
l'aliment à la perception des composés d'arôme

2.1.1. Définition de la flaveur d'un aliment

La flaveur d'un aliment est caractérisée par quatre notions importantes qui sont l'odeur, les saveurs, les sensations trigéminales et l'arôme du produit.

L'*odeur* est définie par un mélange de composés organiques volatils (COVs) qui sont libérés de la matrice et perçus directement au nez, au niveau de l'épithélium olfactif du sujet. La perception olfactive est aussi appelée perception nasale directe ou encore perception orthonasale. Un grand nombre de molécules peuvent être responsables de l'odeur d'un produit : des alcools, aldéhydes, cétones, acides carboxyliques, esters, lactones, furanes, etc.

Les *saveurs* et les *sensations trigéminales* sont des sensations gustatives (Tournier, Sulmont-Rossé, *et al.*, 2007). Elles sont générées par des molécules non-volatiles appelées *tastants* libérés au cours de la déstructuration du produit en bouche. Il existe cinq saveurs connues à ce jour : le salé, le sucré, l'acide, l'amer et l'umami. Elles sont perçues principalement sur la langue, en différentes zones, par les bourgeons du goût. Un grand nombre de *tastants* ont été mis en évidence et contribuent aux saveurs salée (NaCl, KCl, etc.), sucrée (glucose, sucrose, aspartame, acésulfame-K, etc.), acide (acide citrique, malique, tartrique, etc.), amer (quinines, acides aminés) et umami (acides aminés, L-glutamate, etc.). Les sensations trigéminales sont perçues sur l'ensemble de la muqueuse buccale et sont définies par des impressions de pseudo-chaleur (chaud/froid) ou d'irritations (astrigent, piquant). Des sensations de chaud/piquant peut être générées par des alcaloïdes (capsaïcine, pipérine, sinigrine, etc.), de froid par des « cooling agent » (menthol, eucalyptol, N-éthyl-p-menthane-3-carboxamide ou WS-3, etc.), de piquant par des acides organiques (acide citrique, lactique, succinique, etc.) ou d'astringence par des acides phénoliques ou flavonoïdes (acide caféique, (+)-catéchine, tannins, etc.).

L'*arôme* du produit est caractérisé par un mélange de COVs libérés de la matrice au cours de la dégustation du produit, et perçus par l'épithélium olfactif par voie nasale indirecte. La perception aromatique est une perception rétronasale, c'est-à-dire que les COVs

sont relargués dans l'air de la cavité orale lors de la déstructuration du produit, puis, sont dirigés vers la cavité nasale par le pharynx en fonction de la respiration du sujet. Les COVs perçus par cette voie sont aussi appelés composés d'arôme. Tout comme pour l'odeur, l'arôme du produit peut être constitué d'une multitude de molécules de nature chimique différente.

Les perceptions olfactives, aromatiques et gustatives d'un sujet peuvent être aussi influencées par les autres sens tels que la vue, le toucher, ou l'ouïe. Ainsi, la couleur, l'aspect ou la texture du produit peuvent influencer la perception de la saveur du produit (Delwiche, 2004; Shankar, Levitan, *et al.*, 2010). De même, certaines molécules volatiles peuvent influencer les perceptions gustatives du sujet. Réciproquement, certains tastants peuvent générer des impressions aromatiques ou olfactives (Delwiche, 2004; Djordjevic, Zatorre, *et al.*, 2004; Lawrence, Salles, *et al.*, 2009). Des interactions cognitives multiples existent donc entre les organes des sens et sont à l'origine de la perception globale de la saveur de l'aliment (Tournier, Sulmont-Rossé, *et al.*, 2007).

2.1.2. La perception des composés volatils

Une fois présentes dans la cavité nasale, les molécules volatiles émanées de la matrice, par voie directe ou indirecte, se piègent dans le mucus qui recouvre l'ensemble de la muqueuse olfactive. Les molécules volatiles diffusent ensuite à travers ce mucus, majoritairement composé d'eau, suivant leur hydrophobicité et leur affinité pour celui-ci, ou bien celles-ci sont prises en charge par molécules de transport (OBP, odorant binding protein). Les molécules volatiles rejoignent ainsi l'épithélium olfactif où elles seront détectées par des neurones olfactifs. Ces neurones présentent en leur extrémité des cils olfactifs qui possèdent des protéines transmembranaires appelées récepteurs olfactifs. La complexation des molécules volatiles avec ces récepteurs génèrent des cascades réactionnelles biochimiques conduisant à la naissance d'un message nerveux. L'interaction entre une molécule volatile donnée et un récepteur provoque un changement de conformation protéique du récepteur. Ceci entraîne l'activation de la protéine G puis de l'adénylate cyclase et s'en suit une synthèse d'ATP avec conversion en AMPc. Ces réactions en chaîne provoquent l'ouverture de canaux transmembranaires avec échanges d'ions entre le milieu extra- et intra-cellulaire (Ca^{2+} , Na^+) provoquant ainsi la dépolarisation du neurone olfactif et la naissance d'un message nerveux. Le signal est ensuite transmis au bulbe olfactif puis au

système nerveux central. Le cerveau traite ensuite l'information et l'interprète en notes olfactives ou gustatives.

Dans le cadre de cette étude, seules la libération rétronasale et la perception aromatique des COVs sont étudiées.

2.2. Les facteurs d'impact de la libération et de la perception des composés d'arôme pendant la consommation de produits alimentaires

Il existe un grand nombre de facteurs qui peuvent impacter la libération et la perception des composés d'arôme pendant le processus de consommation d'un produit alimentaire (Figure 1).

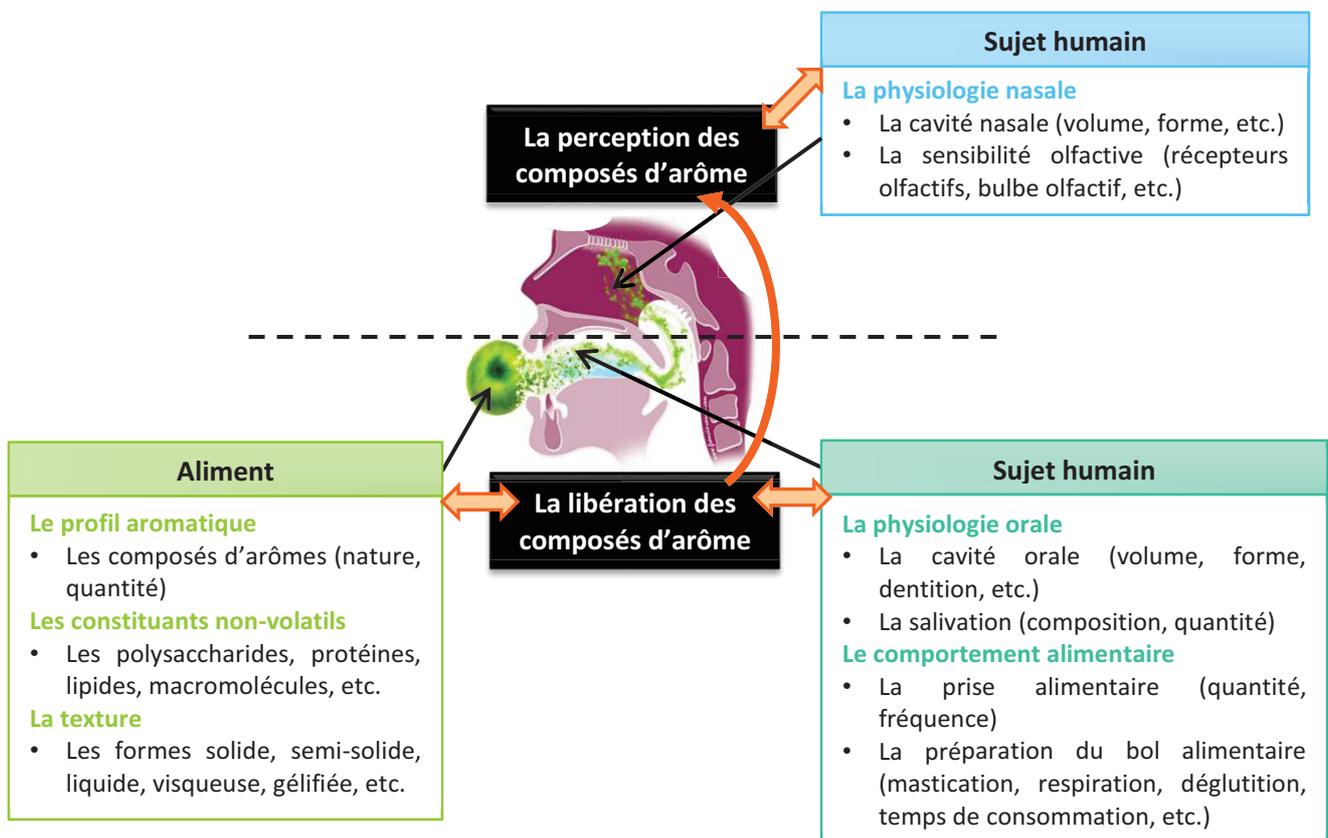


Figure 1. Les facteurs d'impact de la libération et de la perception des composés d'arôme pendant une dégustation produit.

La nature de l'aliment et la physiologie orale du sujet impactent grandement la libération des composés d'arôme, tandis que la physiologie olfactive du sujet et les composés d'arôme libérés déterminent la perception aromatique du produit. Ces facteurs d'impact sont présentés ci-après.

2.2.1. Les facteurs impactant la libération des composés d'arôme

a) La matrice alimentaire

La matrice d'un aliment est définie par ses *composants volatils* et *non-volatils* ainsi que par l'agencement de ces composants pour former la *texture* du produit.

i) Les composés d'arôme

Les propriétés physicochimiques des composés d'arôme influencent grandement leur libération en bouche lors de la consommation de produits alimentaires.

La libération des composés est souvent expliquée et reliée aux propriétés volatiles et hydrophobes de ces composés. Ces deux notions sont caractérisées dans la littérature par les grandeurs suivantes (Kopjar, Andriot, *et al.*, 2010; Savary, Guichard, *et al.*, 2006; Savary, Lafarge, *et al.*, 2007) :

- la masse molaire.
- le point d'ébullition.
- VPs, la pression de vapeur saturante. Les composés ayant une VPs inférieure à 10^{-4} mmHg (25°C) sont volatils.
- K, le coefficient de partage du composé entre l'air et matrice, évalué par calcul du ratio des concentrations du composé entre la phase gazeuse et la matrice alimentaire. Les composés ayant un K inférieur à 1 sont davantage retenus par la matrice.
- le $\log P_{(o/w)}$, le coefficient de partage du composé entre l'eau et l'octanol (souvent pris comme solvant de référence), évalué par calcul du ratio des concentrations du composé entre l'octanol et l'eau. Les composés ayant un $\log P_{(o/w)}$ inférieur à 1 sont hydrophiles.
- WS, la solubilité du composé dans l'eau, les composés ayant une WS inférieure à 0.1 sont hydrophobes.
- HLC, la constante de Henry, les composés ayant une HLC supérieure à $0.1 \text{ atm}\cdot\text{m}^3\cdot\text{mol}^{-1}$ sont hydrophobes.

En fonction de la nature de la matrice alimentaire étudiée (aqueuse ou lipidique), il est admis d'utiliser certains de ces paramètres pour interpréter les résultats de libération aromatique obtenus.

ii) Les composants matriciels non-volatils

Les composants non-volatils de la matrice jouent un rôle non négligeable dans la libération des composés d'arôme au cours de la dégustation. Ces derniers peuvent établir des liaisons chimiques faibles et réversibles (liaison hydrogènes, liaison de Van der Waals, interaction hydrophobe, etc.), ou fortes et irréversibles (liaisons covalente) avec les composés d'arôme, provoquant ainsi une rétention plus ou moins grande des volatiles dans la matrice alimentaire. Les classes chimiques de composés non-volatils les plus étudiées jusqu'ici dans ce domaine sont les protéines, les glucides, lipides et les polyphénols dans une moindre mesure.

Dans le cas des *protéines*, les protéines des milieux dispersés (lait, fromage, œuf) et les protéines présentes naturellement dans certains végétaux (soja) sont les plus étudiées (Guichard, 2002). On note ainsi des études menées sur la β -lactoglobuline, la caséine, l'albumine ou encore la gélatine. Les tendances observées sont que les protéines ont un effet de rétention sur des molécules volatiles telles que l'hexanal, la vanilline, la octan-2-one, la β -ionone, la γ -octalactone, etc. L'établissement de liaisons entre protéines et composés d'arôme dépend avant tout des propriétés physicochimiques des deux entités. Les interactions protéine-composés d'arôme sont donc étudiées au cas par cas en fonction des composés et de la matrice considérée.

Dans le cas des *glucides*, les sucres simples (fructose, glucose, sucrose etc.) et les polysaccharides (pectines, amidon, cyclodextrines, maltodextrines, etc.) ont aussi été étudiés pour leurs interactions possibles avec les COVs. Pour les *sucres simples*, un effet « salting-out » a été observé sur certains COVs en fonction du taux et de la nature du sucre en solutions aqueuse (Hansson, Andersson, *et al.*, 2001). Pour les *polysaccharides*, en revanche, un effet « salting-in » des volatils est observé en fonction du taux et de la nature du polysaccharide (Guichard, 2002; Tournier, Sulmont-Rossé, *et al.*, 2007). Cet effet de rétention est avant tout expliqué par le fait que les polysaccharides jouent un rôle important dans la texture du produit. Les polysaccharides de type pectines, amidon, xanthane, carraghénanes, sont des agents texturant qui peuvent modifier le degré de viscosité et/ou de gélification de la matrice en fonction de leur concentration. De même les polysaccharides de type cyclodextrines ou maltodextrines sont des agents d'encapsulation dont la structure permet des inclusions moléculaires où les COVs peuvent être piégés. Ainsi, les polysaccharides forment un réseau matriciel complexe et microstructuré où la diffusion des COVs, au sein et en dehors de la matrice, s'en trouve alors diminuée du fait d'encombrement

stérique ou de l'établissement de liaisons faibles entre les volatiles et la structure matricielle. Les études menées sur les polysaccharides de type agents texturants (pectine, amidon, ect.) montrent une tendance qui est que l'augmentation de la concentration en agent texturant est accompagnée d'une augmentation de la viscosité et/ou de la gélification de la matrice et d'une diminution de la libération des volatiles en bouche (Boland, Delahunty, *et al.*, 2006). Concernant les polysaccharides de type encapsulation, des tendances de rétention ont pu être observées suivant les propriétés physicochimique des composés (classe chimique, poids moléculaire, polarité et volatilité). Ainsi Goubet, Le Quere, *et al.* (1998) ont démontré que la rétention des composés par les cyclodextrines et maltodextrines est d'autant plus importante lorsque le poids moléculaire est élevé, que la polarité est faible, que la volatilité relative est faible, et suivant la classe chimique du composé (alcool > cétones > ester > aldéhyde > acide).

Les *lipides* sont les composés non-volatils qui impactent le plus la libération des composés d'arôme (Guichard, 2002). L'effet des lipides sur les COVs a été étudié principalement sur des matrices modèle de type émulsions huile dans eau (o/w) ou eau dans huile (w/o), sur des fromages ou desserts laitiers (lait, yaourt, etc.), (Guichard, 2002; Poinot, Arvisenet, *et al.*, 2013). Les molécules hydrophobes, affines pour les phases huileuses, sont naturellement retenues par celles-ci. Cette rétention est d'autant plus forte que la quantité de phase huileuse est importante comme le montrent Van Ruth, King, *et al.* (2002) pour les émulsions o/w. Les auteurs Frank, Eyres, *et al.* (2012) ont aussi mis en évidence dans des matrices grasses telles que le fromage, le chocolat et les cacahuètes, que la réduction de la fraction lipidique induisait une augmentation de la libération *in vivo* des COVs. Des études ont aussi montré que les classes chimiques et les propriétés physicochimiques des composants lipidiques influençaient également le relargage des COVs (Guichard, 2002).

D'autres composés non-volatils ont également été étudiés quant à leur impact sur la libération des COVs. Munoz-Gonzalez *et al.* (Munoz-Gonzalez, Martin-Alvarez, *et al.*, 2014a; Muñoz-González, Rodríguez-Bencomo, *et al.*, 2014) ont ainsi mis en évidence dans le vin que l'augmentation du taux d'éthanol ou du taux de polyphénols permet de relarguer davantage de composés d'arôme en bouche. Van Ruth, King, *et al.* (2002) ont, quant à eux, mis en évidence que pour des émulsions de type o/w l'augmentation du taux d'émulsifiant, pour une même quantité d'huile, permettait de mieux disperser la phase huileuse en phase aqueuse (taille des gouttelettes d'huile plus petite) favorisant ainsi la rétention des composés d'arôme en bouche. Enfin, les auteurs Lauverjat, Délérís, *et al.* (2009) ont montré que la

présence de sels dans des fromages peut avoir un effet « salting-out » sur les composés d'arôme.

iii) Texture et structure de la matrice alimentaire

Les composés non-volatils de la matrice influencent grandement la texture et le réseau matriciel final du produit. Les protéines tout comme les lipides contribuent à l'élaboration de milieux émulsionnés o/w ou w/o avec une phase aqueuse et huileuse non miscibles sous la forme de gouttelettes plus ou moins fines. Les émulsions peuvent être liquides (lait, soda), semi-solides (crème, beurre) ou solides (fromage). Ou encore, les polysaccharides forment quant à eux des matrices avec un réseau plus ou moins complexe de textures visqueuses (confiture), gélifiées (dessert lacté) ou bien solides (chair des légumes ou fruits).

La texture et la structure de la matrice peuvent impacter la diffusion des composés au sein de la matrice et limiter leur passage en phase vapeur au moment de la dégustation du produit. Cette rétention, comme évoquée précédemment, peut être induite par un encombrement stérique des molécules volatiles dans le réseau matriciel ou bien par établissement de liaisons chimiques entre les volatiles et les constituants matriciels non-volatils.

Différentes études rapportent des tendances de libération *in vivo* des COVs en fonction de la texture et du réseau matriciel de produits alimentaires. Par exemple, dans le cas d'émulsions o/w, plus la taille des gouttelettes d'huile est fine, plus les volatiles sont retenus par la matrice (Frank, Appelqvist, *et al.*, 2011). Les auteurs Frank, Eyres, *et al.* (2012) rapportent que les matrices solides relarguent davantage de COVs en *in vivo* que leurs matrices aromatiques homologues semi-solides ou liquides et ceci sur produits à base de chocolat, fromage, cacahuète, orange et carotte. Ou encore, Hansson, Giannouli *et al.* (2003) ont observé qu'un gel ferme de pectines libérait moins de COVs en *in vivo* qu'un gel de pectines aromatiques homologue moins ferme.

La diversité des résultats obtenus d'une étude à l'autre, (même pour des matrices d'étude parfois très proches) montre que l'impact de la texture seul ne peut expliquer entièrement ces tendances de libération *in vivo*. En effet, la libération rétronasale des COVs est souvent la résultante de multiples facteurs d'impact qu'il est souvent difficile de dissocier.

b) La physiologie orale des individus

La libération des composés d'arôme peut être influencée par la physiologie orale des individus faisant intervenir des processus mécaniques et physicochimiques. La physiologie orale étant variable d'un individu à l'autre, de nombreuses différences inter et intra-individuelles ont ainsi été mises en évidence concernant le relargage des COVs en bouche.

La *salivation* du sujet, de par la composition de la salive et la quantité de salive produite au cours de la dégustation de l'aliment (ratio salive/produit du bol alimentaire) peuvent influencer grandement la libération des COVs (Buettner, 2002a, 2002b; Doyennette, Déléris, *et al.*, 2011; Genovese, Piombino, *et al.*, 2009; Van Ruth, Grossmann, *et al.*, 2001; Van Ruth & Roozen, 2000). Les études ainsi menées ont démontré un effet « salting-in » ou « salting-out » de par les protéines salivaires (mucines, α -amylase, etc.), les sels organiques (NaCl, KCl, NaHCO₃, etc.) ou le ratio de dilution salive/produit sur la libération des COVs en fonction de leur classe chimique et de leur hydrophobicité. En bouche, la mise en contact d'enzymes salivaires avec des précurseurs d'arôme, de type glycoconjugués ou bien S-conjugués à la cystéine, peuvent aussi donner lieu à la libération de composés d'arôme hautement odorants (terpénols ou thiols), (Mayr, Parker, *et al.*, 2014; Parker, Osidacz, *et al.*, 2012; Starkenmann, Le Calvé, *et al.*, 2008).

La *mastication* du sujet par le nombre et la force des mouvements de mâchoires est aussi un facteur d'impact du relargage des composés d'arôme (Arvisenet, Billy, *et al.*, 2006; Buettner & Schieberle, 2000b; Van Ruth & Roozen, 2000). De manière générale, il est noté qu'une mastication soutenue permet de relarguer davantage de COVs qu'une mastication moins énergique, la déstructuration du produit étant plus complète.

La *respiration* du sujet est aussi un vecteur important pour la libération rétronasale des COVs. Les études menées en suivi continu *in vivo* par API ou PTR-MS permettent de distinguer les phases pré- et post-déglutition. Le relargage des composés est plus important dans l'une ou l'autre des deux phases en fonction de l'individu (Frank, Appelqvist, *et al.*, 2011; Gierczynski, Laboure, *et al.*, 2008; Greger & Schieberle, 2007). Et pour un individu donné, ce relargage dans les phases peut être fonction de la matrice alimentaire consommée (Frank, Eyres, *et al.*, 2012).

La *déglutition* du sujet est aussi une phase importante de la dégustation où une grande quantité d'arôme est libérée. D'un point de vue mécanique, la déglutition du bol alimentaire est opérée par action de la langue et du voile du palais. Pendant cette période de transfert du

bol alimentaire dans le pharynx, la respiration du sujet est coupée, aucun transfert d'air n'est opéré entre les cavités orale et nasales. Une fois l'aliment ingéré, une expiration naturelle est immédiatement réalisée libérant une grande quantité d'arôme. Des études ont démontré que le processus de déglutition et le nombre de déglutitions au cours d'une dégustation produit impactaient grandement la libération des COVs (Buettner & Schieberle, 2000a; Ting, Romano, *et al.*, 2016).

La *physiologie orale du sujet avant dégustation* du produit a aussi son importance. Il existe 2 types de physiologies orales, la physiologie orale dite de repos où le sujet n'a été soumis à aucun stimuli oral physique ou chimique, et la physiologie orale dite stimulée où le sujet a été soumis à un produit à mastiquer et/ou à avaler (stimuli physique et chimique). Les travaux d'Engelen, de Wijk, *et al.* (2003) ont ainsi mis en évidence que la stimulation du sujet en amont de la dégustation du produit par une odeur, par mastication d'une matrice non-aromatique (parafilm) ou bien après avoir bu une solution liquide non-aromatique mais contenant des tastants (acide organique) avait un effet non négligeable sur la physiologie orale des sujets. Les stimuli pré-dégustation augmentent la salivation des sujets, impactant ainsi le ratio produit/salive du bol alimentaire, et par conséquent, modifient la libération *in vivo* des COVs.

D'autres facteurs d'impact peuvent également être soulignés (Arvisenet, Billy, *et al.*, 2006; Doyennette, Déléris, *et al.*, 2011; Van Ruth, O'Connor, *et al.*, 2000) :

- Les paramètres physiologiques oraux, tels le volume de la cavité orale ou la dentition du sujet.
- Les paramètres en lien avec le comportement alimentaire, tels que la prise alimentaire (quantité de produit mis en bouche) ou la préparation du bol alimentaire (temps de dégustation, salivation, mastication, respiration).

2.2.2. Les facteurs impactant la perception des composés volatils

La perception aromatique est avant tout dépendante de la nature et de la quantité des COVs détectés par les récepteurs olfactifs. En effet, l'affinité des récepteurs olfactifs pour les molécules volatiles est fonction de la nature physico-chimique de celles-ci. Les récepteurs peuvent se complexer avec plusieurs molécules volatiles spécifiques (Krautwurst, Yau, *et al.*, 1998). Dans le cas de mélanges complexes, les COVs peuvent aussi avoir des effets synergiques ou antagonistes sur d'autres COVs par action sur les récepteurs olfactifs (Sanz, Schlegel, *et al.*, 2005). De plus, une quantité minimale de COVs est requise pour générer un message nerveux suffisant pour détecter et/ou reconnaître une note olfactive ou aromatique. Cette quantité minimale correspond à des seuils de détection et/ou de reconnaissance olfactifs et aromatiques et sont caractéristiques de chaque molécule. La perception des COVs est donc liée aussi aux phénomènes de libération des molécules par voies rétro ou orthonasale.

La physiologie nasale du sujet peut aussi entraîner des variations inter- et intra-individus d'un point de vue perception des COVs. Ainsi, le volume, la forme, le mucus, le nombre et le type de récepteurs olfactifs de la cavité nasale peuvent influencer la sensibilité et les capacités sensorielles des sujets. Il est ainsi noté que les seuils de perception et de reconnaissance des COVs mentionnés dans la littérature sont différents d'une étude à l'autre de par les capacités sensorielles variables des panels.

La perception des COVs est donc liée à la physiologie orale et nasale de l'individu (salivation, mastication, respiration, récepteurs olfactifs, etc.), à la voie de libération des composés d'arôme (voie rétro ou orthonasale).

Des interactions cognitives éventuelles (aspect du produit, saveurs, expérience de l'individu, etc.) peuvent aussi impacter la perception de l'arôme d'un produit. Par exemple, Marsh, Friel, *et al.* (2005) ont étudié l'impact de la saveur acide sur la perception de l'arôme de kiwis. Il apparaît que l'ajout d'acides (ascorbique, malique et quinique), augmente la perception de l'acidité, épuise les notes aromatiques de citron et diminuent les notes aromatiques de banane par rapport à l'arôme original des kiwis. Les saveurs impactent donc la perception aromatique des sujets par interactions cognitives.

2.3. Étude de la libération et de la perception des composés d'arôme pendant la consommation de produits alimentaires

Pour étudier la libération des composés d'arôme par voie rétronasale au cours de la dégustation de produits alimentaires plusieurs approches scientifiques peuvent être envisagées. La stratégie d'étude adoptée dépend avant tout des questions ou objectifs scientifiques visés.

Ainsi, des études *in vivo* et/ou *in vitro* peuvent être menées sur la libération des composés d'arôme, avec des matrices modèles et/ou réelles. Pour cela, un certain nombre d'outils et de méthodes sont disponibles.

2.3.1. Les matrices d'étude

L'utilisation de matrice modèle (matrice de synthèse) est bien souvent indispensable pour traiter de questions de recherche précises ou pour modéliser certains phénomènes. Le tableau ci-contre énumère quelques études menées sur matrice modèle (Tableau 1).

Les composants volatils et non-volatils des matrices modèles sont choisis spécifiquement en fonction des objectifs de recherche. Ainsi la variation du taux de sucres simples, d'acides organiques, d'alcool, de polysaccharides ou encore de lipides permet d'évaluer l'impact des composants non-volatils sur la flaveur d'un produit. De même, le choix des molécules volatiles à ajouter dans la matrice est bien souvent réalisé en fonction de leurs classes chimiques et de leur potentiel odorant ou aromatique en vue de se rapprocher d'une matrice réelle.

L'utilisation de matrices modèles permet également de pallier à certains problèmes rencontrés communément sur matrices réelles dans le domaine des arômes. Ainsi, l'élaboration d'échantillons d'étude à partir de matrices réelles pose toujours le souci de l'homogénéité de la matrice de départ (cas d'un lot de fruits) ou encore de sa stabilité physicochimique (cas des émulsions, produit frais, etc.). La complexité des matrices réelles peut aussi poser soucis dans l'interprétation des résultats avec les interactions possibles de multiples facteurs.

Cependant, l'utilisation de matrices réelles permet de se rapprocher au mieux des conditions réelles de consommation et de prendre le problème dans son ensemble. Les études réalisant des expériences sur matrices réelles doivent se prévaloir des précautions mentionnées précédemment pour pouvoir aboutir.

Tableau 1. Travaux menés sur matrice modèle pour l'étude de la libération ou de la perception de composés volatils.

Matrice modèle		Références bibliographique	
Matrice réelle visée	Composition		
Vin	Mélange [éthanol, eau milli-Q, acide tartrique], pH ajusté avec une solution de NaOH	Mitropoulou, Hatzidimitriou, <i>et al.</i> (2011); Muñoz-González, Rodríguez-Bencomo, <i>et al.</i> (2014)	
Fromage	Lait reconstitué [poudre de caséine et de protéine, lactose, eau milli-Q], NaCl, extrait de levure, solution minérale, starter de culture (<i>Lactococcus lactis</i>), chymosine	Gierczynski, Labouré, <i>et al.</i> (2007); Tarrega, Yven, <i>et al.</i> (2008)	
Fruit	Fruit	Sucrose, texturant, amidon, carragenanes, KCl, CaSO ₄ , eau milli-Q	Savary, Guichard, <i>et al.</i> (2006)
	Fruit	Sucrose, glucose, sirop de maïs, pectine, acide citrique, eau milli-Q	Lubbers & Guichard (2003)
	Kiwi	Sucrose, glucose, fructose, acides malique, citrique, quinique, ascorbique, carboxyméthylcellulose, caséinate de sodium, huile de tournesol désaromatisée, eau milli-Q	Varelis, Zabaras, <i>et al.</i> (2006)
	Abricot	Sucrose, glucose, fructose, sorbitol, acides malique, citrique, pectines, eau milli-Q	Greger & Schieberle (2007)
	Jus d'orange	Sucrose, glucose, fructose, acides citrique, ascorbique, huile de tournesol, lécithine	Buettner & Schieberle (2001)

2.3.2. Approche *in vivo* de la libération des composés d'arôme

L'approche *in vivo* est définie par des expériences menées directement sur des sujets humains. La libération des composés d'arôme est alors mesurée sur un panel de dégustateurs. Les résultats obtenus prennent en compte une variable « individu » incluant des biais pouvant être générés par des différences physiologiques orales intra et inter individus. L'approche *in vivo* permet ainsi de se rapprocher au mieux des conditions réelles de dégustations de produits alimentaires.

a) Méthodes de suivi continu *in vivo*

Les méthodes de suivi continu *in vivo* de la libération des composés d'arôme sur des sujets humains au cours de la dégustation reposent sur la spectrométrie de masse à ionisation douce de type PTR-MS (*proton transfert reaction mass spectrometry*) ou API-MS (*atmospheric pressure ionisation mass spectrometry*), (Figure 2, ci-contre).

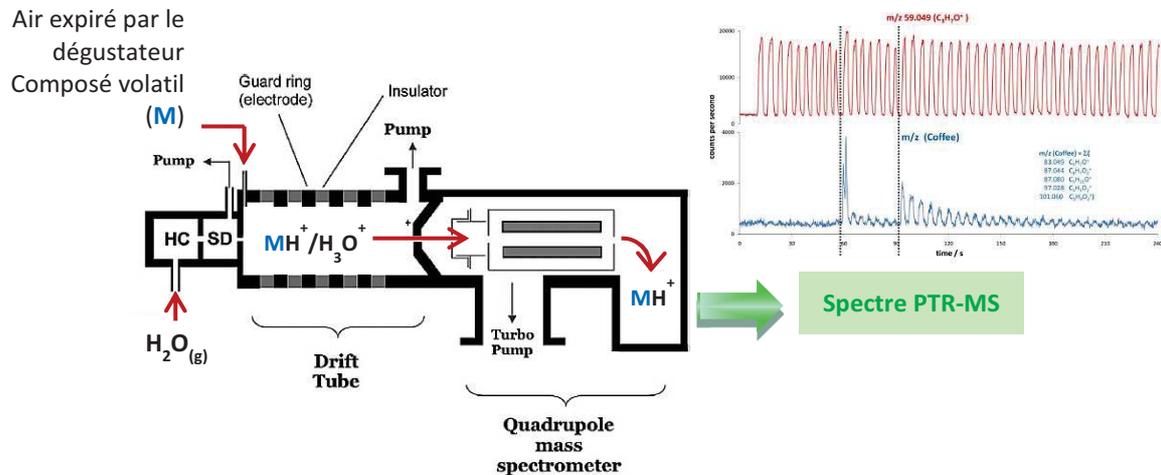


Figure 2. Schéma de la technique PTR-MS utilisée pour le suivi de la libération des composés d'arôme.

Sources : adaptée de Biasioli, Gasperi, *et al.* (2011)

Les composés d'arôme présents dans l'air expiré du sujet par voie rétronasale sont dirigés vers la source du spectromètre de masse où ils sont alors ionisés et protonés par des ions H_3O^+ . L'ionisation douce conduit à la formation d'ions pseudo-moléculaires MH^+ abondants et stables (où M est la masse molaire du composé) qui sont ensuite sélectionnés par l'analyseur (le plus souvent quadripolaire, PTR-Q-MS) suivant leur m/z avant d'être détectés.

Les méthodes PTR-MS et API-MS permettent de suivre, en temps réel, la libération des composés d'arôme pendant la mastication et d'établir des cinétiques de libération. Ces méthodes très sensibles permettent d'obtenir des résultats à la fois qualitatifs et quantitatifs.

L'inconvénient majeur de ces techniques, outre le coût onéreux des dispositifs, est l'identification des composés au seul moyen des ions pseudo-moléculaires produits et détectés (Heenan, Soukoulis, *et al.*, 2012; Poinot, Arvisenet, *et al.*, 2013). En effet, pour des composés de masse molaire identique (terpène, isomère, etc.), l'ion pseudo-moléculaire produit pour ces molécules est le même, autrement dit, les composés sont difficilement voire non identifiables. Les techniques PTR-MS et API-MS doivent donc être appliquées préférentiellement sur des matrices modèles avec sélection de composés d'arôme de masses moléculaires différentes (Poinot, Arvisenet, *et al.*, 2013).

Toutefois, de constantes améliorations sont apportées pour optimiser ces méthodes de suivi continu. La PTR-MS avec un analyseur à temps de vol (PTR-TOF-MS) permet d'obtenir une précision des ions moléculaires m/z à 4 décimales près (Cappellin, Biasioli, *et al.*, 2010; Heenan, Soukoulis, *et al.*, 2012) contrairement à un analyseur quadripolaire. Ou encore, plus récemment, la PTR-TOF-MS couplée à une Fast-GC (Fast-GC-PTR-TOF-MS) permet d'identifier clairement les composés exhalés de même masse molaire grâce à l'utilisation d'une micro-colonne (analyse GC inférieur à 1 min.) placée en amont du PTR-SM (Materić, Lanza, *et al.*, 2015; Romano, Fischer, *et al.*, 2014). L'identification des composés en temps réel de dégustation s'en trouve alors simplifiée grâce à ces nouvelles techniques.

b) Méthodes de suivi discontinu *in vivo*

La libération des composés d'arôme en cours de dégustation *in vivo* peut être aussi étudiée sur un intervalle de temps donné à l'aide de méthodes de suivi discontinu.

Ces méthodes reposent sur l'extraction des composés d'arôme de l'air expiré par le sujet par voie rétronasale au moyen d'un polymère adsorbant. Les études menées jusqu'ici en suivi discontinu *in vivo* ont utilisé deux techniques de piégeage différentes : la SPME *in vivo* et le RATD.

La SPME *in vivo* a été mise en place et optimisée par E. Pionnier et al. (Pionnier, Chabanet, *et al.*, 2004; Pionnier, Sémon, *et al.*, 2005). Pour cette technique, le paneliste place une de ses fosses nasales sur une canule en plastique. Les COVs relargués au cours de la consommation du produit sont alors dirigés, d'un côté vers un dispositif API-MS, et de l'autre vers une fibre SPME grâce à un dispositif en « T » (Figure 3). Les composés extraits par SPME sont ensuite analysés en GC-MS. Le suivi *in vivo* des COVs aurait pu aussi être réalisé aussi avec la fibre SPME seule.

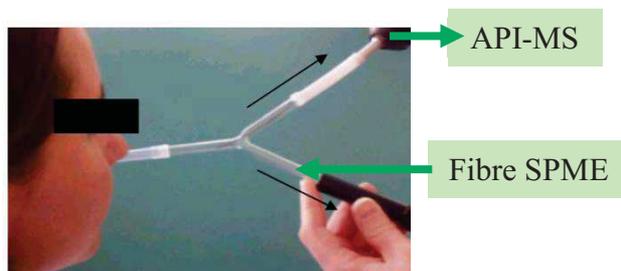


Figure 3. Illustration du dispositif SPME *in vivo*.

Source : extrait de Pionnier (2003)

La technique RATD, quant à elle, est à l'origine de nombreuses études *in vivo* (Buettner & Schieberle, 2000a; Delahunty, Piggott, *et al.*, 1996; Ingham, Linfoth, *et al.*, 1995; Muñoz-González, Rodríguez-Bencomo, *et al.*, 2014), (Figure 4). Celle-ci utilise un polymère adsorbant en grains poreux conditionnés directement en tube d'extraction par le fabricant ou bien à conditionner soit même dans un montage spécifique. Le polymère adsorbant le plus couramment utilisé est le Tenax TA (Oxyde de diphényl-2,6-diène). Tout comme la SPME *in vivo*, le sujet se place sur un port olfactif dans lequel il expire au cours de la dégustation du produit. L'air exhalé par le sujet est aspiré dans le dispositif RATD au moyen d'une pompe où le débit est contrôlé. Les composés d'arôme relargués de la matrice par voie rétronasale sont alors dirigés vers le polymère adsorbant où ils seront piégés. Les composés extraits sont ensuite analysés en GC-MS après thermodésorption ou bien après extraction liquide-solide au solvant.

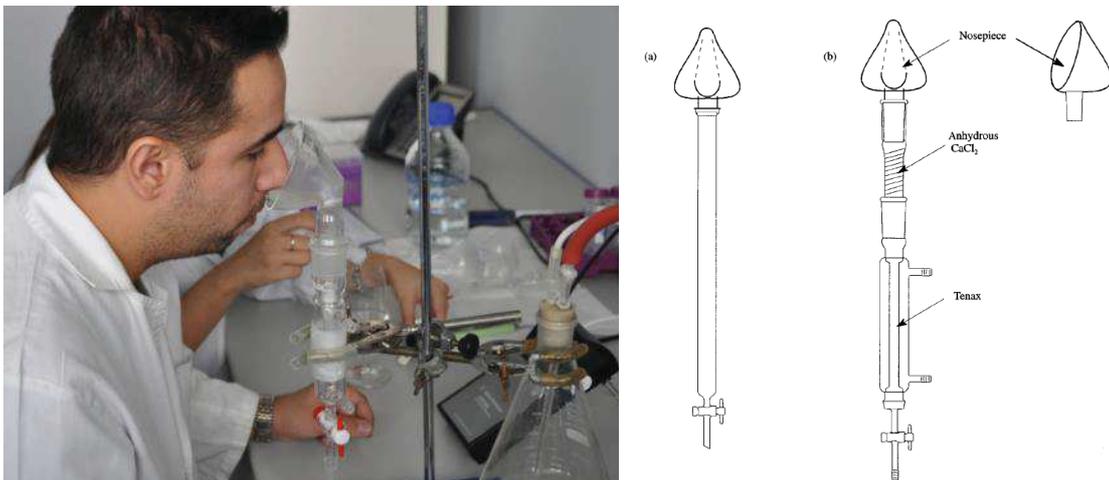


Figure 4. Illustration du dispositif RATD.

Sources : extraits de (a) Muñoz-González, Rodríguez-Bencomo, *et al.* (2014), (b) Buettner & Schieberle (2000a).

Par comparaison avec les méthodes de suivi continu (PTR et API-MS), les méthodes discontinues SPME *in vivo* et RATD :

- permettent d'obtenir aussi des résultats qualitatifs et quantitatifs. Cependant, l'identification des composés ne présente pas d'ambiguïtés grâce aux données GC-MS obtenues. Ces techniques sont donc adaptées à l'étude de matrices aromatiques complexes.

- permettent d'obtenir un suivi global de la libération des composés, mais ne permettent pas d'établir des cinétiques de libération précises. La technique SPME *in vivo* (Pionnier, 2003) permet toutefois de faire un suivi cinétique séquencé avec des extraction SPME successives courtes (<10 sec.).
- sont peu onéreuses. Le matériel nécessaire est bien plus accessible pour les laboratoires de recherche. De plus, ces méthodes restent relativement simples à mettre en place, bien que l'optimisation soit longue.

2.3.3. Approche *in vitro* de la libération des composés d'arôme

À l'inverse des conditions *in vivo*, l'approche *in vitro* est définie par des expériences menées sur des dispositifs simulant, au mieux, une dégustation *in vivo* de produits alimentaires. L'utilisation de « simulateurs » de dégustation permet ainsi de s'affranchir de la variable « individu » et de standardiser la libération des composés d'arôme (pas de différences physiologiques orales intra et inter individus).

a) Approche *in vitro* dynamique

Les simulateurs de dégustation les plus complets adoptent une approche *in vitro* dynamique. C'est-à-dire qu'ils simulent la mastication, la salivation et la respiration d'un sujet humain pour être au plus proche des conditions naturelles de consommation (Arvisenet, Billy, *et al.*, 2008; Benjamin, Silcock, *et al.*, 2012; Salles, Tarrega, *et al.*, 2007), (Figure 5, ci-contre).

Pour cela, la matrice d'intérêt est placée dans une cellule appelée « bouche artificielle ». La salivation est réalisée en introduisant de la salive humaine ou artificielle avec un ratio et/ou un débit contrôlé. Le processus de mastication est imité par compression et/ou cisaillement de l'échantillon à l'aide de dents artificielles et de pistons. Une langue artificielle peut aussi contribuer à imiter le processus de dégustation *in vitro*. La respiration est simulée en introduisant un gaz vecteur inerte dans le dispositif avec un débit contrôlé. La température, et le temps de dégustation *in vitro* sont aussi des paramètres importants qui sont maîtrisés.

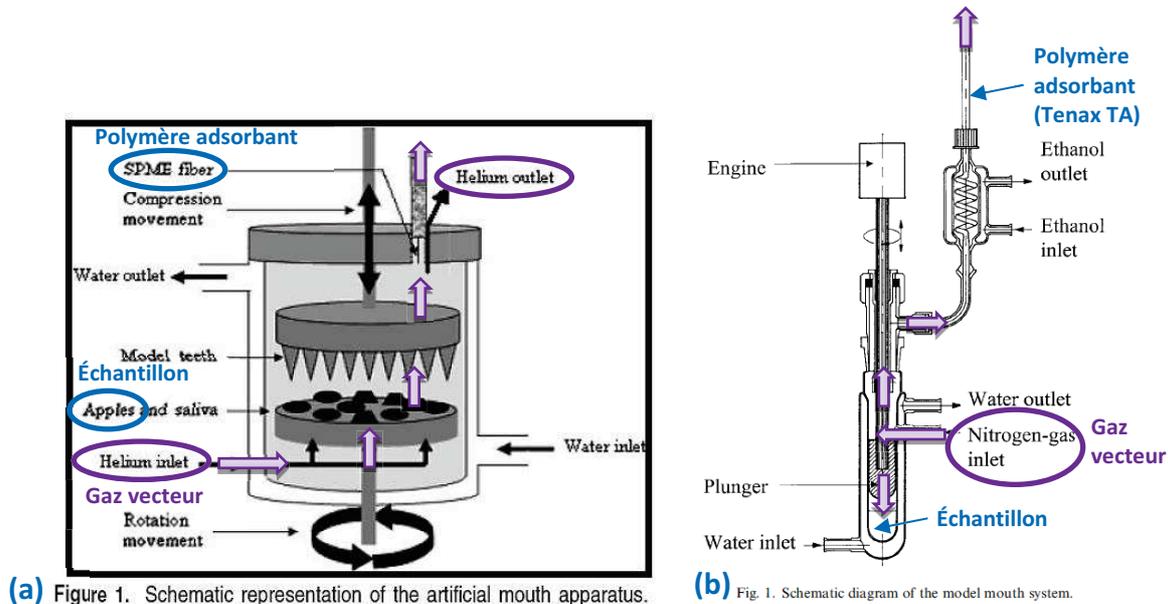


Figure 5. Exemple de simulateurs de mastication.

Sources : extraits de (a) Arvisenet, Billy, *et al.* (2008), (b) Van Ruth & Roozen (2000).

Les composés d'arôme relargués par la matrice au cours de la dégustation *in vitro* sont entraînés par le gaz vecteur à la sortie du simulateur de mastication et peuvent être :

- directement analysés en PTR-MS (Benjamin, Silcock, *et al.*, 2012; Muñoz-González, Sémon, *et al.*, 2015; Van Ruth, Dings, *et al.*, 2004) ou API-MS (Salles, Tarrega, *et al.*, 2007), (suivi continu *in vitro*)
- extraits par un polymère adsorbant de type fibre SPME (Arvisenet, Billy, *et al.*, 2008; Muñoz-González, Feron, *et al.*, 2014), Tenax TA (Arvisenet, Billy, *et al.*, 2006; Rabe, Krings, *et al.*, 2002; Van Ruth, King, *et al.*, 2002; Van Ruth, O'Connor, *et al.*, 2000; Van Ruth & Roozen, 2000) ou autres polymères adsorbants puis analysés en GC-MS (suivi discontinu *in vitro*).

b) Approche *in vitro* statique

Des dispositifs et méthodes plus simples peuvent être menés en *in vitro* pour étudier l'effet de certains facteurs sur la libération des composés d'arôme. Ces techniques sont cependant bien éloignées des conditions réelles de dégustation en bouche.

Ainsi, la technique de l'espace de tête en mode statique par SPME a permis quelques études pour évaluer l'impact de la salive (Muñoz-González, Feron, *et al.*, 2014) ou de

constituant non-volatils de la matrice sur la libération des composés d'arôme (Mitropoulou, Hatzidimitriou, *et al.*, 2011).

2.3.4. Étude de la perception des composés d'arôme

La perception aromatique des composés d'arôme d'un produit est évaluée par analyse sensorielle. L'analyse sensorielle est l'évaluation des propriétés organoleptiques d'un produit par les organes des sens. L'odeur, les saveurs, la texture, les sensations trigéminales ou encore l'arôme des produits sont ainsi évalués avec un panel de sujets humains.

Suivant les questions et objectifs de recherche posés, le choix du test sensoriel (hédonique, descriptifs, discriminatifs, etc.), du protocole de dégustation (nombre de répétitions, ordre de présentation des produits, etc.), et du panel (nombre de sujets, qualification, entraînement, etc.) doivent être bien étudiés.

Dans le cas de l'étude de la perception aromatique d'un produit, les analyses sensorielles conduites utilisent généralement des tests descriptifs avec un panel de sujets qualifiés sachant percevoir, décrire et quantifier divers descripteurs sensoriels. La liste des descripteurs peut être soit imposée aux panélistes, ou bien directement générée par le panel lors de sessions d'entraînement. Les descripteurs sont évalués au moyen d'une échelle de notation.

L'arôme du produit en analyse sensorielle n'est généralement pas évalué seul. En effet, la perception aromatique est souvent le résultat de l'interaction de divers stimuli faisant intervenir les composés aromatiques (nature et quantité), la texture, et les tastants générant les saveurs ou encore les sensations trigéminales.

Au regard de la littérature, il est de plus en plus courant de mener des tests d'analyse sensorielle sur les produits pour compléter les résultats obtenus sur la libération *in vivo* des COVs afin de comprendre au mieux les facteurs influençant le processus de libération et de perception rétronasale.

2.4. Études antérieures menées sur l'impact de la texture des fruits sur la libération et/ou la perception des composés volatils

Peu d'études ont été menées sur des matrices réelles de fruit concernant l'impact de la texture sur la libération et/ou la perception des COVs en condition *in vivo*. Des études sur matrices modèles de fruit ont cependant été réalisées pour comprendre l'impact de facteurs matriciels spécifiques sur la libération et/ou la perception des COVs (taux de pectines, de sucres, texture, etc.).

2.4.1. Impact de la texture sur la libération *in vivo* des COVs

a) Sur matrices réelles

Un certain nombre d'études ont été réalisées sur matrices réelles de fruits concernant la libération des COVs en condition *in vivo* en fonction de la texture des produits.

Frank, Eyres, *et al.* (2012) ont étudié l'impact de la matrice (solide, semi-solide, liquide) de divers produits présentant différents teneurs en acides gras (chocolat, fromage, cacahuète) ou non (orange, carotte) sur la libération des COVs en condition *in vivo*. Les 8 panélistes de l'étude ont été entraînés à suivre un protocole de dégustation précis avec des cycles de respiration standardisés (Frank, Appelqvist, *et al.*, 2011) et un temps de dégustation fixé à 1 min. (30 sec. de phase pré-déglutition et 30 sec. de phase post-déglutition). Cette précaution a permis de limiter en partie les variations liées à la physiologie orale des dégustateurs et de rendre le processus de libération des COVs reproductible pour un panéliste donné. Un suivi cinétique *in vivo* de la libération des COVs a été réalisé en PTR-MS en sélectionnant des ions m/z spécifiques. Dans le cas de l'orange (morceaux, gelée, jus) et de la carotte (morceaux, jus), les auteurs rapportent des tendances de libération *in vivo* des COVs. Pour ce qui est des cinétiques de libération certains panélistes relarguent plus de COVs en pré-déglutition qu'en post-déglutition, et les autres juges montrent la tendance inverse. De plus, pour un juge donné, ce comportement de libération peu changer d'une matrice à l'autre. Des variations inter et intra-individu sont donc notables dans les cinétiques de libération *in vivo* des COVs. Cependant, sur l'ensemble du panel, il apparaît que : toutes les matrices solides libèrent davantage de COVs en *in vivo* en phase pré-déglutition ; aucune différence de phases n'est observée pour les matrices semi-solides ; enfin pour les matrices liquides les COVs sont davantage libérés en *in vivo* en phase post-déglutition. Pour comparer les différentes matrices sur leurs profils de libération, les auteurs

ont exploité les résultats d'AUC (*Area Under the Curve*), c'est-à-dire la quantité totale de COVs libérés sur un intervalle de temps donné. En considérant ainsi les AUC en post-déglutition (Figure 6), la tendance observée est que les matrices plus « rigides » (solide, semi-solide) relarguent davantage d'arôme (somme de tous les COVs) que les matrices homologues aromatiques moins « rigides » (semi-solide, liquide).

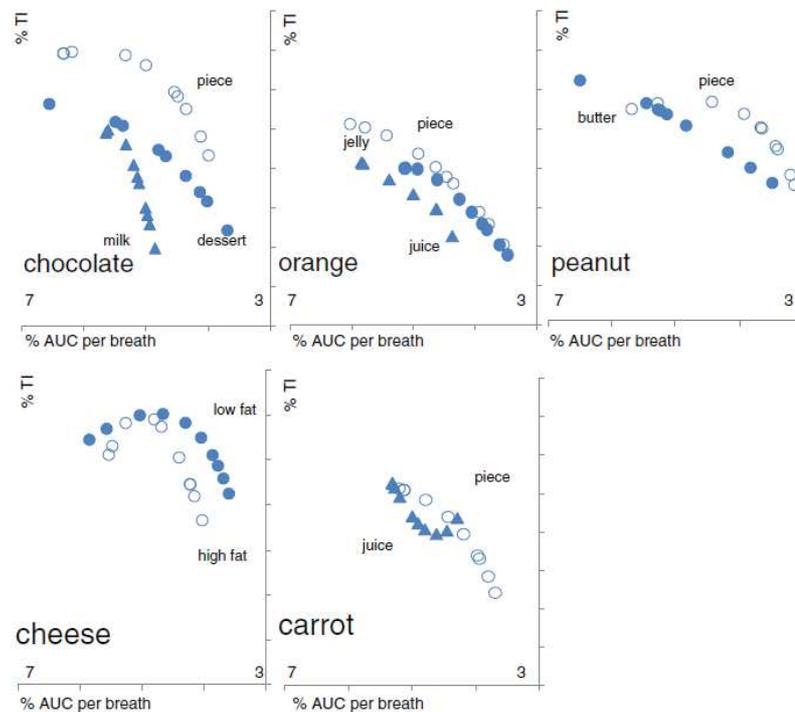


Figure 3. Scatter plots of the relationship between post-swallow volatile release (x-axis, normalized % AUC per breath) and associated change in perceived intensity (y-axis, %). All plots are on the same scale. The x-axis decreases from left to right.

Figure 6. Tendances de libération des composés d'arôme observées sur différentes matrices réelles.

Source : extrait de Frank, Eyres, et al. (2012)

Ainsi, les produits à base d'oranges, comparables d'un point aromatique, relarguent davantage d'arôme en *in vivo* sur morceaux frais, que sur gelée d'orange, eux-mêmes plus que sur jus frais. Dans le même sens, les produits à base de carottes relarguent davantage d'arôme en *in vivo* sur morceaux frais que sur jus frais. Il existerait donc un comportement de libération de l'arôme global du fruit en fonction de la matrice. De plus, les auteurs ont aussi noté que l'ordre d'intensité des COVs relargués pour une matrice donnée est la même pour tous les juges. Des comportements de libération à l'échelle moléculaire seraient donc aussi observables pour chaque matrice : pour l'orange en morceaux et en gelée le butanoate d'éthyle (117 m/z) est plus relargué que l'ensemble des terpènes (81, 95, 137 m/z).

Les travaux de Ting *et al.* (Ting, Romano, *et al.*, 2016; Ting, Soukoulis, *et al.*, 2012) suivent des tendances de libération *in vivo* semblables à celles décrites précédemment. Ces auteurs ont étudié la libération *in vivo* des volatiles sur différents cultivars de pomme présentant des textures (ferme/souple, croquant) et des profils aromatiques différents. L'étude a été réalisée avec 4-5 juges et les dégustations ont été opérées avec des cycles de respiration, mastication, déglutition non imposés mais avec un temps de dégustation limité à 30 sec. maximum. Le suivi *in vivo* des COVs a été réalisé en PTR-MS. Il apparaît que la libération *in vivo* des COVs est plus importante sur les cultivars fermes que sur les cultivars souples. Cette tendance de libération peut être expliquée par l'interaction de deux facteurs :

- le profil aromatique des cultivars fermes est plus riche en composés d'arôme que celui des cultivars souples. En effet, une étude *in vitro* du potentiel aromatique des différentes matrices a été réalisée en amont des expériences *in vivo*. Il apparaît que les cultivars fermes présentent déjà, à la base, de plus grandes teneurs en COVs. La probabilité que ces cultivars relarguent plus de COVs en *in vivo* que les cultivars souples s'en trouve donc renforcée.
- les textures fermes et souples des pommes influencent grandement le comportement de consommation des panélistes. En effet, les panélistes adoptent une mastication plus énergique, plus longue, un plus grand nombre de déglutitions et un temps de consommation plus long sur les cultivars fermes que sur les cultivars souples. La libération des COVs sur cultivars fermes s'en trouve donc facilitée.

Ainsi, pour les travaux de Ting *et al.* (Ting, Romano, *et al.*, 2016; Ting, Soukoulis, *et al.*, 2012), la tendance de libération *in vivo* des COVs en fonction de la matrice des pommes est en partie biaisée par le choix des matrices d'étude qui ne sont pas aromatiquement comparables à la base (contrairement aux travaux de Frank, Eyres, *et al.* (2012)), et par le comportement de dégustation des panélistes.

Les tendances de libération *in vivo* obtenues par Frank, Eyres, *et al.* (2012) et Ting *et al.* (Ting, Romano, *et al.*, 2016; Ting, Soukoulis, *et al.*, 2012) vont à l'inverse de celles obtenues précédemment par Friel, Wang, *et al.* (2007) sur kiwi. Les auteurs ont en effet étudié la libération *in vivo* des COVs sur 2 variétés de kiwi et à 2 stades de maturité différents. Il est bien connu que le stade de maturité des fruits influence grandement la texture et la flaveur du produit. Ainsi, les kiwis « moins matures » sont plus fermes et moins aromatiques que les

kiwis « plus matures » qui sont plus souples et avec un profil aromatique plus riche. La libération *in vivo* des COVs a été observée en APCI-MS sur 2 juges avec un protocole de dégustation non imposé. Cette libération *in vivo* montre que les kiwis souples relarguent davantage de COVs que les kiwis fermes. Ainsi, au regard des travaux menés par Ting *et al.* (Ting, Romano, *et al.*, 2016; Ting, Soukoulis, *et al.*, 2012) et Friel, Wang, *et al.* (2007), il apparaît ainsi que l'hétérogénéité aromatique entre cultivars, ou le degré de maturité des fruits, pourraient avoir un impact bien plus important sur la libération *in vivo* des COVs que l'impact apporté par la texture de la matrice.

b) Sur matrices modèles

Des études sur matrices modèles peuvent également être citées pour comprendre l'impact de certains facteurs sur la libération et/ou la perception des COVs en conditions *in vivo*. Comme vu précédemment, des matrices modèles avec des polysaccharides texturants (pectines, amidon, etc.), des sucres simples (glucose, fructose, sucrose, etc.) et des acides organiques (acides citrique, malique, etc.) sont les matrices les plus utilisées pour simuler la texture et la composition des fruits. Le choix des agents texturant, des sucres et des acides varient d'une étude à l'autre suivant le type de fruit visé.

La majorité des travaux réalisés sur matrice modèle de type fruit se sont penchés sur l'impact de la texture et d'agents texturants sur la libération des COVs (Boland, Delahunty, *et al.*, 2006; Goubet, Le Quere, *et al.*, 1998; Hansson, Giannouli, *et al.*, 2003). Il apparaît ainsi que la nature et la quantité d'agent texturant ainsi que la texture finale du produit influencent grandement la libération des COVs.

Ainsi Boland *et al.* (Boland, Buhr, *et al.*, 2004; Boland, Delahunty, *et al.*, 2006) ont démontré que pour une même quantité de texturant, les gels à base de pectines et d'amidon (gels fermes) libéraient davantage de COVs en dégustation *in vivo* que les gels avec gélatine (gel moins ferme). De plus, l'augmentation de la quantité d'un texturant donné (pectine) dans la matrice induit une augmentation de la rigidité du gel et une meilleure libération *in vivo* des COVs aux regards des résultats AUC et I_{\max} (intensité/concentration maximale de COVs libérés) obtenus par les auteurs. Ces résultats obtenus sur matrice modèle vont dans le sens des tendances de libération *in vivo* observées par Frank, Eyres, *et al.* (2012) et Ting *et al.* (Ting, Romano, *et al.*, 2016; Ting, Soukoulis, *et al.*, 2012) sur matrice réelle en fonction de la fermeté des produits.

À l'inverse, Hansson, Giannouli, *et al.* (2003) ont montré qu'un gel ferme de pectine libérait moins de COVs en *in vivo* qu'un gel visqueux de pectine pour des profils aromatiques pourtant identiques.

Les tendances de libération *in vivo* observées dans ces divers travaux sur matrice modèle varient donc d'une étude à l'autre. L'interaction d'autres facteurs doit donc être envisagée pour expliquer ces différents résultats. Les auteurs ont ainsi émis l'hypothèse que la physiologie orale du dégustateur (salivation, mastication, respiration, déglutition) contribuerait également aux résultats observés.

2.4.1. Impact de la texture sur la perception aromatique des COVs

La perception aromatique d'un produit peut être influencée par une multitude de facteurs. De manière générale, les saveurs, la texture et le profil aromatique de base du produit sont les facteurs qui contribuent le plus à la perception aromatique des aliments. Il est difficile d'étudier l'impact d'un de ces facteurs indépendamment des autres car la perception aromatique est bien souvent la résultante de l'interaction de tous ces facteurs (Tournier, Sulmont-Rossé, *et al.*, 2007). C'est pourquoi, il existe peu d'études qui décrivent l'impact de la texture seul sur la perception aromatique des fruits en présentant des tendances de perception aromatique en fonction de la texture. En effet cette étude n'est possible que si les produits comparés sont identiques sur d'autres critères mise à part la texture. Quelques études peuvent tout de même être présentées sur matrices réelles et modèles.

Sur mangue fraîche, Ledeker, Chambers, *et al.* (2012) ont comparé la perception aromatique de morceaux de mangue (texture solide) avec de la purée de mangue (texture semi-solide) issu d'un lot de fruits homogènes pour différents cultivars. Sur l'ensemble des descripteurs aromatiques, texturant et de saveurs utilisés, il apparaît, suivant les variétés, que les morceaux de mangue frais sont notés plus *visqueux*, *fibreux*, *crayeux* et avec des notes aromatiques plus *fruités*. La purée est notée plus *astringente* et avec des notes aromatiques *végétales* et de *cuit* plus marquées. La texture impacte donc la perception de la saveur globale du produit. Dans le même sens, les travaux Sharma, Kadam, *et al.* (2013) ont mis en évidence que la taille des particules d'un jus de mangue reconstitué à partir de poudres de mangues séchées de différentes granulométries impactait la saveur du jus. Les poudres de mangue avec une granulométrie de 260 µm permettaient d'obtenir un jus reconstitué avec plus de saveur qu'avec des poudres de granulométrie de 296 µm et 191 µm.

Sur matrice modèle de fruit, Boland, Delahunty, *et al.* (2006) ont montré que la perception d'un arôme fraise sur gel peu visqueux de pectine était plus intense que sur gel rigide de pectine. Dans le même temps, ces auteurs ont montré que la libération *in vivo* des COVs de l'arôme fraise en PTR-MS était libéré davantage sur le gel rigide que sur le gel visqueux. Les résultats de libération et de perception des COVs sont donc divergents en fonction de la texture matricielle. D'autres facteurs d'impact doivent donc être impliqués dans les processus de libération et de perception rétronasale. Les auteurs ont émis l'hypothèse que la saveur sucrée, notée plus intense sur gel visqueux, pouvait expliquer en partie les résultats de perception aromatique.

En effet, les saveurs sont des exhausteurs d'arôme. Elles contribuent à percevoir de manière plus ou moins intense certaines notes aromatiques. Ainsi, Malundo, Shewfelt, Ware, *et al.* (2001) ont montré, dans le cas de la mangue, que le taux de fructose et de sucrose dans la matrice influence la perception aromatique des notes fruitées (*pêche, banane, orange*), de légumes (*pomme de terre*), boisées (*pin*) et vertes. Dans le cas de la variation du taux d'acide citrique, c'est la perception des notes aromatiques de *pêche* et de *pin* qui sont influencées. Les travaux menés par Poinot, Arvisenet, *et al.* (2011) démontrent d'autant plus l'importance des saveurs dans la capacité d'un panel d'analyse sensorielle à discriminer des produits. Dans cette étude, différents cultivars de pomme ont été notés suivant leur odeur, saveurs, texture et arôme. Les auteurs ont montré que la flaveur des fruits (ensemble des réponses sensorielles) est en grande partie expliquée par l'impact des saveurs. Autrement dit, que la différenciation des cultivars de pommes est avant tout liée à la contribution des saveurs avant celle de la texture et celle de l'arôme.

L'impact de la texture des fruits sur leur perception aromatique peut donc être étudié sans omettre de prendre quelques précautions quant aux choix des matrices d'étude. En effet, les matrices doivent présenter des textures différentes mais être comparables d'un point de vue composition matricielle (sucres, acides, composés d'arômes, etc.) pour ne pas biaiser les réponses sensorielles et les rendre difficiles d'interprétations.

2.4.2. Conclusion sur les études antérieures et sur la stratégie de l'étude à adopter

a) Des questions en suspens

Au vu des différents travaux menés, il existerait donc un comportement de libération *in vivo* des COVs en fonction de la nature de la texture du fruit. Cependant, quelques interrogations restent cependant en suspens.

Frank, Eyres, *et al.* (2012) ont comparé l'orange en jus, gelée et morceaux, et d'autre part la carotte en jus et morceaux. Les jus ont été obtenus à l'aide d'extracteurs, la pulpe du végétal ne fait donc pas partie de la matrice jus. De plus, la gelée d'orange a été obtenue par ajout de gélatine dans le jus d'orange. Les tendances observées en libération *in vivo* dépendent donc à la fois de la texture de la matrice (fruit, solide/semi-solide/liquide) mais aussi de la composition de cette matrice, les produits d'étude étant tous différents de par la nature de leurs composants.

Ting *et al.* (Ting, Romano, *et al.*, 2016; Ting, Soukoulis, *et al.*, 2012) et Friel, Wang, *et al.* (2007) ont réalisé leurs études sur différentes pommes et kiwis en fonction de leurs variétés ou de leurs degrés de maturité. Les tendances de libération *in vivo* observées dépendent donc à la fois du profil aromatique de base du fruit (celui-ci étant différent pour chaque cultivar et degrés de maturité), de la texture du fruit, des constituant non-volatils (sucres, acides, etc.) et du comportement de dégustation du panéliste (celui-ci n'ayant pas été standardisé dans ces études par des cycles de respiration/mastication imposés). Il est donc difficile de conclure quant à un impact texture des fruits sur la libération des COVs tant les produits sont différents et que la physiologie orale des panélistes est impactante dans l'obtention de ces résultats.

Les études de libération *in vivo* menées sur matrices modèles de fruits sont divergentes quant à l'impact de la texture des produits sur le relargage des COVs, même en considérant des matrices modèles proches (Boland, Buhr, *et al.*, 2004; Boland, Delahunty, *et al.*, 2006; Hansson, Giannouli, *et al.*, 2003).

Il est donc difficile de conclure quant à l'impact de la texture des fruits sur la libération *in vivo* des COVs tant les tendances de libération *in vivo* obtenues jusqu'alors sont la contribution de multiples facteurs autres.

Les travaux menés par Boland, Delahunty, *et al.* (2006) sur matrice modèle de fruit (gels pectiques visqueux/ferme) soulèvent une observation intéressante qui est que l'étude de la libération *in vivo* des COVs ne permet pas de prédire la perception aromatique du produit lors de la dégustation. Il est donc important de réaliser une analyse sensorielle des produits en complément des résultats de libération *in vivo* pour décrire la perception de l'arôme.

Quant aux études menées sur la perception aromatique des fruits en fonction de leur matrice, celles-ci ne permettent pas de conclure quant à des tendances de perception aromatique en fonction de leur texture. En effet, dans la majorité des cas, les matrices d'études ne sont pas homologues dans leur composition matricielle (profil aromatique de base des fruits différents, taux des tastants différents, etc.).

b) Stratégie d'étude à mener et précautions à prendre

La libération et la perception *in vivo* des COVs sont la résultante de multiples facteurs d'impact qu'il est souvent difficile de dissocier. Pour étudier spécifiquement l'impact de la texture sur la libération et la perception *in vivo* des COVs sur matrices réelles de fruits des précautions dans la stratégie d'étude doivent être adoptées :

- Les matrices d'étude doivent avoir des compositions chimiques comparables (taux de sucres, acides, pectines, etc.) et des profils aromatiques identiques (même nature et quantité de COVs) tout en présentant des textures différentes (solide/semi-solide/liquide ou bien ferme/tendre). Il convient donc de constituer des lots de fruits homogènes et d'élaborer les différentes matrices avec pas ou peu de variations chimiques (ajout/ suppression de composants non-volatils).
- L'impact de la physiologie orale des sujets doit être au maximum limité. Les animations visuelles de standardisation des cycles de respiration, du nombre de déglutition et du temps de dégustation proposé par Frank, Eyres, *et al.* (2012) sont déjà une solution à envisager pour limiter les variabilités physiologiques inter et intra-individus.
- La perception aromatique des matrices d'étude doit être évaluée par analyse sensorielle en même temps que la perception de l'odeur, des saveurs et de la texture. En effet, des interactions non négligeables peuvent exister entre ces différents stimuli sensoriels.

2.5. Fruit modèle de l'étude : la mangue

2.5.1. Présentation botanique

La mangue est un fruit tropical issu du manguier, arbre originaire des forêts de l'Asie du sud-est et cultivé en Inde depuis près de 4000 ans (Paull & Duarte, 2011). Cet arbre appartient à la famille des Anacardiaceae, et est répertorié sous le nom scientifique *Mangifera indica* L. d'après la nomenclature linnéenne des végétaux (Figure 7).

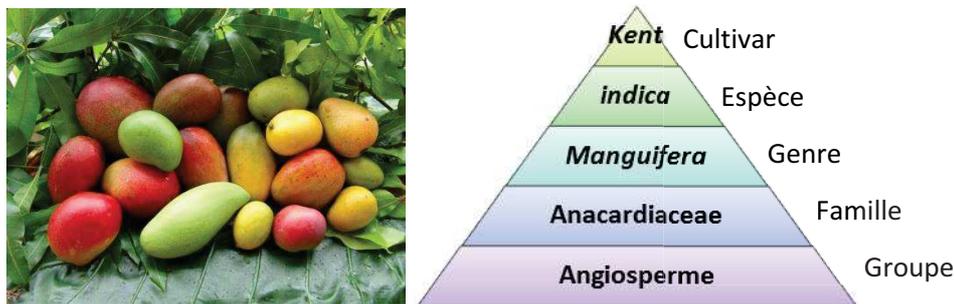


Figure 7. Taxonomie du manguier, exemple du cultivar Kent (*Mangifera indica* L. cv. Kent).

Il existe aujourd'hui plusieurs centaines de variétés de manguiers cultivées à travers le monde, appelées aussi cultivars. Ces derniers, situés dans des zones tropicales et subtropicales, diffèrent de par la morphologie et le cycle de vie de l'arbre (taille, feuilles, floraison, etc.) et de par les fruits produits (quantité, taille, couleur, composition physicochimique, qualités organoleptiques, etc.).

La mangue est un fruit charnu à noyau, appelé aussi drupe, qui présente un exocarpe, un mésocarpe et un endocarpe (Figure 8).

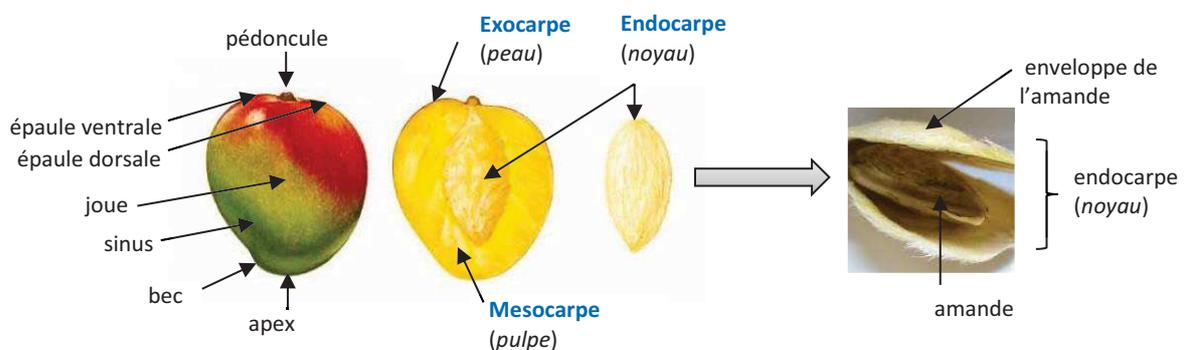


Figure 8. Anatomie du fruit du manguier.

Sources : Paull & Duarte (2011) et Imbert, Loillet, et al. (2014).

L'anatomie et l'apparence du fruit dépend du cultivar mais aussi de son degré de maturité et de maturation. Ainsi, l'exocarpe est épais avec des couleurs pouvant varier du vert au rouge en passant par le jaune et l'orange. Le mésocarpe est plus ou moins épais avec des caractéristiques variables telles que la taille (de 2.5 à plus de 30 cm), la forme (allongée, oblongue, ovale, intermédiaire), la couleur (verte, jaune claire, orange), la flaveur (saveurs, arômes, etc.), la présence de fibres plus ou moins importantes, etc. L'endocarpe est plus ou moins plat, large et entouré de fibres qui se prolongent dans le mésocarpe.

La mangue est un fruit tropical dit climactérique comme l'avocat, la banane, l'abricot, le kiwi, etc. Les fruits climactériques se distinguent des fruits non climactériques (cas du litchi, cerise et ananas par exemple) par le fait qu'ils produisent naturellement de l'éthylène, une hormone végétale importante dans le cycle de vie des fruits. La figure ci-dessous (Figure 9), illustre le cycle de vie du fruit de mangue incluant ses différentes étapes physiologiques (développement et croissance du fruit).

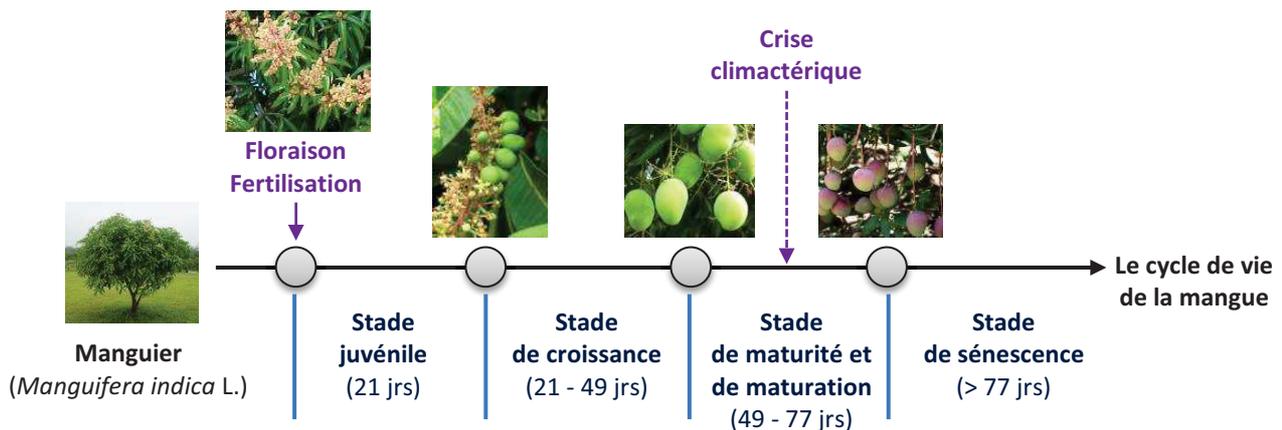


Figure 9. Le cycle de vie du fruit du manguier.

Source : Tharanathan, Yashoda, et al. (2006)

Le cycle de vie de la mangue se distingue en 4 étapes physiologiques (Tharanathan, Yashoda, et al., 2006) :

- Le *stade juvénile* (environ 3 à 4 semaines après fertilisation de la fleur) est le 1^{er} stade de développement du fruit, défini par une multiplication cellulaire rapide et importante.

- Le *stade de croissance* (environ 4 à 5 semaines) correspond à la mise en place et au grossissement des cellules pour tendre vers l'anatomie de maturité du fruit.
- Le *stade de maturité et de maturation* (environ 4 à 5 semaines) se définit par l'acquisition de la maturité du fruit (stade du fruit vert mature) et par l'initiation de la maturation du fruit, c'est-à-dire, du passage du fruit vert mature au stade de fruit mûr. Cette période est caractérisée par une forte production d'éthylène, appelée crise climactérique, entraînant une augmentation de la respiration cellulaire et le changement de nombreux paramètres biochimiques, tel que, l'hydrolyse de l'amidon en sucres simples, la diminution de l'acidité, la dégradation des pectines (diminution de la fermeté) et le développement de l'arôme du fruit (Pech, Purgatto, *et al.*, 2012).
- Le *stade de sénescence* (à environ 11 à 12 semaines après fertilisation de la fleur) correspond à l'acquisition de la pleine maturité du fruit (fruit mûr, bon à consommer, qualités organoleptiques optimales) jusqu'à sa détérioration (dégénérescence cellulaire, dégradation enzymatique des tissus végétaux, etc.).

Les fruits climactériques, tels que la mangue, peuvent ainsi effectuer leur maturation sur ou en dehors de l'arbre après acquisition de la maturité, ce qui n'est pas le cas des fruits non-climactériques qui atteignent leur maturation sur l'arbre pour être consommables.

2.5.2. Production et consommation

a) Les pays producteurs et importateurs

La production mondiale de mangue s'élève à plus de 30 millions de tonnes par an, ce qui en fait le 2^{ème} fruit tropical le plus produit au monde après la banane³. La mangue est principalement produite en Asie (Inde, Chine, Indonésie, Thaïlande, Pakistan), puis en Amérique latine (Mexique, Brésil) et en Afrique (Nigéria, Égypte). Les premiers pays importateurs⁴ de mangues sont les États-Unis suivis des Pays-Bas, puis de l'Allemagne, du Royaume-Uni et de la France.

³ Site officiel FAO (Food and Agriculture Organization), FAOSTAT, <http://faostat.fao.org/site/339/default.aspx>

⁴ Site officiel FAO (Food and Agriculture Organization), FAOSTAT, <http://faostat.fao.org/site/342/default.aspx>

b) Les principales variétés de mangues consommées à travers le monde

Les variétés de mangue les plus produites et consommées à travers le monde sont la *Tommy Atkins*, la *Kent*, la *Keitt*, l'*Osteen*, l'*Haden*, et la *Valencia Pride* (Imbert, Loeillet, *et al.*, 2014).

Sur les marchés européens, la variété *Kent* suivie de la *Tommy Atkins* et de la *Keitt* sont les variétés que l'on peut rencontrer le plus communément. Elles sont disponibles sur une grande partie de l'année et en quantité sur nos marchés. Suivant la saison et les marques distributeurs, la variété de mangue, l'origine géographique des fruits et le mode de transport (avion ou bateau) peuvent varier.

c) Valorisation et consommation

La mangue est un fruit valorisé et décliné en de nombreux produits. Suivant les pays, les pratiques culturelles et culinaires, la mangue peut s'utiliser ou se consommer à l'état de fruit vert mature ou bien de fruit mûr, sous forme de produits bruts ou bien transformés.

Au stade de fruit vert mature, la mangue peut être utilisée pour la confection de sauce (chutney, saumures), de boisson (panna) ou de produits transformés divers (mangues séchées, confites, salées, en poudre type amchoor), (Masibo & He, 2009). Au stade de fruit mûr, la mangue est principalement consommée en tant que fruit frais. La pulpe peut être aussi transformée et valorisée en de nombreux produits tels que des jus, nectars, confitures, compotes, fruits au sirop, séchés, congelés, caramélisés, etc.

Outre la chaire du fruit, la peau, le noyau et les feuilles du fruit du manguier sont aussi utilisés et valorisés. Les composés bioactifs, présents en grande quantité dans la peau (composés phénoliques, caroténoïdes, pectines, fibres), peuvent être extraits et réutilisés comme ingrédients en industrie agroalimentaire (Berardini, Knödler, *et al.*, 2005; Masibo & He, 2009). À partir du noyau de mangue, un « beurre de mangue » riche en acides gras et en composés antioxydants peut être extrait et utilisé en industrie cosmétique (Kittiphoom, 2012). Les feuilles, également riches en composés bioactifs, sont utilisées pour concocter des extraits appliqués en médecine traditionnelle en Asie (Masibo & He, 2009).

2.5.3. Composition et caractéristiques physicochimiques

a) Composition chimique et nutritionnelle

La composition de la mangue dépend de nombreux facteurs tels que le cultivar considéré, les origines géographiques et géologiques, le climat, le stade de maturité et de maturation, les conditions de stockage, etc. (Litz, 2009; Masibo & He, 2009; Tharanathan, Yashoda, *et al.*, 2006).

La mangue est constituée à 60-75 % de pulpe, 11-18 % de peau et de 14-22 % de noyau (Paull & Duarte, 2011). Le tableau ci-contre (Tableau 2) présente la composition du fruit pour la pulpe de mangue fraîche. Les données présentées dans ce tableau restent indicatives (USDA, National Nutrient Database for Standard Reference, 2016, Réf. 09176).

La pulpe est constituée d'environ 80 % d'eau et de 20 % d'extrait sec soluble. Sa composition en fait un fruit intéressant de par sa teneur en fibres, en minéraux, en vitamine A, en provitamine A (β -carotène) et en vitamine C (Masibo & He, 2009).

En comparaison avec d'autres fruits⁵, la mangue est un fruit moyennement calorique (0.60 kcal/g) au même titre que le kiwi, la pomme, la myrtille ou la poire (0.61-0.57 kcal/g). Elle présente un apport en vitamines A et en provitamine A (0.54 μ g RAE/g ; β -carotène 6.4 μ g/g) inférieur à l'abricot (0.96 μ g RAE/g ; β -carotène 10.94 μ g/g), mais bien supérieur à l'orange, le kiwi ou encore l'ananas (0.03-0.11 μ g RAE/g ; β -carotène 0.35-0.71 μ g/g). En revanche son apport en vitamine C (0.364 mg/g) est supérieur à l'abricot (0.10 mg/g) mais inférieur à l'orange, l'ananas et le kiwi (0.532-0.927 mg/g).

⁵USDA, National Nutrient Database for Standard Reference (2016)

Tableau 2. Composition chimique de la pulpe de mangue fraîche.

Source: USDA, National Nutrient Database for Standard Reference (2016).

Constituant	Teneur pour 100g de pulpe fraîche*
Eau	83.46 g
Calories	60 kcal (ou 250 kJ)
Protéines	0.82 g
Lipides	0.38 g
<i>dont saturés (0.092 g), monoinsaturés (0.14 g), polyinsaturés (0.071 g)</i>	
Cendre	0.36 g
Carbohydrates	14.98 g
Fibres	1.6 g
Sucres totaux	13.66 g
<i>dont sucrose (6.97 g), glucose (2.01 g), fructose (4.68 g)</i>	
Minéraux	205.02mg
<i>dont Ca (1 mg), Fe (0.16 mg), Mg (10 mg), P (14 mg), K (168 mg), Na (1 mg), Zn (0.09 mg), Cu (0.111 mg), Mn (0.063 mg), Se (0.6 µg)</i>	
Vitamines	
<i>Vitamine A</i>	1082 IU (ou 54 µg RAE)
<i>Thiamine (B1)</i>	0.028 mg
<i>Riboflavine (B2)</i>	0.038 mg
<i>Niacine (B3)</i>	0.669 mg
<i>Acide Pantothénique (B5)</i>	0.197 mg
<i>Pyridoxine (B6)</i>	0.119 mg
<i>Vitamine C (acide ascorbique)</i>	36.4 mg
<i>Vitamine E (α-tocophérol)</i>	0.9 mg
<i>Vitamine K (phylloquinone)</i>	4.2 µg
<i>β-carotène</i>	640 µg
<i>α-carotène</i>	9 µg
<i>β-cryptoxanthine</i>	10 µg
<i>Lycopène</i>	3 µg
<i>Lutéine et zéaxanthine</i>	23 µg
<i>Folate, total</i>	43 µg
<i>Choline, total</i>	7.6 mg
Acides aminés	0.676 g
<i>dont Tryptophane (0.013 g), Thréonine (0.031 g), Isoleucine (0.029 g), Leucine (0.05 g), Lysine (0.066 g), Méthionine (0.008 g), Phénylalanine (0.027 g), Tyrosine (0.016 g), Valine (0.042 g), Arginine (0.031 g), Histidine (0.019 g), Alanine (0.082 g), Acide aspartique (0.068 g), Acide glutamique (0.096 g), Glycine (0.034 g), Proline (0.029 g), Sérine (0.035 g)</i>	

* Valeurs moyennes obtenues pour les cultivars Tommy Atkins, Keitt, Kent, et Haden
 IU, international unit
 RAE, retinol activity equivalents

b) Suivi de la qualité des fruits et mesures physicochimiques au cours de la maturité et de la maturation

Des mesures physicochimiques sont réalisées tout au long de la chaîne de production des fruits, des zones agricoles jusqu'aux points de vente et de transformation, pour s'assurer de la bonne qualité des mangues.

L'évaluation de la qualité des mangues est particulièrement importante au moment :

- de la *récolte des mangues*, afin de s'assurer qu'elles soient assez mures pour pouvoir développer tout leur potentiel organoleptique (couleur, arômes, saveurs) lors de la maturation. En effet, au cours du stade de maturité et de maturation, les fruits doivent être cueillis, au minima, au stade vert mature. Le degré de maturation des fruits, en revanche, peut être variable suivant leur devenir : vente des fruits frais sur le marché local, exportation des fruits frais par bateau ou par avion, transformation des fruits en produits industriels.
- de la *transformation des mangues* en produits industriels (jus, nectars, confitures, fruits séchés, salades de fruits, etc.). En effet, les industries agroalimentaires se doivent de constituer des lots de fruits homogènes et à des niveaux de maturation spécifiques pour s'assurer de la bonne fabrication de leur produits transformés.

Actuellement, le stade de maturité et de maturation des mangues est bien souvent évalué par mesures empiriques telles que l'appréciation de la couleur du fruit, de son anatomie (forme, taille, densité, remplissage du fruit), de sa fermeté au toucher (palpation du fruit) et de son âge physiologique (nombre de jour après floraison).

Avec les avancées scientifiques actuelles, quelques outils et mesures physicochimiques sont proposés pour décrire au mieux le niveau de maturité et de maturation des mangues et de s'assurer de la qualité des produits de fruits. Ces méthodes sont décrites ci-après.

i) *La fermeté des fruits*

La mesure de la fermeté est souvent utilisée en agronomie pour évaluer le niveau de maturité et de maturation des fruits.

Des mesures non-destructives de la fermeté sur les fruits peuvent être réalisées à l'aide de duromètres manuels ou bien statiques (Camps & Christen, 2009; Jarimopas & Kitthawee, 2007; Valente, Ribeyre, *et al.*, 2011; Valero, Crisosto, *et al.*, 2007) ou encore avec des

appareils de mesures acoustiques (Ito & Sugiyama, 2000; Valente & Ferrandis, 2003; Valente, Prades, *et al.*, 2013; Valente, Ribeyre, *et al.*, 2011).

Des mesures destructives peuvent également être réalisées pour évaluer la fermeté des fruits à l'aide de pénétromètres (S. K. Jha, Sethi, *et al.*, 2010; Valente, Ribeyre, *et al.*, 2011).

La spectrométrie proche infrarouge (NIRS, near-infrared spectrometry) permet également d'établir des relations entre certains paramètres physicochimiques du fruit (la fermeté, l'extrait sec soluble et l'acidité) et son état physiologique en terme de maturité et de maturation (Camps & Christen, 2009; S. N. Jha, Jaiswal, *et al.*, 2012; S. N. Jha, Narsaiah, *et al.*, 2014; Schmilovitch, Mizrach, *et al.*, 2000).

ii) La couleur de la pulpe et de la peau

La couleur de la peau du fruit (S. N. Jha, Chopra, *et al.*, 2007; S. N. Jha, Kingsly, *et al.*, 2006) ou bien la couleur de la chair (Dick, N'DaAdopo, *et al.*, 2009; Phakawatmongkol, Ketsa, *et al.*, 2004) peuvent renseigner sur la qualité et sur l'homogénéité d'un lot de fruit. Les mesures sont réalisées à l'aide d'un colorimètre ou bien d'une échelle colorimétrique de référence.

iii) L'extrait sec soluble et l'acidité

Comme énoncée précédemment, la spectrométrie proche infrarouge (NIRS) permet de corréler le taux d'extrait sec soluble et l'acidité titrable (AT) avec le niveau de maturité et de maturation du fruit. De façon conventionnelle, l'extrait sec soluble est mesuré à partir d'un réfractomètre (exprimé en °Bx) et l'AT avec un titrateur de pH et une solution titrante (exprimé en milli-équivalent d'acide organique majoritaire).

iv) Les mesures standard réalisées sur produits de mangue

De manière générale, pour décrire un lot de mangues ou des produits de mangue, les mesures physicochimiques réalisées sont destructives et sont menées après échantillonnage des fruits. Les paramètres physicochimiques les plus couramment décrits sont :

- l'extrait sec soluble (exprimé en °Bx), au moyen d'un réfractomètre.
- l'acidité, par mesure de pH et de l'acidité titrable (AT, exprimée en méq d'acide) à l'aide d'un titrateur de pH et d'une solution titrante.

- la couleur de la pulpe, au moyen d'un colorimètre ou d'une échelle colorimétrique de référence (exprimée dans le système CIE XYZ ou L*a*b*).
- la matière sèche (MS, exprimée en %), établie après déshydratation du produit en étude. La procédure expérimentale de référence souvent reprise pour déterminer la MS est celle de l'AOAC réf. 934.06/37.1.10 (AOAC, Association of Official Analytical Chemists International).
- l'activité de l'eau, au moyen d'un a_w-mètre (exprimée sans unité).

2.5.4. Profil aromatique

a) Les composés volatils

Le profil aromatique de la mangue est riche et complexe de par la présence de nombreuses familles chimiques. De manière générale, pour la majorité des cultivars, les composés terpéniques, les monoterpènes et les sesquiterpènes, constituent la classe chimique majoritaire. D'autres classes chimiques telles que les lactones, les esters, les alcools les aldéhydes, les cétones, les acides carboxylique, les furanes, et plus récemment des composés soufrés, ont également été identifiés dans les différents cultivars répertoriés à travers le monde. Ces nombreux composés d'arôme, de par leur classe chimique et leur teneur dans le fruit, confèrent à chaque cultivar sa particularité aromatique. La figure ci-contre (Figure 10), présente le profil aromatique de quelques variétés principales de mangue produites à travers le monde.

Le Tableau 3 ci-contre (p 42) énumère, de manière non-exhaustive, les composés d'arôme principaux que l'on peut rencontrer communément dans un grand nombre de cultivars de mangue.

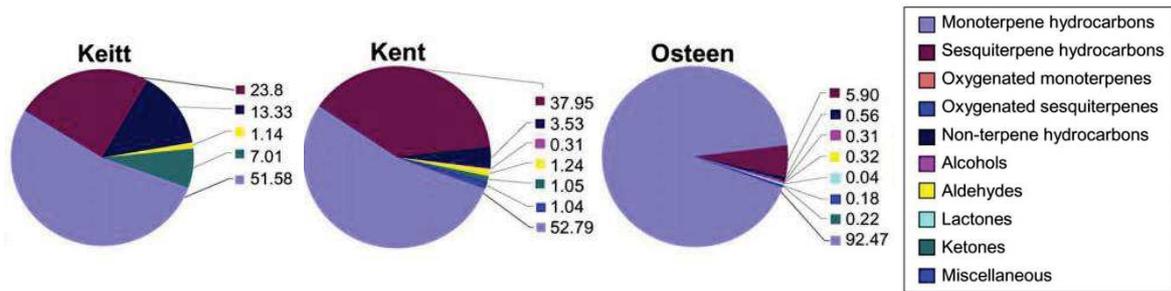


Figure 10. Profil aromatique de variétés de mangues principalement produites à travers le monde (en % de composés volatils par classes chimiques).

Source : extrait de Pandit, Chidley, et al. (2009).

Les études menées en chromatographie gazeuse couplée à l'olfactométrie (GC-O), ont permis de mettre en évidence des composés d'arôme susceptibles d'impacter l'arôme de mangue dans différents cultivars. Ces composés clés sont également présentés, de manière non-exhaustive (Tableau 3, ci-contre). Ces derniers présentent un FD (*flavour dilution factor* ou facteur de dilution) important et/ou une OAV (*Odour Activity Value* ou nombre d'unité d'odeur) supérieure à 1.

Les composés d'arôme du profil aromatique de la mangue apportent les notes suivantes (Munafo, Didzbalis, et al., 2014; Pino, 2012; Pino & Mesa, 2006) :

- des notes *vertes, terpéniques, boisées et citrus* dans le cas des monoterpènes δ -3-carène, limonène, β -myrcène, terpinolène, (*Z*)- et (*E*)- β -ocimène et du sesquiterpène β -caryophyllène.
- des notes *florales*, pour ce qui est des terpènes oxygénés linalol, (*E*)- β -damascénone et (*E*)- β -ionone et de l'alcool 2-phenyléthanol.
- des notes *fruitées*, grâce aux hydrocarbures non-terpéniques (*E,Z*)-undeca-1,3,5-triène et (*E,Z,Z*)-undeca-1,3,5,8-tetraène et aux esters 2-méthylpropanoate d'éthyle, 2-méthylbutanoate d'éthyle et 3-méthylbutanoate d'éthyle et butanoate d'éthyle
- des notes *vertes et grasses*, dans le cas des aldéhydes (*E*)-3-hexénal ; (*Z*)-3-hexénal ; (*E*)-2-nonénal ; (*E,Z*)-nona-2,6-diéнал).
- des notes de *foin* (3-méthylbutane-2,4-dione), de *noix de coco* (γ -octalactone et δ -octalactone), de *caramel* (MDMF, HDMF et) ou de *pomme de terre* (3-(méthylthio)propanal).

- ou encore des notes déplaisantes de type *terreuses* (2,3-diéthyl-5-méthylpyrazine), *rances* (acide benzoïque, acides 2- & 3-méthylbutanoïque) ou bien *soufrées* (3-méthylbut-2-ène-1-thiol).

Tableau 3. Les composés d'arôme principaux et communs de la mangue.

Sources : Pino & Mesa (2006), Pino (2012), Munafo, Didzbalis, et al. (2014), Pandit, Chidley, et al. (2009), Pino (2012), bases de données internet (Flavornet, Pherobase, The LRI and Odour Database).

Famille	Composé	OT ^a (ppb)	Notes olfactives	OAV ^b	FD ^c
Monoterpènes	δ-3-carène	5-770	Résineuse, citron, orange	5-80	128
	β-pinène	140	Boisée, résineuse, terpénique		
	α-pinène	6	Pin, térébenthine	13	
	Limonène	210-1000	Verte, citron, orange	1-47	128
	β-myrcène	15-36	Terpénique, résineuse, balsamique	25-28	64-128
	Terpinolène	200	Pin, boisée, anisée	1-230	512
	α-phellandrène	40	Térébenthine, verte, citron	40	
	(Z)-β-ocimène		Terpénique, citrus		512
	(E)-β-ocimène	34	Terpénique, verte		128
	p-cymène	11,4	Chimique, citrus	5	
Sesquiterpènes	β-caryophyllène	64	Boisée, épicée, terpénique	2-72	64
	α-caryophyllène	160	Boisée, grasse		
Monoterpènes oxygénés	Linalol	6	Florale, citron	15	64
	Géranyl acétone	60	Florale, verte	2	
Norisoprenoïdes	(E)-β-damascènone	0.002-10	Fruitée, florale, douce	2-5000	1024
	(E)-β-ionone	0.007-0.2	Florale, violette	450-2512	256-512
Hydrocarbures non-terpéniques	(E,Z)-undeca-1,3,5-triène		Ananas, épicé		512
	(E,Z,Z)-undeca-1,3,5,8-tetraène		Ananas		512
Esters	propanoate d'éthyle	10	Fruitée	126	
	butanoate d'éthyle	1	Fruitée	4000	1024-2048
	hexanoate d'éthyle		Fruitée		32
	octanoate d'éthyle		Fruitée		32
	2-méthylpropanoate d'éthyle	0,1	Fruitée	800	512
	2-méthylbutanoate d'éthyle	0,2	Fruitée	50	128-512
	3-méthylbutanoate d'éthyle		Fruitée		2048
	benzoate de méthyle	0.52-73	Florale	4-20	32
Alcools	1-pent-3-énol	400	Beurre, rance	10	
	2-phenyléthanol	1100	Florale, rose		128
Aldéhydes	hexanal	4,5	Verte, grasse	42-16	32
	heptanal	3	Verte, grasse, rance	6	
	nonanal	1	Verte, grasse, florale	10-20	32
	(E)-hex-2-énal	17	Verte, pomme	4	
	(E)-hex-3-énal		Verte		512
	(Z)-hex-3-énal		Verte		128

	(<i>E</i>)-hept-2-éнал	13	Grasse, amande	3	
	(<i>E</i>)-non-2-éнал	0,08	Grasse, verte, concombre	750 - 1259	128-512
	(<i>E,Z</i>)-nona-2,6-diéнал	0.01-0.02	Grasse, verte, concombre	1000-31623	128-1024
Cétones	butane-2,3-dione		Beurrée, fruitée		32
	3-méthylbutane-2,4-dione		Foin		128
Acides carboxyliques	acide acétique		Vinaigre		32
	acide benzoïque		Rance, urine		128
	acide 2- & 3-méthylbutanoïque		Rance		128
Lactones	γ -octalactone	7	Noix de coco	3-13	32-512
	δ -octalactone	400	Noix de coco		512
Furanes	4-méthoxy-2,5-diméthyl-3(2H)-furanone (MDMF, mésifurane)	160	Caramel, vin de xérès	3	32-128
	4-hydroxy-2,5-diméthyl-3(2H)-furanone (HDMF, furanéol)		Caramel		2048
	2,3-diéthyl-5-méthylpyrazine		Terreuse		128
Composés soufrés	(<i>E</i>)-but-2-ène-1-thiol		Souffrée		32
	3-méthylbut-2-ène-1-thiol		Souffrée		128
	3-(méthylthio)propanal		Pomme de terre cuite		512

Légende :

^aOT (odour threshold), les seuils de détection olfactifs des composés d'arôme dans l'eau (en $\mu\text{g}/\text{kg}$) relevés dans la littérature.

^bOAV (odour activity value), nombre d'unité d'odeur des composés d'arôme (sans unité) relevés dans la littérature.

^cFD (flavour dilution factor), les facteur de dilution des composés d'arôme (sans unité) relevés dans la littérature.

b) Formation et synthèse des composés d'arôme de mangue

Après initiation de la maturation (après crise climactérique), le fruit développe ses propriétés organoleptiques telles que l'arôme, les saveurs acide et sucrée (Tharanathan, Yashoda, *et al.*, 2006). Le développement de l'arôme s'accompagne de la production de bon nombre de composés d'arôme. Ces composés sont générés soit par voies métaboliques, soit par dégradation de précurseurs d'arôme.

Les terpènes, classe chimique majoritaire de l'arôme de mangue, sont produits à partir de la voie mévalonique (voie de l'Acétyl coenzyme A) et de la voie du déoxyxylulose phosphate (Dubey, Bhalla, *et al.*, 2003). Ces voies métaboliques conduisent à la synthèse de l'isopentényle pyrophosphate (IPP). La condensation de l'IPP avec le DMAP (diméthylallyle pyrophosphate) issu de la même voie métabolique conduit au GPP (géranyle pyrophosphate).

Les monoterpènes sont formés par transformation du GPP. Quant aux sesquiterpènes, ils sont synthétisés suite à la condensation du GPP avec l'IPP.

Les alcools, les cétones et les aldéhydes sont issus du métabolisme des lipides (Belitz, Grosch, *et al.*, 2009b; Lalel, Singh, *et al.*, 2003a). Ainsi, les aldéhydes de la mangue tels l'hexanal, (*Z*)- et (*E*)-hex-3-éanal, (*E*)-hept-2-éanal (*E*)-non-2-éanal, ou le (*E,Z*)-nona-2,6-diéanal sont produits à partir des acides linoléique et linoléïque par la voie de la lipoxygénase ou encore, l'heptanal, l'octanal et le nonanal par dégradation de l'acide oléique.

D'autres précurseurs d'arôme de la mangue peuvent être aussi cités :

- les *caroténoïdes* (Baldermann, Naim, *et al.*, 2005); la β -ionone peut être ainsi générée à partir du β -carotène par clivage oxydatif (Kanasawud & Crouzet, 1990) ou bien par action d'enzyme telle la β -carotène oxygénase (Baldermann, Naim, *et al.*, 2005; Fleischmann, Watanabe, *et al.*, 2003) .

- les *composés glycosylés* ou *hétérosides* ; le 2-phényléthanol (Adedeji, Hartman, *et al.*, 1992; Lalel, Singh, *et al.*, 2003c; Olle, Baumes, *et al.*, 1998), le furanéol (Sakho, Chassagne, *et al.*, 1997), l'acide benzoïque (Adedeji, Hartman, *et al.*, 1992) ou encore des composés typiques de certains cultivars comme le (*Z*)-3-hexène-1-ol ou des γ -lactones (Lalel, Singh, *et al.*, 2003c) ont été détectés sous forme glycoconjuguée dans la mangue. L'hydrolyse acide ou enzymatique de ces précurseurs d'arôme glycosylés permet de libérer la partie volatile (Sakho, Chassagne, *et al.*, 1997)

c) Variabilités aromatiques multi-facteurs

De nombreux facteurs peuvent influencer le profil aromatique de la mangue tant d'un point de vue qualitatif que quantitatif (Figure 11, ci-contre).

En premier lieu, la variabilité aromatique de la mangue provient du type de manguier considéré, c'est-à-dire de sa variété et de son patrimoine génétique (Pandit, Chidley, *et al.*, 2009; Pino, Mesa, *et al.*, 2005) de son origine géographique, et des conditions environnementales (climat, type de sol, altitude, etc.) qui l'entourent (Kulkarni, Chidley, *et al.*, 2012).

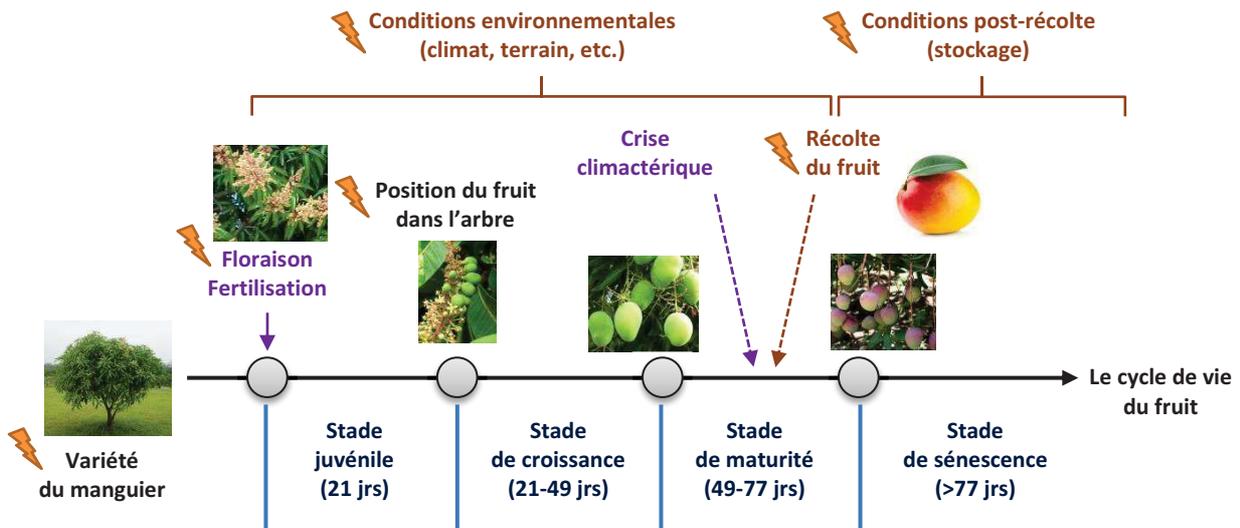


Figure 11. Les facteurs d'impact de la variabilité aromatique de la mangue.

Le stade physiologique du fruit impacte aussi grandement le profil aromatique de la mangue. Ainsi, le stade de maturité du fruit à la récolte (Pandit, Kulkarni, *et al.*, 2009) et le stade de maturation du fruit en post-récolte (Lalel, Singh, *et al.*, 2003a; Lebrun, Plotto, *et al.*, 2008; Pandit, Kulkarni, *et al.*, 2009) sont des facteurs importants à prendre en compte.

Les conditions post-récoltes des mangues telles que le stockage (atmosphère modifiée, environnement chaud, réfrigéré, ventilé, etc.) (Beaulieu & Lea, 2003; Bender, Brecht, *et al.*, 2000), les procédés de transformation (la réduction de la pulpe en purée ou en jus, la pasteurisation, le confisage, etc.), (El-Nemr, Ismail, *et al.*, 1988; Ledeker, Suwonsichon, *et al.*, 2014) peuvent aussi modifier fortement l'arôme initial des fruits.

De plus, pour un manguiers donné, il existe également une variabilité aromatique inter-fruits. En effet, des mangues récoltées sur le même arbre (même origine) ont toutes une « histoire » différente (date de floraison et de fécondation, le taux d'ensoleillement sur l'arbre, place dans l'arbre, etc.) ce qui aboutit à des profils aromatiques différents (Joas, Vulcain, *et al.*, 2012).

De même, une variabilité aromatique intra-fruit (intrinsèque au fruit) a également été noté par Lalel, Singh, *et al.* (2003b) sur le cultivar *Kensington*. Pour cette variété, la pulpe externe (proche de la peau) est plus riche en monoterpènes et esters que la pulpe interne (proche du noyau) plus riche en composés aromatiques et lactones. De même, la partie haute

du fruit (épaules) est plus riche en composés d'arôme (monoterpènes, sesquiterpènes, alcools, composés aromatiques) que le centre et le bas du fruit (joues et bec).

Toutes ces variabilités aromatiques posent la question de s'assurer d'un lot de fruits homogènes, tant pour les industries agroalimentaires que pour mener à bien des études scientifiques.

2.5.5. Extractions et analyses des composés d'arôme sur produits de mangue

a) Extractions des composés d'arôme

i) Extractions liquide-solide par solvant

Pour étudier les composés d'arôme de la mangue, la technique d'extraction la plus classique est l'extraction liquide-solide réalisée à l'aide d'un solvant organique.

Les études qui ont utilisé cette technique ont toutes été menées sur pulpe de mangue fraîche, mais avec des solvants d'extraction différents : au dichlorométhane (Pandit, Chidley, *et al.*, 2009; Pandit, Kulkarni, *et al.*, 2009), au pentane ou en mélange azéotropique pentane/dichlorométhane (2:1, v:v) (Olle, Baron, *et al.*, 1997; Olle, Baumes, *et al.*, 1998) ou à l'éther diéthylique (Tamura, Boonbumrung, *et al.*, 2000). La phase organique aromatique obtenue après extraction au solvant est filtrée, séchée puis concentrée avant d'être analysée. La concentration de l'extrait peut se faire à l'aide d'un montage Kuderna-Danish, d'une colonne de Vigreux, ou bien par évaporateur rotatif.

Les extractions simples au solvant présentent cependant des inconvénients non négligeables reportés dans la littérature. En effet, l'extraction au solvant est non sélective, tous les composés volatils ou non-volatils ayant une affinité avec le solvant peuvent être extraits. Ainsi, des précurseurs d'arôme extraits par le solvant (caroténoïdes, norisoprénoïdes, acides gras, etc.) peuvent se dégrader par la suite, au cours des opérations de concentration de l'extrait ou bien lors de l'analyse chromatographique, et générer des composés d'arôme non initialement présents dans le profil aromatique originel du fruit (Belitz, Grosch, *et al.*, 2009b; Kanasawud & Crouzet, 1990; Lalel, Singh, *et al.*, 2003c).

Les extraits aromatiques obtenus par extraction au solvant peuvent donc être plus ou moins représentatifs du produit étudié suivant les conditions opératoire menées.

De plus, l'extraction classique au solvant nécessite des volumes de solvant organiques conséquents, souvent nocifs pour l'utilisateur et l'environnement.

ii) Extraction et hydrodistillation simultanées

L'extraction au solvant et hydrodistillation simultanées (SDE, *simultaneous distillation extraction*) est une technique couramment utilisée pour l'étude des composés d'arôme de mangue (MacLeod & de Troconis, 1982; MacLeod & Snyder, 1985; Pino & Mesa, 2006; Pino, Mesa, *et al.*, 2005; Tamura, Boonbumrung, *et al.*, 2000). Pour ce faire, un montage de type Likens-Nickerson est utilisé (Figure 12).

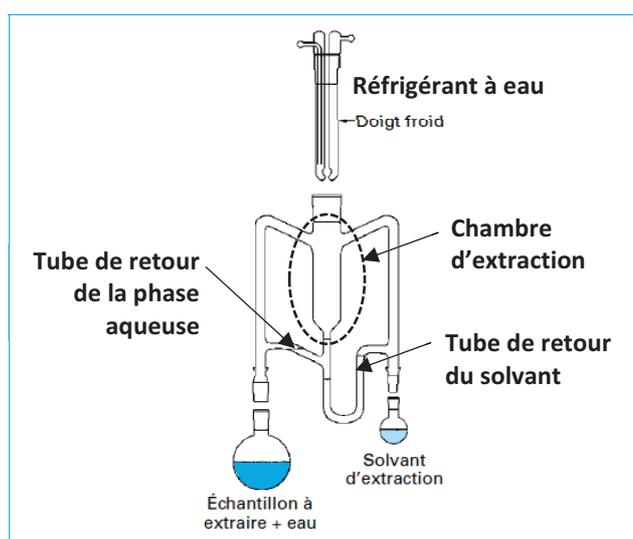


Figure 2 - Appareil de Likens-Nickerson (solvant plus dense que l'eau)

Figure 12 : Schéma du montage de Likens-Nickerson.

Source : adaptée de Xavier (2007)

Le principe de la SDE repose sur l'extraction des composés d'arôme par vapeur d'eau et par solvant organique dans un processus de codistillation continue. Par la suite, l'extrait organique est séché puis concentré avant d'être analysé. L'inconvénient majeur de la technique SDE est que des réactions de dégradation des COVs comme les terpènes (Williams, Strauss, *et al.*, 1980), ou encore l'hydrolyse des glycosides (Sarry & Günata, 2004), ou bien la dégradation des caroténoïdes conduisant à la formation de composés d'arôme (Kanasawud & Crouzet, 1990) peuvent avoir lieu durant le processus d'extraction du fait que le milieu réactionnel soit porté à ébullition.

iii) L'extraction SAFE

L'extraction SAFE est une technique récemment utilisée sur mangue (Munafo, Didzbalis, *et al.*, 2014; Munafo, Didzbalis, *et al.*, 2016). Elle a été mise en place par Engel, Bahr, *et al.* (1999). C'est une extraction par solvant réalisée sous vide poussé et avec chauffage très modéré. Les composés non-volatils ne sont pas extraits et les réactions de dégradation des composés induites par chauffage et par oxydation sont extrêmement limitées. Ainsi, l'extraction SAFE permet d'obtenir un extrait aromatique représentatif du profil aromatique originel de la matrice étudiée sans génération d'artéfacts.

Deux techniques SAFE sont aujourd'hui reportées dans la littérature :

- le SAFE en mode « direct », (Majcher & Jeleń, 2009; Murat, Bard, *et al.*, 2013; Ning, Fu-ping, *et al.*, 2011; Paravisini, Gourrat-Pernin, *et al.*, 2012)
- le SAFE en mode « indirect », (Li, Schieberle, *et al.*, 2012; Munafo, Didzbalis, *et al.*, 2014; Xu, Fan, *et al.*, 2007).

Le SAFE en mode direct demande à réaliser l'extraction sous vide poussé directement sur la matrice étudiée (Figure 13, ci-contre). Les composés volatils entraînés par vapeur d'eau sont piégés dans un ballon placé dans un piège froid (azote liquide). La phase aqueuse aromatique obtenue est ensuite soumise à une extraction liquide-liquide avec un solvant organique. L'extrait aromatique organique obtenu est ensuite séché et concentré avant d'être analysé.

Le SAFE en mode indirect, quant à lui, demande à traiter dans un 1^{er} temps l'échantillon par extraction liquide-liquide ou liquide-solide avec un solvant organique. C'est la phase aromatique organique obtenue qui sera ensuite traitée avec le montage SAFE. Suite à l'extraction sous vide SAFE, l'extrait aromatique organique obtenu est ensuite séché et concentré avant d'être analysé.

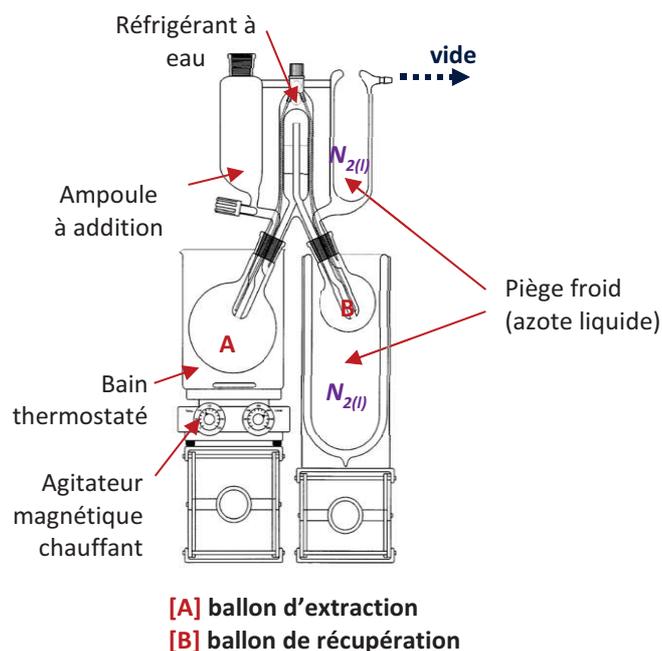


Figure 13. Montage de l'extraction SAFE.

Sources : adaptée de Engel et al. (1999).

iv) Techniques de l'espace de tête

Les composés d'arôme de la mangue peuvent être aussi étudiés par la technique de l'espace de tête. Les deux techniques de l'espace de tête répertoriées dans la littérature et utilisées pour l'étude de l'arôme de mangue sont :

- la *microextraction en phase solide* (SPME, solid phase micro extraction), (Beaulieu & Lea, 2003; Ibáñez, López-Sebastián, *et al.*, 1998; Ignacio, 2007; Junwei, Kye-Chung, *et al.*, 2003; Lalel, Singh, *et al.*, 2003a, 2003b; Liu, Grauwet, *et al.*, 2014; Menezes Filho, dos Santos, *et al.*, 2010; Naef, Velluz, *et al.*, 2005; Shang, Deng, *et al.*, 2002).

- la *technique purge and trap* (P&T ou espace de tête dynamique), (Augustyn, Botha, *et al.*, 2010; Cosse, Todd, *et al.*, 1995; Junwei, Kye-Chung, *et al.*, 2003; Torres, Chiralt, *et al.*, 2012; Vodovotz, Arteaga, *et al.*, 1993).

Ces deux techniques reposent sur l'extraction des composés d'arôme à l'aide d'un polymère adsorbant. Les composés volatils se fixent au polymère par affinité chimique et par liaisons chimiques faibles et réversibles.

Dans le cas de l'extraction SPME (Figure 14), les composés volatils présents dans l'espace de tête sont adsorbés sur une fibre SPME recouverte d'un film de polymère adsorbant. Ces composés sont ensuite thermodésorbés et analysés par chromatographie en phase gazeuse.

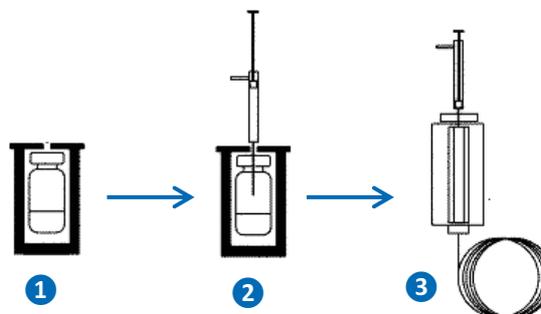


Figure 14. Les étapes de l'extraction SPME.

Légende :

❶ Conditionnement de l'échantillon (phase d'équilibre) ❷ Extraction des composés d'arôme par la fibre SPME (phase d'extraction), ❸ Thermodésorption des composés d'arôme de la fibre SPME dans un injecteur GC (phase de thermodésorption et d'analyse).

Afin de réaliser une extraction SPME efficace, il est nécessaire au préalable d'optimiser les paramètres expérimentaux suivants : le temps et la température d'équilibre et d'extraction et le choix de la fibre SPME (nature chimique et quantité du polymère adsorbant).

Dans la littérature, le choix de la fibre SPME reste très variable suivant les auteurs dans le cas de la mangue : polydiméthylsiloxane (PDMS), carboxen (CAR), divinylbenzène (DVB), polyacrylène (PA), diphasée (PDMS/DVB, CAR/PDMS), triphasée (DVB/CAR/PDMS), (Beaulieu & Lea, 2003; Ibáñez, López-Sebastián, *et al.*, 1998; Ignacio, 2007; Junwei, Kye-Chung, *et al.*, 2003; Lalel, Singh, *et al.*, 2003a, 2003b; Liu, Grauwet, *et al.*, 2014; Menezes Filho, dos Santos, *et al.*, 2010; Naef, Velluz, *et al.*, 2005; Shang, Deng, *et al.*, 2002).

Pour la technique P&T (Figure 15, ci-contre), la matrice est placée dans un flacon d'extraction spécialement conçu pour cette technique. L'échantillon peut être placé à une température donnée avec ou sans agitation (bain thermostaté, agitateur magnétique). Un gaz inerte (le plus souvent de l'azote ou de l'hélium) va entraîner les composés d'arôme de l'échantillon et de l'espace de tête vers un polymère adsorbant où ils seront piégés et concentrés.

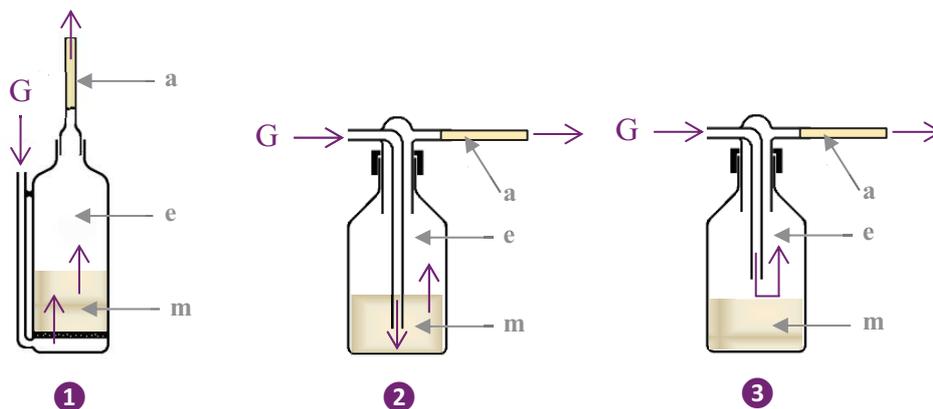


Figure 15 : Les différents modes d'extraction P&T.

Légende :

❶ P&T par bullage total, ❷ P&T par bullage simple, ❸ P&T par effleurage, (m) matrice de l'étude, (e) espace de tête, (a) polymère adsorbant, (G) gaz d'extraction (gaz inerte, azote, hélium, etc.)

Les différentes méthodes P&T que l'on peut rencontrer dépendent du mode d'introduction du gaz vecteur et du mode d'extraction des composés volatils. Ainsi, le gaz peut réaliser une traversée totale de l'échantillon (bullage total), une traversée partielle (bullage simple, barbotage), ou bien un effleurage en surface de l'échantillon (effleurage).

Le polymère adsorbant peut se présenter en tube préconditionné, auquel cas, les composés seront alors thermodésorbés avant d'être analysés en GC. Il est possible aussi de conditionner soi-même le polymère adsorbant dans un dispositif autre. Dans ce cas les composés volatils seront ensuite extraits par solvant organique (extraction liquide-solide), puis la phase aromatique organique obtenue sera récupérée, séchée et concentrée avant d'être analysée.

Afin de réaliser une extraction P&T optimale, les paramètres expérimentaux importants à considérer sont : le mode d'extraction P&T (bullages/effleurage), le débit du gaz vecteur, la température et le temps de la phase d'équilibre et d'extraction ainsi que le choix du polymère adsorbant (mode de présentation poudre/tube, nature chimique, quantité).

Les études menées précédemment en P&T sur mangue ont utilisé exclusivement le polymère Tenax TA (Oxyde de diphényl-2,6-diène). En effet, ce polymère présente de nombreux avantages : il est stable thermiquement, présente un caractère hydrophobe, et est peu discriminant vis-à-vis de l'extraction des nombreuses familles chimiques présentes dans le profil aromatique de la mangue (Augustyn, Botha, *et al.*, 2010; Cosse, Todd, *et al.*, 1995;

Junwei, Kye-Chung, *et al.*, 2003; Torres, Chiralt, *et al.*, 2012; Vodovotz, Arteaga, *et al.*, 1993)

Entre les deux techniques SPME et P&T, la technique P&T permet d'extraire et de concentrer davantage de composés d'arôme (meilleur rendement d'extraction) favorisant ainsi l'identification des composés à l'état de trace par la suite. Les techniques SPME et P&T bien que très simples, pratiques, et souvent automatisées, présentent cependant le désavantage de n'extraire que les composés volatils les plus légers, une extraction traditionnelle au solvant organique est donc souvent requise pour obtenir des profils aromatiques complets. De plus, la compétition d'adsorption et d'extraction des composés d'arôme sur les polymères adsorbants, ainsi que le souci d'homogénéité du matériel d'extraction (fibre SPME, tube polymère P&T) peuvent introduire des biais d'un point de vue reproductibilité.

b) Analyses physicochimique des composés d'arôme

Les composés d'arôme extraits par les différentes techniques d'extraction décrites précédemment (SE, SDE, SAFE, SPME, P&T) sont ensuite analysés en chromatographie gazeuse couplée à un détecteur de type FID (GC-FID) ou bien à un spectromètre de masse (GC-MS).

La quantification des composés se fait souvent par étalonnage interne et au moyen de courbe de calibration. Les données expérimentales obtenues en GC-FID ou GC-MS sont ensuite confrontées avec les données de la littérature (spectres de masse, indices de rétention linéaire) pour identifier les composés. L'injection de molécules standard dans les mêmes conditions d'analyses que l'extrait aromatique permet aussi d'avérer l'identification des molécules extraites.

Afin d'étudier le potentiel odorant et la contribution possible de chaque composé volatil dans l'arôme du produit, une étude de l'extrait aromatique en chromatographie gazeuse couplée à l'olfactométrie (GC-O) peut être menée.

L'analyse GC-O, conduite avec un panel de juges entraînés à cette technique, permet d'obtenir, pour chaque composé d'arôme (d'Acampora Zellner, Dugo, *et al.*, 2008; Delahunty, Eyres, *et al.*, 2006) :

- les notes olfactives correspondantes.
- le facteur de citation (FC ou fréquence de détection), soit la fréquence à laquelle les panelistes arrivent à détecter et à décrire les molécules volatiles lors de l'injection de l'extrait aromatique en GC-O.
- le facteur de dilution (FD, *flavour dilution factor* ou puissance olfactive relative), soit la dilution de l'extrait aromatique la plus basse à laquelle le composé est encore perceptible par les panélistes. Le FD est déterminé par la méthode AEDA (*aroma extract dilution analysis*) où l'extrait aromatique est dilué successivement par un facteur de dilution constant et où chaque dilution successive est analysée en GC-O par le panel jusqu'à ce que les composés d'arôme ne soient plus perceptibles.

De plus, le nombre d'unité d'odeur ou OAV (*Odour Activity Value*) peut être aussi calculé pour apprécier l'activité odorante des composés dans le produit étudié (d'Acampora Zellner, Dugo, *et al.*, 2008; Delahunty, Eyres, *et al.*, 2006). L'OAV est calculée en effectuant le ratio de la concentration du composé dans la matrice étudiée sur le seuil de perception olfactif du composé ou OT (*odour threshold*) dans la matrice ou dans une matrice modèle proche.

Les composés aromatiques ayant un FC, FD et OAV importants peuvent être considérés comme impactants et clés pour l'arôme du produit.

c) Analyses sensorielles sur produits de mangue

Pour discriminer ou décrire des produits de mangue d'un point de vue aromatique, il est également possible de procéder à des tests descriptifs en analyse sensorielle avec un panel de juges entraînés. Plusieurs études sensorielles ont déjà été menées notamment sur mangue fraîche et produits transformés de mangue (purée pasteurisée, jus, etc.). La liste des descripteurs sensoriels communément utilisés pour décrire l'odeur, l'arôme, la texture, les saveurs et les impressions en bouche des produits de mangue sont présentés de manière non-exhaustive, dans le tableau ci-contre (Tableau 4).

Tableau 4. Descripteurs sensoriels communément utilisés en analyse sensorielle sur produits de mangue.

Sources : extraits de Suwonsichon, Chambers Iv, et al. (2012), Ledeker, Suwonsichon, et al. (2014), Ledeker, Chambers, et al. (2012), Malundo, Shewfelt & Ware (2001), Malundo, Baldwill, et al. (1996).

Odeur et/ou Arôme		Saveurs	Impression en bouche	Texture
<i>Notes fruitées</i>	Mangue	Sucré	Astringent	Ferme
	Pêche	Acide	Piquant	Fondant
	Goyave	Amer	Métallique	Dense
	Banane			Farineux
	Ananas			Particules
	Citrus (Orange, citron, pamplemousse)			Fibreux
<i>Notes de fruit sur-mûr</i>	Fermentée alcoolique			Visqueux
	Amidon			
<i>Notes de légumes</i>	Pomme de terre			Juteux
<i>Notes vertes</i>				
<i>Notes épicées</i>	Cumin			
	Clou de girofle			
	Poivre			
	Pin			
<i>Notes boisées</i>	Résine			
	Mousse			
<i>Note de térébentine</i>				
<i>Note terpénique</i>				
<i>Note de caramel</i>				
<i>Note florale</i>				
<i>Note soufrée</i>				
<i>Note animale</i>				

2.6. Stratégie d'étude générale et approche scientifique globale

Afin d'étudier l'impact de la texture d'un fruit sur la libération *in vivo* et sur la perception des composés d'arôme au cours de la consommation d'un produit de fruit, une stratégie d'étude générale et une approche scientifique globale ont été posées (Figure 16, p 57).

2.6.1. Choix du fruit modèle et des produits d'étude

La mangue s'est présentée comme un fruit modèle d'étude intéressant pour répondre à la problématique posée.

En effet, ce fruit tropical présente un profil aromatique riche et complexe de par les nombreux COVs qui le composent avec, la présence de classes chimiques différentes (terpènes, hydrocarbures non-terpéniques, esters, alcools, aldéhydes, cétones, lactones, etc.), et la présence de notes aromatiques intéressantes et diversifiées (notes terpéniques, citrus, épicées, vertes, florales, fruitées, etc.). Le profil aromatique de la mangue permettra ainsi une étude complète de la libération *in vivo* et de la perception de divers composés d'arôme. De plus, la mangue est un fruit qui peut se décliner en de nombreux produits de transformation aux textures différentes. Ce fruit permettra ainsi l'obtention de différentes matrices d'étude intéressantes pour ces travaux. Enfin, la mangue est un fruit inscrit dans les projets de recherche de l'UMR QualiSud et a fait l'objet de nombreuses études scientifiques. Ainsi, les connaissances et résultats apportés par cette étude de thèse permettront d'enrichir les connaissances scientifiques actuelles sur ce fruit.

Parmi les nombreuses variétés de mangue produites à travers le monde, la variété *Kent* a été choisie pour ces travaux. En effet, cette variété est présente tout au long de l'année et en quantité sur le marché européen. Elle présente également des qualités organoleptiques intéressantes au regard des 5 autres variétés les plus produites à travers le monde (*Tommy Atkins, Keitt, Osteen, Haden, Valencia Pride*).

Parmi les nombreux produits de fruits élaborés à base de mangues (jus, nectars, confitures, fruits séchés, etc.), quatre produits de mangue ont été choisis pour répondre à la problématique posée. Deux produits frais (cubes frais de mangue, purée fraîche de mangue) et deux produits séchés (cubes séchés de mangue, poudre séchée de mangue) constitueront ainsi les produits de mangue de l'étude. Chaque paire de produits frais (purée/cubes) et séchés (poudre/cubes) présentent des propriétés aromatiques (nature et quantité des COVs) et physicochimiques ($^{\circ}\text{Bx}$, pH, acidité titrable, matière sèche, a_w) comparables, mais présentent

des textures différentes (produits structurés vs produits déstructurés). Ainsi, les produits frais (purée/cubes) seront comparés deux à deux, et parallèlement, les produits séchés (poudre/cubes) seront aussi comparés deux à deux tout au long de ces travaux.

2.6.1. Choix de la stratégie d'étude et de l'approche scientifiques à adopter

La stratégie d'étude qui a été adoptée, pour étudier l'impact de la texture d'un fruit sur la libération *in vivo* et sur la perception des composés d'arôme, se décline suivant une approche scientifique globale incluant 3 axes d'étude (Figure 16, ci-contre).

Tout d'abord, en prérequis, un lot de mangue homogène a été constitué afin d'obtenir les produits de mangue frais et séchés de l'étude (cubes frais, purée fraîche, cubes séchés et poudre séchée). Chaque paire de produits frais et séchés se veulent comparables d'un point de vue aromatique et physicochimique mais différents d'un point de vue texture. À ces fins, un protocole précis de sélection des fruits et de fabrication produits a été établi pour limiter les variabilités aromatiques intra et inter-fruits/produits.

Puis, pour répondre à la problématique posée, un 1^{er} axe d'étude a été dédié à la caractérisation du potentiel aromatique des produits de mangue avant leur consommation *in vivo*. Pour cela, la technique d'extraction SAFE couplée à l'analyse GC-MS ont été utilisées pour mettre en évidence l'ensemble des COVs des 4 produits d'étude. Par calcul de l'OAV et des données de la littérature, les COVs potentiellement les plus impactants dans l'arôme des produits ont ainsi été identifiés.

Puis, un 2^{ème} axe d'étude a été consacré à la libération *in vivo* des COVs émis par voie rétronasale par un panel de dégustateurs au cours de la consommation des 4 produits d'étude. Pour cela, les techniques de suivi discontinu *in vivo* SPME/GC-MS et RATD/GC-MS ont été employées pour suivre les COVs relargués dans les effluves nasales des dégustateurs. Au vu des résultats obtenus, une étude complémentaire en condition *in vitro* a été réalisée par P&T/GC-MS afin d'évaluer l'impact de la salive humaine sur la libération des COVs des produits de mangue.

Enfin, le 3^{ème} axe d'étude a été dédié à la caractérisation du profil sensoriel des produits de mangue par analyse sensorielle avec un panel de dégustateurs entraînés. L'odeur, les saveurs, la texture et l'arôme des produits d'étude ont ainsi été évalués.

Les résultats ainsi obtenus sur ces 3 axes d'études ont été réunis, confrontés et discutés pour répondre à la problématique de thèse posée.

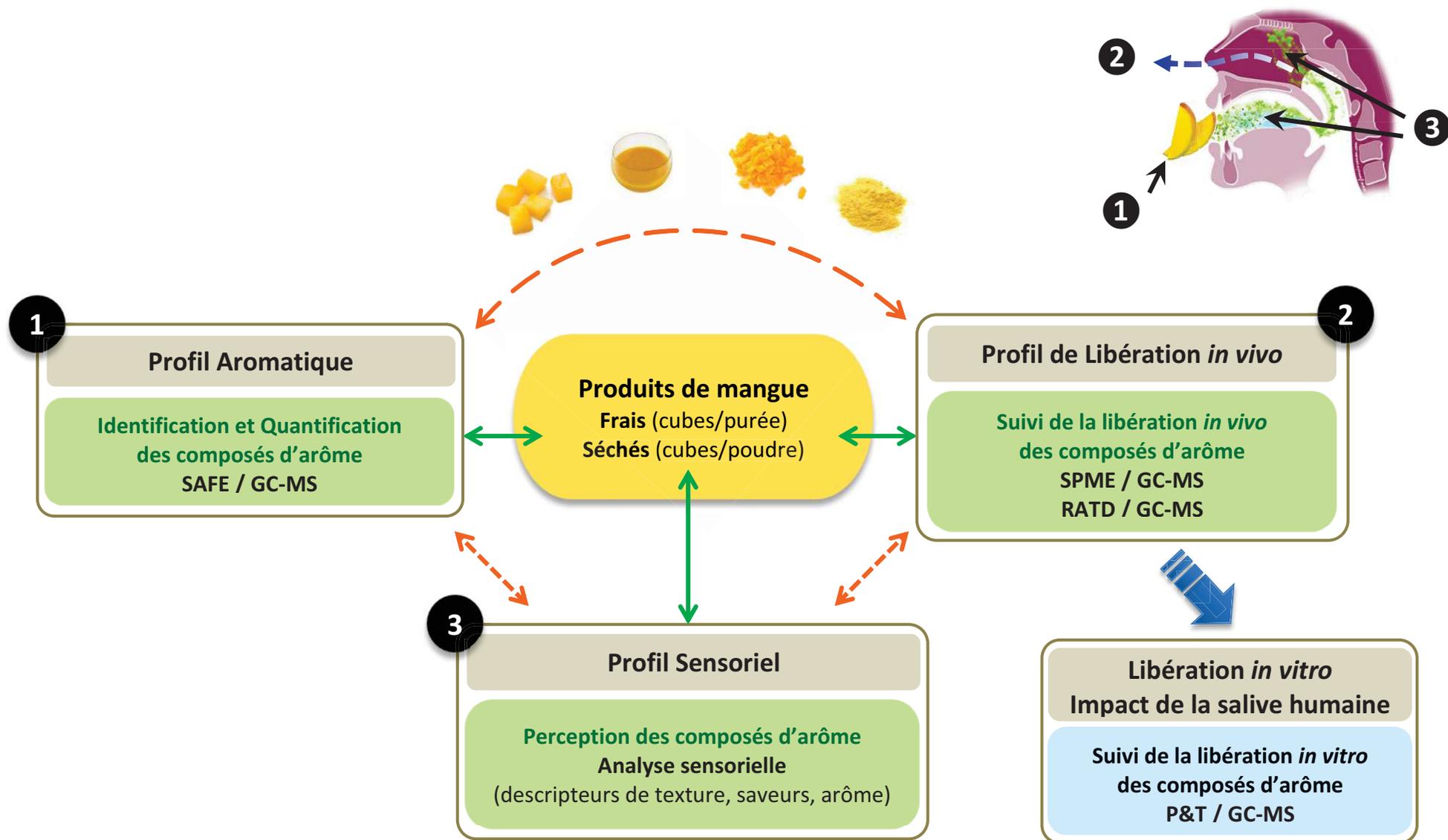


Figure 16. Schéma de la stratégie d'étude générale et de l'approche scientifique globale adoptées.