisse présager que les composés responsables de l'odeur des beurres non maturés sont en majorité de nature hydrophile, et se retrouvent en phase vapeur au-dessus des extraits, à des concentrations supérieures à celles du produit initial. Néanmoins, cette méthodologie n'étant pas quantitative pour les composés odorants hydrophobes, elle ne permet pas d'accéder directement aux molécules responsables des caractéristiques odorantes des beurres maturés.

Le procédé d'extraction sous vide entraîne vraisemblablement des composés plus hydrophobes. En raison de leur caractère lipophile, ceux-ci sont libérés dans l'atmosphère gazeuse faute d'interactions avec la phase grasse, et modifient les caractéristiques odorantes de l'extrait aqueux. Pour cette raison, ce dernier doit être replacé dans un contexte similaire à celui du beurre, afin de restituer la plupart des notes odorantes du produit initial, car les arômes lipophiles ont un impact odorant réduit après la mise en émulsion. Cette technique d'extraction est plus appropriée aux beurres particulièrement aromatiques (beurres C et  $N_1$ ) et restitue les nuances odorantes existant entre les deux produits. Cela laisse supposer que certains composés responsables de la typicité des beurres

maturés sont vraisemblablement de nature hydrophobe.

#### 4. CONCLUSION

Avec cette étude, l'extraction à l'eau apparaît être la meilleure technique pour obtenir des extraits représentatifs de beurres ne subissant pas de maturation biologique. Cette méthodologie privilégie les molécules hydrophiles, et préserve l'équilibre des arômes existant entre le produit examiné par le jury de dégustation et son atmosphère gazeuse. Néanmoins, elle n'est pas quantitative pour les composés odorants hydrophobes.

La distillation sous vide primaire est une méthodologie permettant d'extraire de façon représentative les arômes responsables de la typicité des beurres plus aromatiques ayant subi une maturation biologique. Extraits en même temps que l'eau contenue dans l'aliment, les composés volatils les plus importants d'un point de vue olfactif ne sont pas seulement de nature hydrophile. Certains d'entre eux, plus hydrophobes, sont sans doute des composés clés de l'arôme des beurres. C'est le cas par exemple de la  $\delta$ -décylactone [23, 25]. Néanmoins, la qualité olfactive de l'extrait aqueux ne peut être évaluée directement, et nécessite de le replacer dans une matrice analogue au beurre. Enfin, il est clair que cette méthode n'est pas quantitative pour les composés lourds et en particulier les lactones à longue chaîne aliphatique, échappant en partie à l'extraction.

#### REMERCIEMENTS

Cette étude a été réalisée grâce au concours financier du ministère de l'Éducation nationale, de l'Enseignement supérieur, de la Recherche et de l'Insertion professionnelle, et de la Région Bourgogne.

## RÉFÉRENCES

- [1] Abbott N., Etiévant P., Langlois D., Lesschaeve I., Issanchou S., Evaluation of the representativeness of the odor of beer extract prior to analysis by GC eluate sniffing, *J. Agric. Food Chem.* 41 (1993) 777-780.
- [2] Acree T.E., Barnard J., Cunningham D.G., A procedure for the sensory analysis of gas chromatographic effluents, *Food Chem.* 14 (1984) 273-286.
- [3] Afnor, Analyse sensorielle. Essai triangulaire. Norme V 09-013. Association française de normalisation, Paris, 1983.
- [4] Afnor, Analyse sensorielle, Directives générales pour l'implantation de locaux destinés à l'analyse sensorielle. Norme V 09-105, Association française de normalisation, Paris, 1987.
- [5] Druaux C., Lubbers S., Charpentier C., Voilley A., Effects of physico-chemical parameters of a model wine on the binding of  $\gamma$ -decalactone on bovine serum albumin, *Food Chem.* 53 (1995) 203-207.
- [6] Dumont J.P., Roger S., Adda J., Étude des composés volatils neutres présents dans les fromages à pâte molle et à croûte lavée, *Lait* 54 (1974) 31-43.
- [7] Etiévant P.X., Moio L., Guichard E., Langlois D., Lesschaeve I., Schlich P., Chambelland E., Aroma extract dilution analysis (AEDA) and the representativeness of the odour of food extracts, in: Maarse H., van der Heij D.G., (eds), *Trends in Flavour Research*, Elsevier Science, Londres, 1994, 179-190.
- [8] Forss D.A., Holloway G.L., Recovery of volatile compounds from butter oil, *J. Am. Oil Chem. Soc.* 44 (1967) 572-575.
- [9] Forss D.A., Stark W., Urbach G., Volatile compounds in butter oil. I. Lower boiling compounds, *J. Dairy Res.* 34 (1967) 131-137.
- [10] Grosch W., Detection of potent odorants in foods by aroma extract dilution analysis, *Trends Food Sci. Technol.* 4 (1993) 68-73.
- [11] Guadagni D.G., Buttery R.G., Tumbaugh J.G., Odour thresholds and similarity ratings of some potato chip components, *J. Sci. Food Agric.* 23 (1972) 1435-1444.
- [12] Guichard E., Schlich P., Issanchou S., Composition of apricot aroma: correlations between sensory and instrumental data, *J. Food Sci.* 55 (1990) 735-738.
- [13] Guyot C., Bonnafont C., Lesschaeve I., Issanchou S., Voilley A., Spinnler H.E., Effect of fat content on odor intensity of three aroma compounds in model emulsions:  $\delta$ -decalactone, diacetyl and butyric acid, *J. Agric. Food Chem.* 44 (1996) 2341-2348.
- [14] Issanchou S., Lesschaeve I., Köster E.P., Screening individual ability to perform descriptive analysis of food products: basic statements and application to a camembert cheese descriptive panel, *J. Sensory Stud.* 10 (1995) 349-368.
- [15] King B., Sensory profiling of vanilla ice cream: flavour and base interactions, *Lebensm. Wiss. Technol.* 27 (1994) 450-456.
- [16] Land D.G., Some factors influencing the perception of flavour-contributing substances in food, in: Land D.G., Nurstein H.E., (eds), *Progress in Flavor Research*, Applied Science Publishers, Barking, UK, 1979, pp. 53-66.
- [17] Langourieux S., Crouzet J., Study of aroma compounds-polysaccharides interactions by dynamic exponential dilution, *Lebensm. Wiss. Technol.* 27 (1994) 544-549.
- [18] Le Thanh M., Thibeau P., Thibaut M., Voilley A., Interactions between volatile and non-volatile compounds in the presence of water, *Food Chem.* 43 (1992) 129-135.
- [19] Le Thanh M., Voilley A., Phan Tan Luu R., Influence de la composition d'un milieu de culture modèle sur le coefficient de partage vapeur-liquide de substances aromatisantes, *Sci. Aliments* 13 (1993) 699-710.
- [20] Miranda-Lopez R., Libbey L.M., Watson B.T., McDaniel M.R., Odor analysis of Pinot Noir wines from grapes of different maturities by a gas chromatography-olfactometry technique (Osme), *J. Food Sci.* 57 (1992) 985-1019.
- [21] Reineccius G.A., Isolation, separation and characterization of flavor compounds in lipids, in: Min D.B., Smouse T.H. (eds), *Flavor chemistry of fats and oils*, The American Oil Chemists' Society, Champaign, Illinois, États-Unis, 1985, pp. 263-300.
- [22] Salles C., Dalmas S., Septier C., Issanchou S., Noël Y., Etiévant P., Le Quére J.L., Production of a cheese model for sensory evaluation of flavour compounds, *Lait* 75 (1995) 535-549.
- [23] Schieberle P., Gassenmeier K., Guth H., Sen A., Grosch W., Character impact odour compounds of different kinds of butter, *Lebensm. Wiss. Technol.* 26 (1993) 347-356.
- [24] Schlich P., Risk tables for discrimination tests, *Food Qual. Pref.* 4 (1993) 141-151.
- [25] Urbach G., Stark W., Forss D.A., Volatile compounds in butter oil. II. Flavour and flavour thresholds of lactones, fatty acids, phenols, indole and skatole in deodorized synthetic butter, *J. Dairy Res.* 39 (1972) 35-47.
- [26] Van Boekel M.A.J.S., Lindsay R.C., Partition of cheese volatiles over vapour, fat and aqueous phases, *Neth. Milk Dairy J.* 46 (1992) 197-208.
- [27] Van Den Berg G., Stadhouders J., Veringa H.A., Une méthode alternative de fabrication de beurre acide et aromatique à partir de crème douce (1), *Technol. Lait* 2 (1977a) 5-12.
- [28] Van Den Berg G., Smale E.J.W.L., Stadhouders J., Veringa H.A., Une méthode alternative de fabrication de beurre acide et aromatique à partir de crème douce (2), *Technol. Lait* 12 (1977b) 13-19.