

AURELIO DOMINGUEZ LOPEZ

**CARACTÉRISATION ET OPTIMISATION DE LA  
FLAVEUR DU JUS D'ORANGE NON FAIT DE  
CONCENTRÉ**

Thèse présentée à la  
Faculté des études supérieures de l'Université Laval  
pour l'obtention du grade de Philosophiæ Doctor (Ph. D.)

Département de Sciences des Aliments et de Nutrition  
Faculté des Sciences de l'Agriculture et de l'Alimentation  
Université Laval

Septembre 2002

© Aurelio DOMINGUEZ LOPEZ, 2002

# Table des matières

<a href="#">Avant-propos</a> .....	x
<a href="#">Remerciements</a> .....	xi
<a href="#">Liste des sigles et des abréviations</a> .....	xiv
<a href="#">Résumé court</a> .....	1
<a href="#">Résumé long</a> .....	2
<a href="#">INTRODUCTION</a> .....	5
<a href="#">Chapitre 1 Revue bibliographique</a> .....	9
<a href="#">1.1. Définition et importance du jus d'orange non fait de concentré</a> .....	10
<a href="#">1.2. Procédé de fabrication du JONFC</a> .....	15
<a href="#">1.2.1. Matières premières</a> .....	15
<a href="#">1.2.2. Procédé d'extraction et d'épuration du JONFC</a> .....	16
<a href="#">1.2.3. Pasteurisation</a> .....	17
<a href="#">1.2.4. Emballage et entreposage</a> .....	17
<a href="#">1.3. Composition chimique du JONFC</a> .....	19
<a href="#">1.3.1. Glucides</a> .....	20
<a href="#">1.3.2. Acides organiques</a> .....	21
<a href="#">1.3.3. Protéines et acides aminés</a> .....	22
<a href="#">1.3.4. Sels minéraux</a> .....	24
<a href="#">1.3.5. Limonoïdes et flavonoïdes</a> .....	25
<a href="#">1.3.6. Lipides</a> .....	27
<a href="#">1.3.7. Composés volatils</a> .....	27
<a href="#">1.3.7.1. Profil des composés volatils du jus d'orange</a> .....	27
<a href="#">1.3.7.2. Propriétés odorantes et physico-chimiques</a> .....	32
<a href="#">1.3.7.3. Dosage des composés volatils</a> .....	34
<a href="#">1.4. Propriétés rhéologiques du JONFC</a> .....	39
<a href="#">1.5. Caractérisation sensorielle du JONFC</a> .....	40
<a href="#">1.5.1. Définition de la flaveur</a> .....	40
<a href="#">1.5.2. Méthodes d'analyse de la flaveur</a> .....	41
<a href="#">1.5.3. La flaveur du JONFC</a> .....	42
<a href="#">1.5.4. Relation entre la flaveur du JONFC et sa composition chimique</a> .....	43

1.5.4.1. Relation entre la flaveur et la teneur en composés volatils du jus d'orange	44
1.5.4.2. Relation entre la flaveur et les propriétés structurales des composés volatils du jus d'orange	45
1.5.4.3. Méthodes d'analyse mathématique et statistique	47
1.6. Hypothèses et objectifs	50
1.6.1 Hypothèses	50
1.6.2. Objectifs	51
Chapitre 2 Caractérisation sensorielle de la flaveur du jus d'orange non fait de concentré	52
2.1. Résumé	53
2.2. Introduction	53
2.3. Matériel et méthodes	56
2.3.1. Matériel	56
2.3.2. Évaluation sensorielle du JONFC durant 14 mois	56
2.3.2.1. Processus de formation et d'entraînement du panel expert	56
2.3.2.2. Analyse sensorielle pour la caractérisation de la flaveur du JONFC	57
2.3.2.3. Analyses statistiques	57
2.4. Résultats et discussion	58
2.4.1. Caractérisation de la flaveur du JONFC	58
2.4.2. Relation entre les attributs sensoriels caractérisant la flaveur du JONFC	59
2.4.3. Évolution de la variable synthétique sensorielle « Arôme » en fonction du temps et de l'origine variétale des JONFC	61
2.5. Conclusion	62
Chapitre 3 Relation entre les composés volatils et les paramètres physico-chimiques et la flaveur du jus d'orange non fait de concentré	72
3.1. Résumé	73
3.2. Introduction	73
3.3. Matériel et méthodes	77
3.3.1. Matériel	77
3.3.2. Méthodes analytiques	78
3.3.2.1 Analyse des composés volatils	78
3.3.2.2. Analyse des propriétés physico-chimiques du JONFC	79

<u>3.3.2.3. Analyse sensorielle</u> .....	80
<u>3.3.2.4. Analyses statistiques</u> .....	80
<u>3.4. Résultats</u> .....	81
<u>3.4.1. Composition volatile des JONFC</u> .....	81
<u>3.4.2. Propriétés physico-chimiques du JONFC</u> .....	82
<u>3.4.3. Modèle prédictif de la variable sensorielle « Arôme »</u> .....	83
<u>3.5. Discussion</u> .....	85
<u>3.6. Conclusion</u> .....	90
<u>Chapitre 4 Optimisation de la flaveur du jus d'orange non fait de concentré par l'ajustement de ses composés volatils</u> .....	100
<u>4.1. Résumé</u> .....	101
<u>4.2. Introduction</u> .....	101
<u>4.3. Matériel et méthodes</u> .....	104
<u>4.3.1. Matériel</u> .....	104
<u>4.3.1.1. Jus d'orange non fait de concentré (JONFC)</u> .....	104
<u>4.3.1.2. Composés volatils</u> .....	105
<u>4.3.2. Méthodes</u> .....	105
<u>4.3.2.1. Solubilisation des composés volatils dans le JONFC</u> .....	105
<u>4.3.2.2. Première épreuve : Enrichissement du JONFC avec des mélanges de composés volatils</u> .....	106
<u>4.3.2.3. Deuxième épreuve : Enrichissement du JONFC avec des composés volatils individuels</u> .....	108
<u>4.3.3. Analyse sensorielle</u> .....	110
<u>4.4. Résultats</u> .....	110
<u>4.4.1 Analyse du jus de base et des composés volatils utilisés</u> .....	110
<u>4.4.2. Effet des trois mélanges de composés volatils sur le profil sensoriel du JONFC</u> 111	
<u>4.4.2.1. Effet des trois mélanges de composés volatils sur l'attribut sensoriel « Fraîchement pressé »</u> .....	113
<u>4.4.2.2. Effet des trois mélanges de composés volatils sur les attributs « Intensité du goût », « Maturité » et « Odeur »</u> .....	113

<u>4.4.2.3. Effet des trois mélanges de composés volatils sur les attributs sensoriels « Arômes ajoutés », « Huileux » et « Zesté »</u> .....	114
<u>4.4.3. Effet de l'ajout des composés volatils individuels sur le profil sensoriel du JONFC</u> .....	114
<u>4.5. Discussion</u> .....	116
<u>4.6. Conclusion</u> .....	121
<u>Conclusion Générale</u> .....	140
<u>Bibliographie</u> .....	145
<u>ANNEXE 1 : Formation, entraînement et évaluation de la performance d'un panel expert dans l'évaluation sensorielle du JONFC</u> .....	160
<u>1.1. Introduction</u> .....	161
<u>1.2. Rappels théoriques</u> .....	162
<u>1.2.1. L'analyse descriptive quantitative</u> .....	162
<u>1.2.2. L'analyse procrustéenne généralisée</u> .....	163
<u>1.3. Matériel et méthodes</u> .....	165
<u>1.3.1. Processus de formation et d'entraînement du panel expert</u> .....	165
<u>1.3.2. Évaluation sensorielle du JONFC à travers une saison de production</u> .....	169
<u>1.4. Résultats et discussion</u> .....	170
<u>1.4.1. Évaluation de la performance générale du panel de dégustation</u> .....	170
<u>1.4.2. Évolution de la performance des juges pendant la durée de l'étude</u> .....	171

## Liste de tableaux

<a href="#"><u>Tableau 1.1. Composition chimique du jus d'orange</u></a> .....	19
<a href="#"><u>Tableau 1.2. Composition glucidique du jus d'orange</u></a> .....	20
<a href="#"><u>Tableau 1.3. Concentration et propriétés structurales des acides organiques du jus d'orange selon la variété d'orange</u></a> .....	21
<a href="#"><u>Tableau 1.4. Valeurs moyennes et intervalles de variation des acides aminés dans des jus d'orange reconstitués</u></a> .....	23
<a href="#"><u>Tableau 1.5. Composition minérale du jus d'orange selon son origine géographique</u></a> .....	24
<a href="#"><u>Tableau 1.6. Teneur en flavanone glycosides dans du jus d'orange fraîchement pressés élaborés à partir de différents cultivars d'oranges</u></a> .....	26
<a href="#"><u>Tableau 1.7. Composés volatiles du jus d'oranges « Valencia », « Pineapple » et « Ambersweet » extraits de manière manuelle ou mécanique</u></a> .....	30
<a href="#"><u>Tableau 1.8. Composition chimique de l'huile de la pelure des oranges « Valencia » pressée à froid</u></a> .....	32
<a href="#"><u>Tableau 1.9. Avantages et inconvénients des méthodes d'analyse des composés volatils</u></a> .....	38
<a href="#"><u>Tableau 2.1. Attributs sensoriels caractérisant la saveur du JONFC</u></a> .....	64
<a href="#"><u>Tableau 2.2. Attributs caractérisant les défauts sensoriels de la saveur du JONFC</u></a> .....	64
<a href="#"><u>Tableau 2.3. Résultats de l'AFCP-Varimax des variables sensorielles caractérisant la saveur du JONFC</u></a> .....	65
<a href="#"><u>Tableau 2.4. Analyse de variance des variables sensorielles caractérisant la saveur du JONFC</u></a> .....	66
<a href="#"><u>Tableau 3.1. Concentrations moyennes et écart-type des composés volatils et des paramètres non volatils des 55 JONFC appartenant à différents groupes et variétés d'oranges</u></a> .....	91
<a href="#"><u>Tableau 3.2. Propriétés physico-chimiques du JONFC</u></a> .....	92
<a href="#"><u>Tableau 3.3. Résultats de l'analyse de régression en composantes principales déterminés à partir de 48 échantillons de calibration. Variable dépendante : « Arôme »</u></a> .....	93
<a href="#"><u>Tableau 3.4. Propriétés structurales et odorantes des composés volatils du JONFC appartenant aux clusters 1 et 2</u></a> .....	94
<a href="#"><u>Tableau 3.5. Propriétés structurales et odorantes des composés volatils du JONFC appartenant aux clusters 3 et 4</u></a> .....	95
<a href="#"><u>Tableau 4.1. Profil des mélanges de composés volatils ajoutés au JONFC</u></a> .....	123

<a href="#"><u>Tableau 4.2. Plan d'expériences pour les composés volatils testés de manière individuelle.</u></a>	124
<a href="#"><u>Tableau 4.3. Profil des composés volatils et profil sensoriel du jus d'orange de base.</u></a>	125
<a href="#"><u>Tableau 4.4. Pureté et origine des composés volatils utilisés pour l'ajustement de la composition volatile du JONFC.</u></a>	126
<a href="#"><u>Tableau 4.5. Résumé de l'analyse de variance des attributs sensoriels des jus enrichis avec les trois mélanges de composés volatils.</u></a>	127
<a href="#"><u>Tableau 4.6. Coefficients de régression quadratique des attributs sensoriels des jus enrichis avec les trois mélanges de composés volatils.</u></a>	128
<a href="#"><u>Tableau 4.7. Concentration de mélanges produisant un optimum pour chaque variable sensorielle.</u></a>	129
<a href="#"><u>Tableau 4.8. Résumé de l'analyse de variance des attributs sensoriels des jus enrichis avec cinq composés volatils.</u></a>	130
<a href="#"><u>Tableau 4.9. Coefficients de régression des attributs sensoriels des jus enrichis avec cinq composés volatils.</u></a>	131
<a href="#"><u>Tableau 4.10. Effets principaux de l'ajout de 5 composés volatils sur le profil sensoriel du JONFC.</u></a>	132
<a href="#"><u>Tableau 4.11. Concentration des 5 composés volatils produisant les notes optimales des attributs sensoriels du JONFC.</u></a>	133

## Liste de figures

<a href="#"><u>Figure 1.1. Caractéristiques morphologiques d'une orange.</u></a>	11
<a href="#"><u>Figure 1.2. Importations de JONFC et de jus d'orange concentré et congelé au Canada</u></a>	12
<a href="#"><u>Figure 1.3. Consommation <i>percapita</i> de jus d'orange et de jus de pomme au Canada</u></a>	13
<a href="#"><u>Figure 1.4. Importations et exportations de jus d'orange non fait de concentré et concentré-congelé au Canada</u></a>	14
<a href="#"><u>Figure 1.5. Analyses multivariées utilisées dans la recherche sur la flaveur des aliments</u></a>	49
<a href="#"><u>Figure 2.1. Résultats de l'évaluation sensorielle du JONFC réalisée durant la période du 7 décembre 1998 au 14 février 2000</u></a>	68
<a href="#"><u>Figure 2.2. Matrice des corrélations entre les attributs sensoriels caractérisant le JONFC et les facteurs issus de l'AFCP-Varimax.</u></a>	70
<a href="#"><u>Figure 2.3. Tendence de la variation de la variable synthétique sensorielle « Arôme » à travers le temps.</u></a>	71
<a href="#"><u>Figure 3.1. Chromatogramme des composés volatils identifiés dans le JONFC.</u></a>	96
<a href="#"><u>Figure 3.2. Matrice des corrélations entre les propriétés physico-chimiques et les variables synthétiques sensorielles « Arôme », « Saveur » et « Arrière-goût » obtenue à partir d'une analyse en composantes principales.</u></a>	97
<a href="#"><u>Figure 3.3. Matrice des Corrélations entre les composés volatils, la variable synthétique sensorielle « Arôme » et les composantes principales significatives obtenues à partir de l'ARCP.</u></a>	98
<a href="#"><u>Figure 3.4. Groupement des composés volatils et de la variable synthétique sensorielle « Arôme ».</u></a>	99
<a href="#"><u>Figure 4.1. Plan d'expérience central composite rotatif avec trois facteurs, pour évaluer les effets des mélanges des composés volatils A, B et C</u></a>	134
<a href="#"><u>Figure 4.2. Surfaces de réponse traduisant l'effet des mélanges de composés volatils A, B et C sur l'attribut sensoriel « Fraîchement pressé ».</u></a>	135
<a href="#"><u>Figure 4.3. Surfaces de réponse traduisant l'effet des mélanges de composés volatils A, B et C sur les attributs sensoriels « Intensité du goût », « Maturité » et « Odeur »</u></a>	136
<a href="#"><u>Figure 4.4. Surface de réponse traduisant l'effet des mélanges de composés volatils A et B sur les attributs sensoriel « Arômes Ajoutés », « Huileux » et « Zesté ».</u></a>	137



<b><u>Figure 4.5.</u></b> Effets principaux de l'ajout de 5 composés volatils sur les attributs sensoriels du JONFC. ....	138
<b><u>Figure 4.6.</u></b> Dendrogramme du rapport entre les notes particulières détectées par le panel et les composés volatils individuels ajoutés au JONFC.....	139
<b><u>Figure 5.1.</u></b> Grille d'évaluation de l'analyse sensorielle du JONFC. ....	173
<b><u>Figure 5.2.</u></b> Représentation graphique des résultats de l'évaluation sensorielle de trois produits réalisée par trois juges et configuration consensus . ....	174
<b><u>Figure 5.3.</u></b> Résultats de l'évaluation de la performance des panélistes. Valeur des estimateurs procrustes après les transformations réalisées par l'APG.....	175
<b><u>Figure 5.4.</u></b> Transformations effectuées par l'APG. Configurations sensorielles de trois JONFC. ....	176
<b><u>Figure 5.5.</u></b> Évolution de la performance moyenne du panel expert à travers le temps. ....	177

## **Avant-propos**

Dans le but de répondre aux objectifs spécifiques de ce travail de recherche, nous avons entrepris plusieurs expériences dont les résultats ont été rapportés dans les chapitres 2, 3 et 4 de cette thèse. Hormis notre intention de soumettre ces résultats pour publication dans des revues spécialisées, chacun des chapitres a été présenté sous la forme d'un article scientifique afin de permettre au lecteur de visualiser plus facilement la manière dont nous avons atteint nos objectifs.

Dans le chapitre 1, nous avons présenté une revue de littérature concernant l'état actuel des connaissances sur la caractérisation et optimisation de la saveur du jus d'orange. Dans le chapitre 2, nous avons caractérisé la saveur du jus d'orange non fait de concentré (JONFC) et nous avons étudié les variations de cette propriété sensorielle tout au long d'une saison de production. Dans le chapitre 3, nous avons défini la relation existant entre les composés volatils et les paramètres physico-chimiques du JONFC et les attributs sensoriels qui constituent sa saveur. Enfin, dans le chapitre 4, nous rapportons les résultats de nos expériences concernant l'optimisation de la saveur du JONFC par l'ajustement de sa composition en produits volatils. Dans une annexe, nous rendons compte du processus de formation, d'entraînement et d'évaluation d'un panel expert dans la dégustation de jus d'orange.

## Remerciements

Cette thèse n'aurait vu le jour sans la confiance, la patience et la générosité de mon directeur de recherche, Monsieur Joseph Makhoul, professeur au Département de Sciences des Aliments et de Nutrition, que je veux vivement remercier. La pleine confiance qu'il m'a accordée dès l'admission au programme, m'a permis d'élaborer un plan de thèse personnel et propre à mes aspirations. Je voudrais aussi le remercier pour le temps et la patience qu'il m'a accordé tout au long de ces années, d'avoir cru en mes capacités et de m'avoir fourni d'excellentes conditions logistiques et financières. De plus, les conseils qu'il m'a divulgué tout au long de la rédaction, ont toujours été clairs et succincts, me facilitant grandement la tâche et me permettant d'aboutir à la production de cette thèse.

Mes plus sincères remerciements vont également à Monsieur François Castaigne, professeur au Département de Sciences des Aliments et de Nutrition, qui en agissant à titre de co-directeur a fortement enrichi ma formation. Ses conseils et ses commentaires auront été fort utiles.

J'aimerais par ailleurs souligner la contribution importante réalisée par Monsieur Khaled Belkacemi, professeur au Département de Sols et Génie Agroalimentaire. Son expertise au niveau de la chimie des aliments a été d'un précieux recours pour expliquer la capacité odorante des composés volatils à partir de l'approche « structure-activité ». Je le remercie également pour avoir bien voulu réviser la thèse. Ses commentaires et ses suggestions ont été fort judicieux et appréciés.

Je voudrais également remercier Monsieur Richard Couture, vice-président R&D de A. Lassonde, Inc., de participer à la révision de certains éléments de cette thèse, d'avoir bien voulu être membre de mon comité d'encadrement et de nous accorder toutes les facilités pour mener à bien nos expériences au laboratoire de recherche de A. Lassonde Inc.

Mes plus chaleureux remerciements s'adressent à Claude Gosselin, Guylaine Déry et Solange Doré qui ont participé activement à la partie expérimentale de cette thèse.

Je voudrais également souligner la participation de Carolina, mon épouse, de Gabriel Remondetto, de Guadalupe Macedo, de Rafael Agudelo, de Victor Martínez, de Arturo Ortiz-Arroyo et de Salomón González, mes amis, à la discussion entourant les travaux de cette thèse et pour leur soutien moral qu'ils m'auront fournis tout au long de la réalisation de ces travaux.

*Je dédie très spécialement ce travail à mes  
meilleurs amis Silvia Elena Hernández-Juárez  
et José Antonio López-Sandoval qui ont toujours  
été très proches de moi et de ma famille, malgré  
les 6000 km qui séparent Sainte-Foy (Québec)  
et Toluca (Mexique).*

## Liste des sigles et des abréviations

$\tau$  = Contrainte de cisaillement (Pa).

$\gamma$  = Vitesse de cisaillement ( $s^{-1}$ ).

$(K_c)^2$  = Viscosité plastique de Casson (Pa\*s).

$(K_{oc})^2$  = Seuil de la contrainte de cisaillement de Casson (Pa).

ADQ = Analyse descriptive quantitative.

APG = Analyse procrustéenne généralisée.

Capacité odorante du composé volatil i = Concentration du composé volatil i / Seuil de détection sensorielle du composé volatil i.

$C_i$  = Concentration du composé i dans la phase aqueuse (mole/l).

$H_i$  = Constante de la loi de Henry pour le composé volatil i.

JONFC = Jus d'orange non fait de concentré.

$K$  = Constant (Indice de consistance) ( $Pa*s^n$ ).

$K_i$  = Coefficient de partage (mole) du composé volatil i.

$m, K_{0M}, K_M$  = Constants.

$n$  = Indice d'écoulement.

$p_i$  = Pression partielle du composé volatil i dans la phase vapeur.

$P_i^0$  = Pression de vapeur du composé volatil pur i.

Seuil de détection sensorielle du composé volatil i = concentration minimale du composé volatil i détectable par un panéliste dans un milieu spécifique, généralement eau ou air purs.

$x_i$  = Fraction molaire du composé volatil i dans la phase aqueuse.

$y_i$  = Fraction molaire du composé volatil i dans la phase vapeur.

$\gamma_i$  = Coefficient d'activité du composé volatil i dans la phase aqueuse.

## Résumé court

Cette étude vise la caractérisation de la flaveur du jus d'orange non fait de concentré (JONFC) et l'analyse de sa relation avec les propriétés chimiques et physico-chimiques de ce produit. La flaveur du JONFC se caractérise par 20 attributs sensoriels parmi lesquels, les attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité » constituent la variable synthétique sensorielle « Arôme ». Cette variable représente le meilleur indicateur des variations de la flaveur du JONFC.

Deux groupes de composés volatils expliquent majoritairement les fluctuations de la variable sensorielle « Arôme ». Le premier groupe, constitué par le sabinene, l'ethyl butyrate, le 3-hydroxyethyl hexanoate, l'hexanal, le carvone, le 3-hexen-1-ol, le 1-hexanol et le 2-pentanone, est corrélé positivement à cette variable sensorielle, tandis que le deuxième groupe, composé par le limonène, le  $\gamma$ -terpinene, le terpinen-4-ol, le  $\beta$ -cubebene, le linalool et l' $\alpha$ -terpineol, y est corrélé négativement. Une corrélation faible, mais significative, entre les variations de la « Saveur » du JONFC et les fluctuations de son acidité, de ses solides solubles et de ses acides aminés libres a été observée. L'indice de viscosité du JONFC, ainsi que le pourcentage d'huile ont une corrélation positive avec les variables « Arôme » et « Arrière-Goût ».

À des concentrations ne dépassant pas 11 à 13 mg/l dans le jus, un mélange constitué par des composés aliphatiques pourvus d'un groupement fonctionnel (2-pentanone, hexanal, ethyl butyrate, 3-hexen-1-ol, 3-hydroxy-ethyl hexanoate et *d*-(+)-carvone) améliore le profil sensoriel du JONFC. Parmi ces constituants, l'hexanal, exhibant une odeur herbacée, et le 3-hydroxy ethyl hexanoate, exhibant une odeur fruitée, contribuent à l'augmentation de la flaveur « Fraîchement pressée » du JONFC.

---

Aurelio Domínguez López

Candidat au Doctorat

---

Joseph Makhoulouf

Directeur de Thèse

## Résumé long

Cette étude vise à caractériser la flaveur du jus d'orange commercial non fait de concentré (JONFC) et à analyser la relation entre cette propriété sensorielle et certaines des caractéristiques chimiques et physico-chimiques de ce produit, notamment sa composition en produits volatils. Dans un premier temps, nous avons caractérisé la flaveur du JONFC et nous avons évalué l'importance des fluctuations de cette propriété sensorielle à travers une saison de production. Un ensemble de 55 échantillons de JONFC, collectés entre le 7 décembre 1988 et le 14 février 2000, a été analysé au niveau sensoriel par un panel expert composé de 5 membres. Les résultats ont démontré que la flaveur du JONFC se caractérise par ses attributs : « Fraîchement pressé », « Fruité », « Persistance Globale », « Huileux », « Équilibre Acide-Sucré », « Maturité », « Zesté » et « Texture ». Bien que les jus d'orange analysés aient une faible diversité, les notes accordées à quelques-uns d'entre eux ont varié significativement. Ces jus se distinguent essentiellement par leurs attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité », qui constituent la variable synthétique sensorielle « Arôme ». En revanche, les variations des notes accordées aux attributs « Persistance Globale », « Huileux », « Équilibre Acide-Sucré », « Maturité », « Zesté » et « Texture » n'ont pas été significatives. Ceci s'expliquerait par le contrôle de la qualité que ces jus d'orange ont subi lors de la production industrielle. Par conséquent, la variable « Arôme » représente le meilleur indicateur des variations de la flaveur du JONFC. Les fluctuations des notes accordées à cette variable suggèrent un comportement périodique, caractérisé par des valeurs maximales au début de l'année et minimales entre les mois de juin et la mi-novembre.

Dans un deuxième temps, nous avons étudié, à l'aide d'une approche multivariée, la relation entre la flaveur et le profil des composés volatils du JONFC, ainsi que le rapport entre cette propriété sensorielle et certaines caractéristiques physico-chimiques de ce produit. Pour ce faire, le profil de composés volatils (déterminé par chromatographie en phase gazeuse), les propriétés rhéologiques, ainsi que le nombre de formol, l'acidité, le pH, les solides solubles totaux et le pourcentage d'huile ont été déterminés sur les échantillons de JONFC. Environ 29 composés volatils ont été identifiés et quantifiés dans le JONFC. Selon un modèle obtenu par régression en composantes principales, deux groupes de composés volatils expliquent majoritairement les fluctuations de la variable sensorielle « Arôme ». Le premier groupe,



constitué par le sabinene, l'ethyl butyrate, le 3-hydroxyethyl hexanoate, l'hexanal, le carvone, le 3-hexen-1-ol, le 1-hexanol et le 2-pentanone, est corrélé positivement à cette variable sensorielle, tandis que le deuxième groupe, composé par le limonène, le  $\gamma$ -terpinene, le terpinen-4-ol, le  $\beta$ -cubebene, le linalool et l' $\alpha$ -terpineol, y est corrélé négativement. Ces résultats suggèrent qu'il existe un lien entre le classement des composés volatils en fonction de l'« Arôme » et leur structure chimique. La majorité des composés du premier groupe sont des molécules aliphatiques constituées au maximum de 7 groupements alkyl et d'un groupement fonctionnel aldéhyde, cétone, ester ou alcool. Ils exhibent une odeur verte, fruitée ou herbacée. Les composés du deuxième groupe sont des terpènes dépourvus de groupement fonctionnel ou ayant un groupement hydroxylé. Leur odeur est « citronnée », « florale », « oxydée » ou ressemble à celle des oranges excessivement mûres. Le reste des composés analysés englobe des sesquiterpènes, des terpènes dépourvus de groupement fonctionnel ou des aldéhydes aliphatiques contenant plus de 7 groupements alkyl. Leur odeur tend vers les nuances boisées, épicées ou grasses.

En ce qui concerne les propriétés physico-chimiques, nous avons démontré que le JONFC se comporte comme un fluide non newtonien. Le modèle rhéologique qui explique de manière adéquate son comportement à l'écoulement est celui de Mizrahi et Berk. Ce modèle considère le jus d'orange comme un fluide pseudo plastique contenant des particules en suspension. Nous avons observé une corrélation faible, mais significative, entre les variations de la « Saveur » du JONFC et les fluctuations de son acidité, des solides solubles et de ses acides aminés libres. Ceci démontre que cette variable sensorielle exprime les sensations liées aux réactions sensorielles que procurent les sucres et les acides du jus. De plus, la perception sensorielle de l'attribut « Maturité » est en concordance avec le degré de maturité des oranges avec lesquelles on a élaboré les jus. De la même manière, l'indice de viscosité du JONFC, ainsi que le pourcentage d'huile, ont une corrélation positive significative avec son « Arôme » et son « Arrière-Goût ». Ceci signifie que plus les JONFC sont visqueux, meilleur est le contact entre ses constituants chimiques et les parois de la cavité buccale et de la gorge. Cela se traduit par une meilleure diffusion, notamment des composés volatils, vers les récepteurs sensoriels de l'épithélium olfactif.

Dans le but d'évaluer l'effet de la modification de la composition volatile du JONFC sur son profil sensoriel, un échantillon commercial de JONFC a été enrichi avec trois mélanges de composés volatils selon un plan d'expériences central composite rotatif. Par la suite, des composés volatils individuels ont été ajoutés dans le JONFC selon un plan factoriel fractionné de type  $2^{5-1}$ . Les résultats ont démontré qu'à des concentrations ne dépassant pas les 3 à 5 mg/l au-dessus de la teneur naturelle dans le jus, le mélange constitué par des composés aliphatiques pourvus d'un groupement fonctionnel (2-pentanone, hexanal, ethyl butyrate, 3-hexen-1-ol, 3-hydroxy-ethyl hexanoate et *d*-(+)-carvone) améliore significativement le profil sensoriel du JONFC. Parmi ces constituants, l'hexanal, exhibant une odeur herbacée, et le 3-hydroxy ethyl hexanoate, exhibant une odeur fruitée, contribuent à l'augmentation de la flaveur « Fraîchement pressée » du JONFC. Le mélange constitué par des terpènes et sesquiterpènes dépourvus de groupement fonctionnel (limonène, valencene,  $\alpha$ -pinene,  $\beta$ -myrcene, etc.) altère le profil sensoriel du JONFC en augmentant les notes des attributs « Huileux », « Zesté » et « Arômes ajoutés ». Le mélange constitué par des aldéhydes et des alcools terpéniques (octanal, decanal, linalool,  $\alpha$ -terpineol, etc.) n'améliore pas le profil sensoriel du JONFC, néanmoins, il a la particularité d'atténuer les effets sensoriels indésirables induits par l'excès des autres composés dans le jus.

---

Aurelio Domínguez López  
Candidat au Doctorat

---

Joseph Makhlouf  
Directeur de Thèse

# **INTRODUCTION**

Le jus d'orange non fait de concentré (JONFC) est un jus d'orange pur, pasteurisé et conservé de manière aseptique sous réfrigération. Son apparition sur le marché a commencé vers le début des années 1980 et, depuis, son importance commerciale a augmenté de manière constante. En effet, à partir des années 1990, le Canada a commencé à exporter ce type de produit. À partir de 1997 ce jus a dépassé le jus d'orange fait de concentré et congelé qui était le jus de fruits le plus vendu au détail en Amérique du Nord. En outre, les jus non faits de concentrés, prédominés par le jus d'orange, représentent actuellement près de 50% de la gamme des boissons réfrigérées « prêtes à l'emploi » offertes dans les supermarchés. Au Canada, on assiste actuellement à une stabilisation des importations de jus d'orange fait de concentré-congelé et à une augmentation constante de la demande de JONFC. Ce produit a conquis le marché grâce à ses qualités sensorielles remarquables qui le distinguent des autres jus fabriqués industriellement. En effet, les consommateurs le préfèrent essentiellement pour ses attributs sensoriels proches d'un jus fraîchement pressé.

L'amélioration des propriétés sensorielles du JONFC, par rapport à celles du jus d'orange fait de concentré, est due essentiellement à l'exclusion des opérations de concentration et de reconstitution du procédé de fabrication. Cela a permis de réduire de façon significative les effets indésirables dus aux traitements thermiques nécessaires à ces opérations. Néanmoins, la flaveur de ce type de jus d'orange n'est pas à l'abri des altérations. Comme dans le cas de la majorité des produits d'origine horticole, la flaveur du JONFC dépend des caractéristiques intrinsèques de sa matière première. Elle est aussi affectée par le processus industriel d'extraction et de stabilisation (enzymatique et microbienne) du jus et par ses conditions d'entreposage.

Généralement, le JONFC est commercialisé par des grandes compagnies, mais aussi par des petites entreprises spécialisées dans la production et l'emballage de jus. Dans la majorité des cas, ces entreprises acquièrent le JONFC pasteurisé à partir des centres de production, comme la Floride aux Etats-Unis, le Nord-Est du Mexique ou le Brésil et le transportent dans des camions-citerne réfrigérés jusqu'à leurs unités d'emballage. Dans les centres de production, le jus, une fois pasteurisé, est conservé de manière aseptique sous réfrigération durant une période allant de quelques semaines à plusieurs mois selon la demande commerciale. Une fois dans l'unité d'emballage, il est entreposé sous réfrigération, puis emballé de manière

aseptique, fréquemment après une deuxième pasteurisation, dans des contenants prêts à être vendus au détail. Ceci représente un facteur supplémentaire de détérioration de la saveur de ce type de jus d'orange.

Étant donné que la saveur est l'une des qualités fondamentales du JONFC, la maîtrise des variations de cette propriété sensorielle représente un défi majeur pour l'industrie. En effet, l'un de ces objectifs principaux est d'offrir aux consommateurs un JONFC dont la saveur serait constante d'un lot de fabrication à l'autre et similaire à celle d'un jus fraîchement pressé. Hormis le contrôle rigoureux de la qualité de la matière première utilisée dans la fabrication du JONFC, il existe deux approches possibles pour améliorer et maîtriser sa saveur. La première consiste à élaborer des mélanges de jus de différentes variétés. Néanmoins, au niveau industriel, cette pratique implique une grande capacité d'entreposage et, à cause des variations intrinsèques des propriétés du jus (intra et inter saisonnières) ne garantit pas que la saveur du produit soit constante. De plus, un entreposage prolongé altère significativement cette propriété sensorielle. L'autre alternative consiste à modifier le profil aromatique du JONFC par l'ajout d'essences naturelles, comme par exemple des arômes naturels d'orange, des huiles d'orange pressés à froid ou des composés volatils purs extraits à partir des oranges. Toutefois, cette approche nécessite une compréhension des mécanismes fondamentaux qui lient la saveur du jus d'orange à ses propriétés chimiques et physico-chimiques. À cela s'ajoute la complexité liée à la caractérisation sensorielle de la saveur de ce produit. En effet, celle-ci est une propriété subjective et multidimensionnelle déterminée par plusieurs attributs sensoriels décrivant les sensations perçues par le consommateur au niveau nasal, buccal et retro-nasal, ainsi que par leurs interactions.

La compréhension précise de ces aspects est encore limitée. Il existe dans la littérature un nombre limité d'études explorant cette approche pour améliorer la saveur du jus d'orange. En général, ces études ont été menées soit dans la perspective de reconstituer la qualité gustative des jus d'orange soumis aux procédés de concentration, soit dans le but d'imiter la saveur du jus d'orange en ajoutant plusieurs composés volatils à des solutions aqueuses sucrées et acidulées.

En fonction de la problématique décrite précédemment, nous avons parcouru trois étapes dans le but de caractériser et optimiser la saveur du JONFC et de contribuer aux connaissances de

base nécessaires à la maîtrise de cette propriété sensorielle. Durant la première étape, nous avons réalisé l'analyse sensorielle d'une série d'échantillons de JONFC tout au long d'une saison de production, afin de caractériser la flaveur de ce produit commercial. Dans la deuxième étape, nous avons analysé le profil des composés volatils et les propriétés physico-chimiques de cette série d'échantillons de JONFC, dans le but de comprendre la relation existant entre la flaveur de ce produit et sa composition en produits volatils et ses propriétés physico-chimiques. Enfin, dans la troisième étape nous avons modifié le profil des composés volatils du JONFC afin de proposer une alternative pour optimiser la flaveur du produit.

# **Chapitre 1**

## **Revue bibliographique**

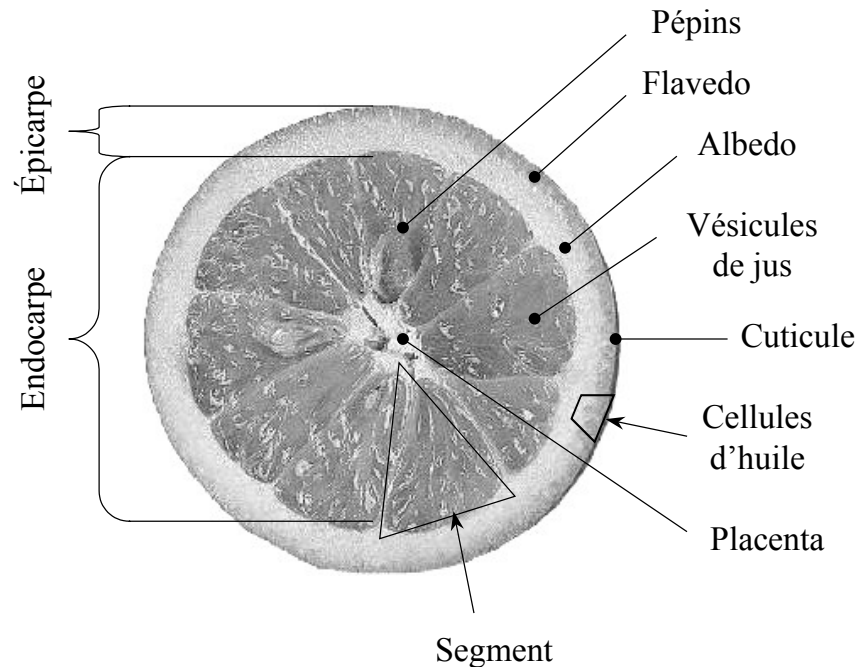
## 1.1. Définition et importance du jus d'orange non fait de concentré

Le jus d'orange non fait de concentré (JONFC) est un jus d'orange pur, pasteurisé et conservé de manière aseptique sous réfrigération. La dénomination « non fait de concentré » n'est utilisée que pour le distinguer du jus d'orange reconstitué à partir d'un concentré. L'appellation « *Premium* » est aussi utilisée dans certaines marques commerciales pour faire la même distinction (Anonyme, 1995). D'ailleurs, ce n'est pas une dénomination approuvée par la législation, comme dans le cas de l'appellation « jus d'orange fait de concentré », mais un terme purement commercial utilisé pour spécifier que le JONFC est un produit obtenu à partir d'oranges dont le jus n'a jamais été concentré.

Le « *Codex Alimentarius* » ainsi que le « Code of Federal Regulations » des États-Unis, définissent le jus d'orange pasteurisé, incluant le JONFC, comme étant un « jus non fermenté mais fermentescible destiné à la consommation directe, obtenu par un procédé mécanique à partir de l'endocarpe d'oranges saines et mûres (*Citrus sinensis* L. Osbeck) (Figure 1.1) et conservé exclusivement par des procédés physiques. Ce jus peut contenir jusqu'à 10% de jus de mandarine (*Citrus reticulata*. Blanco) et ses teneurs en pulpe et en huiles essentielles peuvent être ajustées. Il doit être traité à la chaleur afin de réduire substantiellement son activité enzymatique et le nombre de microorganismes viables (FAO/OMS, 1992 ; USFDA, 1993).

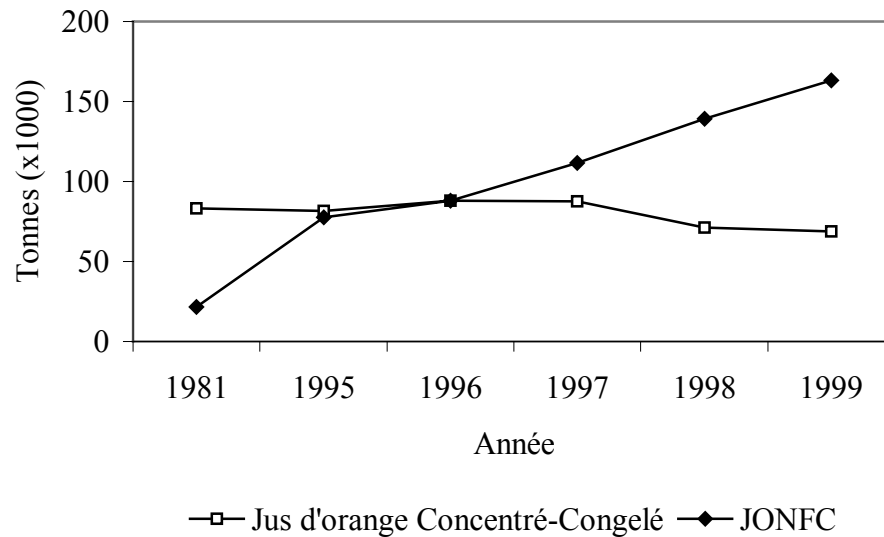
Selon la revue « Consumer Reports », destinée aux consommateurs, un excellent JONFC doit avoir une saveur fraîche avec la subtile fragrance douce et florale d'une orange mûre fraîchement coupée et un léger arôme zesté provenant du flavedo des oranges. Il doit être modérément sucré et acide avec une faible amertume et astringence. Sa couleur doit être orangée et sa texture légèrement visqueuse. Sa pulpe doit être constituée de particules fines ou des fractions de vésicules cellulaires (un jus idéal, comme le jus fraîchement pressé contiendrait des vésicules non endommagées et remplies de jus). Il ne doit pas dégager des mauvais arômes, comme ceux d'un « jus cuit » ou fermenté, ni des odeurs rappelant les produits chimiques (vitamines, médicaments, plastique, etc.) (Anonyme, 1991; 1995).





**Figure 1.1.** Caractéristiques morphologiques d'une orange. (Hendrix et Redd, 1995)

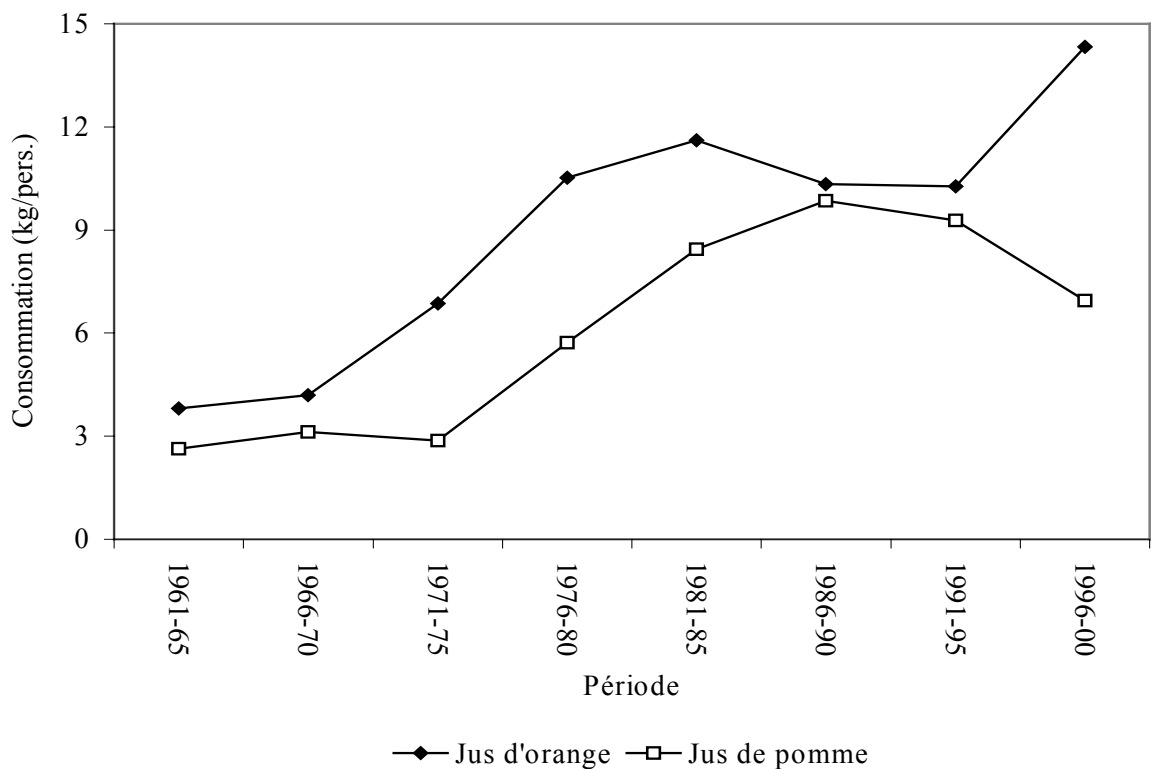
Le JONFC est un produit relativement nouveau car ce n'est qu'à partir des années 1980 qu'on le retrouve sur le marché. Grâce aux tendances des consommateurs qui recherchent des jus prêts à l'emploi, ayant un bas degré de manipulation industrielle et, surtout, des qualités sensorielles similaires à celles d'un jus fraîchement pressé, le JONFC a pris une place de plus en plus grandissante dans les rayons réfrigérés des supermarchés et des épiceries. Ainsi, il a déplacé le jus d'orange reconstitué à partir d'un concentré et pasteurisé et le jus d'orange concentré et congelé (Katz et Giese, 1998). Au Canada par exemple, on assiste à une stabilisation de la demande de jus d'orange fait de concentré et congelé et à une augmentation constante de la consommation de JONFC (Figure 1.2). De plus, le jus d'orange occupe actuellement sur le marché canadien, une place plus importante que celle du jus de pomme (Figure 1.3).



**Figure 1.2.** Importations de JONFC et de jus d'orange fait de concentré et congelé au Canada (FAO, 2000).

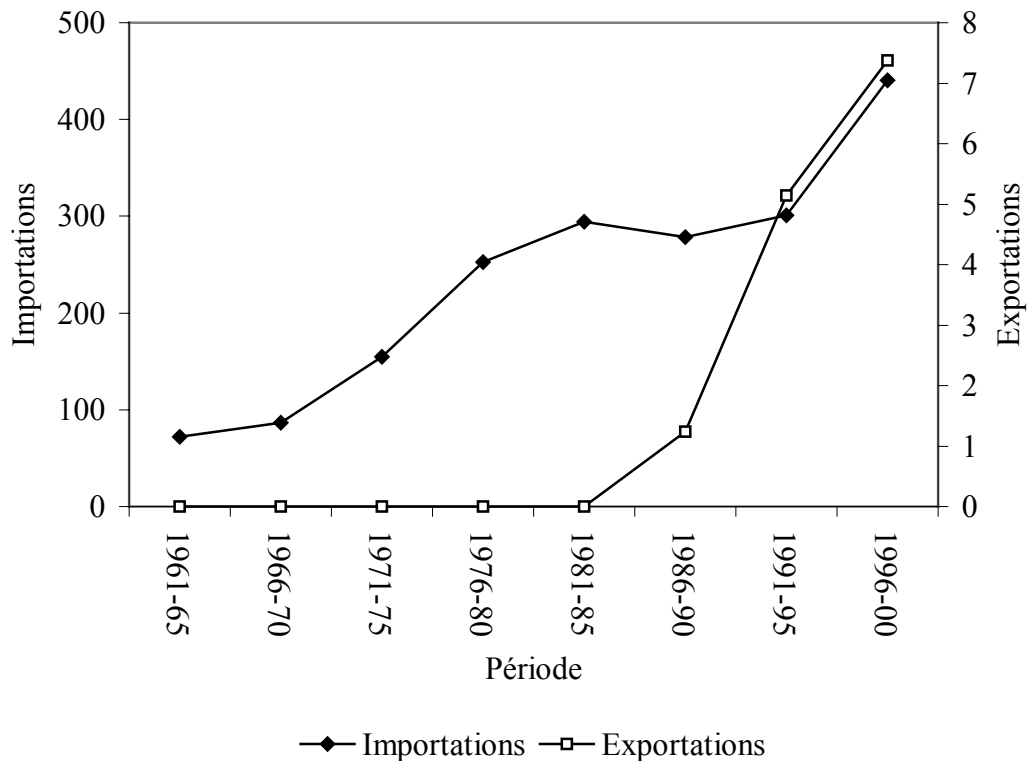
Le JONFC a été mis sur le marché avec l'objectif d'introduire dans les préférences des consommateurs un produit ayant des qualités sensorielles supérieures à celles du jus d'orange reconstitué à partir d'un concentré. De plus, il a été promu commercialement comme un produit à faible traitement industriel, auquel on n'a rien ajouté ni enlevé. C'est possiblement grâce à cette particularité qu'il est considéré comme un jus dont la qualité nutritionnelle est plus élevée que celle du jus fait de concentré, même si les différences entre ces deux produits ne sont en réalité pas significatives (Katz et Giese, 1998). Néanmoins, le début de ce produit dans le marché n'a pas été très encourageant. Tous les 4 ans, entre 1982 et 1995, la revue « Consumer Reports » a réalisé des évaluations de la qualité de divers jus d'orange élaborés industriellement et commercialisés aux États-Unis. Selon cette revue, en 1982, une seule marque commerciale de JONFC existait sur le marché et le degré de préférence d'un panel expert pour ce type de jus était beaucoup plus bas que n'importe quel jus d'orange concentré et congelé. Neuf ans plus tard, en 1991, on trouvait déjà dans le commerce cinq marques de JONFC, mais leur qualité sensorielle était encore en dessous de celle d'un grand nombre de jus d'orange concentrés et congelés. En 1995, 10 marques de JONFC ayant une qualité

organoleptique très variée se faisaient concurrence sur le marché. Cependant, pour la première fois, le degré de préférence du meilleur JONFC a été légèrement supérieur à celui du meilleur jus d'orange concentré et congelé, soit 71/100 contre 70/100. La note exprimant le degré de préférence pour un jus fraîchement pressé non pasteurisé étant entre 96 et 97/100. (Anonyme, 1982 ; 1987 ; 1991 ; 1995). Cette évolution de la qualité gustative du JONFC serait le résultat d'une amélioration continuelle des technologies et des méthodes de contrôle du procédé de production, notamment en ce qui concerne l'emballage en contenants individuels et l'entreposage du jus. En effet, à partir des années 1990 le mode aseptique d'entreposage a été de plus en plus adopté par les producteurs (McFarlin, 1997 ; Brody, 2000).



**Figure 1.3.** Consommation *percapita* de jus d'orange et de jus de pomme au Canada (STATCAN, 2001).

Généralement, le JONFC est commercialisé par des grandes compagnies comme « Tropicana », « Citrus World » et « Coca-Cola Foods », mais aussi par d'autres entreprises spécialisées dans la production de jus. Dans la majorité des cas, ces entreprises acquièrent le JONFC pasteurisé à partir des centres de production, comme la Floride aux Etats-Unis, le Nord-Est du Mexique ou le Brésil et le transportent dans des camions-citerne réfrigérés jusqu'à leurs usines où il est re-pasteurisé et/ou emballé de manière aseptique dans des contenants individuels (Brody, 2000). Les industries canadiennes reçoivent de cette façon le JONFC qui sera conditionné pour la vente au détail et envoyé aux marchés locaux ou internationaux. En effet, le Canada, qui d'ailleurs n'est pas un pays producteur de JONFC a commencé à exporter ce produit à partir du début des années 1990, comme le montre la Figure 1.4.



**Figure 1.4.** Importations et exportations de jus d'orange non fait de concentré et concentré-congelé au Canada (en milliers de Tonnes) (STATCAN, 2001).

## 1.2. Procédé de fabrication du JONFC

L'industrie du jus d'orange comporte un grand nombre d'opérations qui peuvent se regrouper en trois filières : la production agricole et les opérations post-récolte, l'industrie d'extraction et de conditionnement et la filière d'entreposage, transport et commercialisation du jus conditionné. Une caractérisation générale de chacune de ces filières est exposée dans les paragraphes suivants.

### 1.2.1. Matières premières

La qualité du jus d'orange dépend largement des propriétés des oranges utilisées dans sa fabrication. À leur tour, ces propriétés sont tributaires d'un grand nombre de facteurs, parmi lesquels, la variété des oranges, le climat, la régie de fertilisation des orangers et le processus de maturation des fruits sont les plus importants (Hendrix et Redd, 1995 ; Nagy et Shaw, 1990 ; Ramana *et al.*, 1981).

Plusieurs variétés d'oranges sont utilisées pour la production de jus. On compte, parmi les plus importantes : « Hamlin », « Parson-Brown » (récoltées durant le mois d'octobre et jusqu'en janvier) et « Pineapple » (récoltée du début de décembre jusqu'en mai), qui constituent le groupe de variétés hâtives (Early-Mid) ; « Valencia » et, en moindre mesure, « Washington Navel » (récoltées du début de février jusqu'en juillet) constituent le groupe de variétés tardives (Late). À ces variétés s'ajoutent les oranges cultivées dans l'hémisphère sud, notamment les cultivars « Pera » originaires du Brésil. Chaque variété d'oranges produit un jus dont les propriétés physiques, chimiques et sensorielles lui sont spécifiques. Fellers (1985) a classé les diverses variétés d'oranges en ordre décroissant de la richesse de leur flaveur, la texture de leur pulpe et l'équilibre entre leur acidité et leurs solides solubles. Ainsi, les oranges « Valencia » produisent, de loin, les meilleurs jus, suivies des oranges d'origine brésilienne (« Pera Natal », « Pera Rio » et « Pera Coroa »), des oranges « Navel » (plus appréciées comme fruit frais), « Pineapple » et « Hamlin » et la dernière place revient aux oranges « Parson ». Cependant, comme il sera montré plus loin, la flaveur du jus obtenu à partir des diverses variétés d'orange est aussi influencée par les procédés d'extraction et conditionnement et par la durée et les conditions d'entreposage du jus.

### 1.2.2. Procédé d'extraction et d'épuration du JONFC

Dans les installations industrielles, les oranges, une fois sélectionnées et lavées sont soumises au procédé d'extraction du jus. Cette première étape du processus industriel de production du JONFC consiste essentiellement en trois opérations : le coupage ou perçage des oranges, l'extraction du jus et, finalement, son épuration. Il existe principalement deux manières d'extraire le jus basées sur des principes technologiques différents (Rangana *et al.*, 1984). Cependant, les deux sont appropriées pour fournir un jus de haute qualité (McFarlin, 1997). Dans un type d'extracteurs, couramment connu sous le nom de « FMC », les oranges sont coupées en deux moitiés et ensuite elles sont pressées à l'aide de deux demi-sphères perforées, l'une concave et l'autre convexe. Un autre type d'extracteur, appelé « Brown », utilise un tuyau perforé qui est inséré dans les oranges et l'extraction du jus est assurée par un dispositif qui rappelle les doigts d'une main. Dans les deux cas, on obtient le jus en exerçant une pression sur les oranges. Cette pression permet de contrôler le rendement en jus (qui doit être de 55% m/m minimum), mais elle a une influence déterminante sur la qualité finale du produit. En effet, une pression d'extraction élevée augmente le rendement en jus, mais entraîne dans le produit un excès d'huile provenant du flavedo des oranges, de pulpe et de substances au goût amer provenant de l'albédo et des graines d'orange écrasées qui altèrent sa qualité sensorielle (Rebeck, 1995).

Une fois le jus extrait, l'excès de pulpe, les morceaux de pépins et autres impuretés sont enlevées par tamisage dans l'étape d'épuration. Les solides insolubles qui restent dans le jus après cette étape sont des fractions des vésicules cellulaires et constituent une partie de la pulpe des oranges. Ces solides confèrent au jus une apparence et une texture caractéristiques d'un produit naturel (Rebeck, 1995).

Avant la pasteurisation, le jus est chauffé à 50° C dans des échangeurs de chaleur tubulaires, puis soumis à un procédé de déaération dans des tanks sous vide. Cette opération a pour but de prévenir la production de mousse, mais surtout d'éviter l'oxydation de l'acide ascorbique et des composés responsables de la saveur du jus. Les vapeurs produites lors de la déaération sont réincorporées au jus (Rangana *et al.*, 1984, McFarlin, 1997).

### 1.2.3. Pasteurisation

La pasteurisation, dont le but est d'éliminer les microorganismes viables ainsi que toute activité enzymatique, est effectuée avec des pasteurisateurs à plaques ou tubulaires où le jus est soumis à une température élevée pendant quelques secondes (92 à 94 °C pendant 15 à 40 s, selon le pH du jus) (Rangana *et al.*, 1984). Après le traitement thermique, le produit est acheminé à la section de refroidissement des échangeurs de chaleur où il est porté à une température de 2° C (McFarlin, 1997).

Il est connu que la flaveur du JONFC est influencée par le traitement thermique. Plusieurs études ont démontré les effets de la chaleur notamment sur les composés volatiles de ce type de produit. On sait par exemple, que l' $\alpha$ -terpineol et le terpinen-4-ol sont des composés volatils synthétisés lors des traitements thermiques et responsables de l'arôme « oxydé » et « cuit » du jus d'orange (Bazemore *et al.*, 1999 ; Marcotte *et al.*, 1998 ; Petersen *et al.*, 1998). Actuellement, ces altérations peuvent être pratiquement éliminées par l'utilisation de nouveaux procédés de « pasteurisation à froid », plus respectueux des propriétés naturelles du jus, notamment par les hautes pressions statiques (Mermelstein, 1999).

### 1.2.4. Emballage et entreposage

Une fois pasteurisé, le JONFC peut être entreposé jusqu'à 12 mois dans des réservoirs aseptiques munis d'un système de réfrigération, afin de le mélanger à d'autres lots de jus. Il peut aussi être transporté après fabrication en camions-citerne (réfrigérés aussi) vers les usines spécialisées dans l'emballage aseptique pour la vente au détail (Fox, 1991 ; McFarlin, 1997). Comme les camions citerne ne sont pas aseptiques, dans ces usines le jus est re-pasteurisé puis emballé dans des contenants individuels, généralement fabriqués en carton imperméabilisé avec des films de polyéthylène. Finalement, le produit est entreposé à une température proche de son point de congélation jusqu'à sa commercialisation au détail.

L'entreposage prolongé modifie les propriétés du JONFC. Farnworth *et al.* (2001) ont observé, durant l'entreposage du JONFC dans des réservoirs réfrigérés à 1 °C, une perte significative de la vitamine C, une diminution de la viscosité et une dégradation du profil des composés volatils de ce produit. En effet, des composés importants au niveau sensoriel,

comme le decanal, l'octanal, le limonène, le  $\beta$ -myrcène et le valencène ont diminué significativement après un temps d'entreposage prolongé (plus de 10 mois à 1 °C). Petersen *et al.* (1998) ont observé, dans des jus entreposés à base température, une perte de la couleur naturelle et une augmentation des tonalités brunes (mesurées à l'aide du système CIE-lab) après une période prolongée d'entreposage du produit. Parallèlement, ces auteurs ont détecté une augmentation de la concentration de furfural et de 5-(hydroxyméthyl)-2-furfural, qui sont des composés précurseurs du brunissement non enzymatique du jus. En outre, plusieurs études ont démontré que pendant l'entreposage prolongé, des composés produisant des mauvais arômes peuvent se former dans les jus. À ce sujet, Beznam *et al.* (2001), ont observé la formation de 2-méthyl-furanthiol et de méthional. Haleva-Toledo *et al.* (1999), ont trouvé que l' $\alpha$ -terpéneol est synthétisé à partir du limonène et du linalool, deux composés très abondants dans le jus. Ainsi, pour éviter ces phénomènes de dégradation, la conservation du JONFC à basse température doit être accompagnée d'une élimination de l'oxygène dans l'espace de tête du réservoir à l'aide de l'azote gazeux (Ebbesen *et al.*, 1998).

Dans les contenants destinés pour la vente au détail, le JONFC évolue plus rapidement que dans les réservoirs réfrigérés. En effet, les matériaux d'emballage réagissent avec les composés chimiques du jus et ne constituent pas une barrière très efficace contre l'oxygène. Par conséquent, la période d'exposition dans les rayons réfrigérés des supermarchés et des épiceries est limitée à un maximum de 2 mois. Par exemple, les films élaborés avec des polymères tels que le polyéthylène à faible densité sont hautement absorbants de composés volatils. Marin *et al.* (1992) ont rapporté que des films de polyéthylène peuvent absorber plus de 70% de la concentration en limonène d'un jus d'orange en 24 heures à une température de 25 °C. En général, l'absorption des composés volatils par les films constituant les matériaux imperméabilisants des emballages en carton, dépend du type de composé volatil et de sa solubilité dans ce type de film. Ainsi, selon Pieper *et al.* (1992), les terpènes sont plus solubles que les cétones et ces dernières sont plus solubles que les aldéhydes, les alcools et les esters. L'éthyl-butyrates, qui est un des composés volatils les plus importants dans le jus d'orange, ne réagit pas avec ces matériaux. Pieper *et al.* (1992) ont aussi rapporté une perte de 50% de la teneur en limonène et une faible perte de certains aldéhydes (octanal et decanal) dans le jus d'orange après un entreposage de 24 semaines à 4 °C. Cette perte n'a cependant pas eu d'impact sur la qualité sensorielle du jus, évaluée par un panel expert.



### 1.3. Composition chimique du JONFC

Le jus d'orange est un produit complexe dont les propriétés physiques, chimiques et sensorielles évoluent à travers le processus de fabrication. Le Tableau 1.1 représente la composition chimique moyenne de ce produit. Selon Hendrix et Redd (1995), environ 76% de la matière sèche hydrosoluble du jus d'orange est constituée principalement par des glucides et 21% d'acides organiques, d'acides aminés, de sels minéraux, de vitamines et de lipides. Le 3% restant est constitué par un grand nombre de composés divers, dont les flavonoides, les composés volatiles, les carotenoides, etc., qui ont une influence importante sur les propriétés sensorielles de ce produit. Les paragraphes suivants traitent de la complexité de cette composition chimique, des propriétés physico-chimiques et de leurs effets sur la saveur du jus d'orange.

**Tableau 1.1.** Composition chimique du jus d'orange.

Constituant	Unité	Quantité par 100 g du jus	Moyenne	Référence
Eau	g	87.0 - 92.0	88.3	1, 3
Glucides	g	10.0 - 12.0	10.6	1, 3
Protéine (N*6.25)	g	0.58 - 1.29	0.91	4
Lipides	g	0.0 - 0.56	0.20	4
Cendres	g	0.25 - 0.48	0.35	2
Composés volatils	mg	30.0 - 45.0	37.0	1
Flavonoids	mg	80.0 - 118.0	99.0	4
Vitamines :				
Acide ascorbique	mg	44.5 - 68.8	55.5	2
Niacine	mg	0.13 - 0.46	0.26	4
β-carotène	mg	0.04 - 0.37	0.13	2
Acide pantothénique	mg	0.06 - 0.30	0.13	4
Thiamine (B1)	mg	0.64 - 0.96	0.76	2
Riboflavine (B2)	mg	0.01 - 0.06	0.02	4
Pyridoxine (B6)	mg	0.02 - 0.09	0.04	4

1 : Robards et Antolovich, 1995.

2 : Park *et al.*, 1983.

3 : Ting, 1980.

4 : Hendrix et Redd, 1995.

### 1.3.1. Glucides

Le saccharose, le glucose et le fructose sont les principaux glucides du jus d'orange. On retrouve aussi dans ce groupe chimique des polymères à haut poids moléculaire, comme les pectines et les complexes de cellulose et hemicellulose, qui constituent une partie de la pulpe et les fibres du jus (Klavons *et al.*, 1991; Rangana, *et al.*, 1983). Ces derniers composés sont aussi largement responsables de l'opalescence du jus d'orange. Le Tableau 1.2 montre la proportion des divers glucides du jus d'orange.

**Tableau 1.1.** Composition glucidique du jus d'orange (quantités par 100 g de jus).

Glucide	Unité	Moyenne	Intervalle	Référence
Saccharose	g	3.81	2.90 - 4.76	1
Glucose	g	2.08	1.32 - 2.92	1
Fructose	g	2.46	1.55 - 3.35	1
Solides solubles Totaux	°Bx	12.3	8.10 - 17.7	2
Sucres totaux	g	9.15	6.32 - 14.3	2
Pectine soluble dans l'eau	mg	19.2	6.70 - 34.0	3
Pectine soluble dans NaOH	mg	37.4	24.7 - 80.0	3
Pectine totale	mg	56.9	34.0 - 109.6	4
Composés en suspension	mg	223.0	219.0 - 224.0	3

1. Aristoy *et al.*, 1989
2. Hendrix et Redd, 1995
3. Park *et al.*, 1983
4. Robards et Antolovich, 1995

Les glucides sont importants car ils sont responsables de la saveur du jus et influencent sa consistance et ses propriétés rhéologiques. De plus, ils ont une influence remarquable sur les constituants volatiles du jus. En effet, la présence de glucides modifie la perception sensorielle des arômes. Ahmed *et al.* (1978a), par exemple, ont démontré que le seuil de perception sensorielle du *d*-limonène dans l'eau augmente si on y ajoute du saccharose, du glucose et du fructose à des concentrations équivalentes à celles d'un jus d'orange. Par contre, ce seuil tend à diminuer si l'eau contient une quantité en pectine similaire à celle trouvée dans un jus.

### 1.3.2. Acides organiques

L'acidité du jus d'orange est due principalement aux acides citrique et malique et, à moindre mesure, à l'acide succinique (Tableau 1.3). Cette acidité, généralement entre 0.5 et 1.1 grammes d'acide citrique par litre de jus, se traduit par un pH entre 3.0 et 3.5 (Nagy et Shaw, 1990 ; Rangana *et al.*, 1983). Hormis son rôle fondamental dans la saveur acidulée du jus d'orange, l'acidité a une influence remarquable sur la perception sensorielle des composés volatils du jus. Ahmed *et al.* (1978a) ont observé que les acides malique et citrique, à une concentration similaire à celle d'un jus d'orange, provoquent une augmentation du seuil de détection du *d*-limonène dans l'eau d'environ 30% (le *d*-limonène est l'un des composés volatils les plus abondants dans le jus d'orange). Selon Solms (1986), il est possible que des phénomènes de masquage soient la cause de cette diminution de la perception du *d*-limonène provoquée par les acides citrique et malique.

**Tableau 1.1.** Concentration et propriétés structurales des acides organiques du jus d'orange selon la variété d'orange (Rangana *et al.*, 1983 ; Siebert, 1999).

Acide organique	Variété				Propriété chimique		
	Valencia	Pinneapple	Hamlin	Navel	Masse molaire	Groupements carboxylés	Sol.
Citrique	0.22-0.98	0.30-0.36	0.17-0.70	0.56-0.72	192.1	3	50-100
Malique	0.06-0.26	0.17-0.26	0.15-0.31	0.11-0.15	134.1	2	10-50
Succinique	0.00-0.54	0.26-0.80	0.02-0.24	0.18-0.90	118.1	2	1-10

Sol. : Solubilité dans l'eau (g/100 ml).

L'acide citrique est une molécule hautement polaire qui contient trois groupements carboxyliques et un groupement hydroxylé. Sa forme dissociée dans des solutions aqueuses est considérablement réactive vis-à-vis des composés volatils. En effet, Hansson *et al.* (2001) ont observé que la libération d'un composé volatil, tel que le limonène ou de certains esters comme l'ethyl hexanoate, à partir d'une solution aqueuse vers la phase vapeur, est modifié par

les variations de la concentration d'acide citrique dans cette solution. À des faibles concentrations (0.2 g/l), l'acide citrique favorise la diffusion des composés volatils vers la phase vapeur. Cependant, à des concentrations élevées (supérieures à 10 g/l), on assiste à des interactions entre l'acide citrique dissocié et les composés volatils qui ont comme conséquence une diminution de la concentration de ce type de composés dans la phase vapeur. Ces observations expliquent l'utilisation de cet acide à des faibles concentrations pour rehausser la saveur des aliments.

En général, l'intensité de la saveur acidulée des acides du jus d'orange dépend de leur concentration et de leur structure chimique. Hartwig et McDaniel (1995) ont observé que le nombre de groupements carboxyliques d'un acide est inversement proportionnel à l'intensité de la saveur acidulée qu'ils manifestent. De plus, CoSeteng *et al.* (1989) ont démontré qu'il existe une corrélation positive entre le poids moléculaire et la solubilité dans l'eau des acides organiques et l'intensité de leur saveur acidulée. Ainsi, bien que l'acide citrique manifeste la plus faible solubilité et contienne le plus grand nombre de groupements carboxyliques parmi les trois acides du jus d'orange, il produit l'intensité la plus élevée car il est le plus abondant et il a le poids moléculaire le plus élevé (Tableau 1.3).

### **1.3.3. Protéines et acides aminés**

L'azote organique constitue entre 0.6 et 1.3% de la matière sèche du jus d'orange. Il fait partie des acides aminés, des protéines à faible poids moléculaire, des enzymes, des nucléotides, des acides nucléiques et des phosphoprotéines. Environ 70% de l'azote organique se trouve dans le jus sous forme d'acides aminés libres (Rangana *et al.*, 1983). Le reste est reparti entre des petits peptides d'approximativement 82 kDa de poids moléculaire (Sass-Kiss et Sass, 2002), des enzymes et des protéines constituant une partie de l'opalescence du jus. En fait, l'opalescence du jus d'orange est constituée des particules en suspension mesurant entre 0.4 et 5.0  $\mu\text{m}$ . Environ 50% de la masse de ces particules est constituée de protéines insolubles ou des polypeptides liés à des glucides, à des pectines, ou même aux hemicelluloses (Klavons *et al.*, 1991).

Le Nombre de Formol, obtenu par titration, est un indice de la concentration d'acides aminés libres dans un échantillon de jus de fruits (Fry *et al.*, 1995 ; Park *et al.*, 1983). Dans le cas du

jus d'orange, cet indice oscille entre 17.9 et 30.1 avec une valeur moyenne de 24.0 (Cohen *et al.*, 1984). Le Tableau 1.4 montre les intervalles de variation de la concentration des acides aminés se trouvant dans un jus d'orange reconstitué à partir de concentrés. On peut observer qu'environ 90% de la teneur totale en ces composés est prédominée par huit acides aminés, mais le proline à lui seul en constitue 50%. Selon Park *et al.* (1983), la teneur en trois acides aminés, parmi les plus importants dans le jus d'orange, varie selon la période de récolte de la matière première. Ainsi, entre le début et la fin de la saison de récolte des oranges, la teneur en arginine augmente jusqu'à 100%, tandis que celle de l'acide aspartique et de l'asparagine diminuent de moitié. Les acides aminés, constituant des peptides ou à l'état libre, contribueraient soit à améliorer soit à altérer les propriétés sensorielles du jus d'orange. En effet, l'alanine a une saveur typiquement sucrée, tandis que certains peptides manifestent des saveurs acides, amères ou sucrées. Par exemple, le dipeptide *l*-arginine-*l*-proline produit une saveur amère, alors que le peptide *l*-Asparagine-*l*-Asparagine apporte une saveur acide (Higginbotham et Hough, 1977). En outre, dans un travail portant sur la caractérisation sensorielle et chimique des divers jus d'orange, Rouseff et Nagy (1987) ont trouvé une corrélation positive significative entre le degré d'acceptation du jus et son Nombre de Formol.

**Tableau 1.1.** Valeurs moyennes et intervalles de variation des acides aminés (en mg/100 ml) dans des jus d'orange reconstitués (Aristoy *et al.*, 1989).

Acide Aminé	Moyenne	Intervalle
Proline	162.0	61.80 – 397.0
Asparagine	45.70	11.3 - 93.3
Arginine	41.40	8.9 - 95.3
Acide $\alpha$ -aminobutyrique	23.70	6.2 - 47.0
Acide Aspartique	16.90	2.7 - 49.4
Serine	12.80	4.4 - 29.7
Acide Glutamique	9.11	1.9 - 21.9
Alanine	8.80	3.4 - 18.3
Glutamine	3.50	0.9 - 8.8
Lysine	3.05	0.5 - 6.3
Glycine	2.72	1.2 - 5.8
Threonine	2.13	0.7 - 5.0
Valine	1.53	0.3 - 6.2
Methionine	1.26	0.1 - 4.2
Ornithine	1.20	0.3 - 9.7
Histidine	0.86	0.3 - 4.3

### 1.3.4. Sels minéraux

La concentration totale des sels minéraux du jus d'orange dépend fondamentalement de l'origine géographique des oranges (Robards et Antolovich, 1995). Ainsi, les jus d'orange provenant d'une même région ont des teneurs en cendres totales qui ne varient que très peu, tandis que les teneurs en cendres des jus préparés à partir d'oranges de régions géographiques différentes sont très variables (Tableau 1.5). Bien que le jus d'orange contienne un grand nombre de minéraux à l'état de trace, le potassium est le minéral le plus abondant dans ce produit. Sa concentration, ainsi que celles du sodium, du magnésium et du calcium dépendent de la période de récolte des matières premières. En général, la teneur en minéraux des oranges a tendance à diminuer à mesure que la saison avance (Park *et al.*, 1983).

**Tableau 1.1.** Composition minérale du jus d'orange selon son origine géographique (en mg/100 ml) (Robards et Antolovich, 1995).

Élément	Floride	Brésil	Autres
Potassium	152.0 – 266.0	203.0 - 302.7	124.5- 246.5
Phosphore	12.4 – 24.0	15.5 - 30.8	10.4 - 30.9
Magnésium	9.5 – 14.0	10.7 – 17.0	8.2 - 15.5
Calcium	6.7 – 12.3	7.7 – 12.0	8.7 – 15.0
Sodium	0.30 - 0.90	0.09 - 2.6	0.25 – 4.33
Fer	0.06 - 0.56	0.08 - 0.75	0.11 - 0.85
Bore	0.06 - 0.18	0.06 - 0.26	0.10 - 0.51
Zinc	0.02 - 0.05	0.03 - 0.05	0.02 - 0.05
Cuivre	0.02 - 0.05	0.02 - 0.04	0.01 - 0.04
Rubidium	0.03 - 0.07	0.26 - 0.67	0.06 - 0.37
Manganèse	0.02 - 0.03	0.02 - 0.08	0.02 - 0.09

La contribution des sels minéraux à la flaveur du jus d'orange n'est pas très bien élucidée. Cependant, on peut établir que leur rôle dans cette propriété sensorielle est généralement positif. Roussef et Nagy (1987), par exemple, ont observé une corrélation positive hautement significative entre la teneur en Potassium et le degré de préférence d'un jus d'orange par les consommateurs. Il est connu que les sels minéraux induisent des phénomènes de « salting-out », c'est-à-dire, qu'ils facilitent le relargage des composés volatils de la phase aqueuse vers la phase vapeur (Solms, 1986). Toutefois, Leland (1997) a démontré qu'il est nécessaire une concentration en sels de 5% minimum pour que ces phénomènes physico-chimiques se mettent en place, ce qui n'est pas le cas d'un grand nombre d'aliments y compris le jus d'orange. Les résultats de Roussef et Nagy (1987) peuvent alors s'expliquer par un effet de synergie au niveau sensoriel entre l'odeur des composés volatils et la saveur des sels. Ainsi, à partir d'une expérience de dégustation des solutions salines contenant diverses concentrations de citral (un des composés volatils principaux du citron), Noble (1996) a démontré que l'augmentation de la teneur en citral dans les solutions salines augmente l'intensité de la saveur salée et ceci malgré le manque d'association entre l'odeur citronnée de ce composés volatils et la saveur salée du chlorure de Sodium.

### **1.3.5. Limonoïdes et flavonoïdes**

Les limonoïdes sont des triterpènes qui se trouvent à faibles concentrations dans les divers agrumes. Les molécules qui les produisent, comme l'acide limonoïque, proviennent de l'albédo des oranges. Leur concentration dépend de la variété, de la période de récolte et de la région géographique de provenance des oranges. Le limonin est le limonoïde le plus abondant dans le jus d'orange. Dans des jus élaborés avec des oranges « Washington-Navel », sa concentration peut atteindre jusqu'à 42 ppm, tandis que dans des jus préparés avec des oranges autres que celles appartenant à cette variété, la teneur en ce composé varie entre 2 et 7 ppm. De plus, il existe un ensemble de molécules dérivées du limonin appelées glucosides limonoïques qui se trouvent dans le jus à des concentrations de l'ordre de 80-320 ppm (Robards et Antolovich, 1995).

Le limonin est un composé qui produit une forte saveur amère dans le jus. Cependant, son seuil de détection sensorielle dépend de la sensibilité du dégustateur. Pour un dégustateur

hautement sensible, ce seuil est d'environ 0.08 ppm dans de l'eau pure, tandis que pour un sujet peu sensible, il est de 5.0 ppm (Guadagni *et al.*, 1973). De plus, ce seuil de détection dépend aussi des autres constituants chimiques du jus d'orange. Guadagni *et al.* (1974) ont rapporté par exemple, que les sucres, l'acide citrique et quelques flavonoides comme le neohesperidine augmentent considérablement le seuil de détection sensoriel de ce composé chimique.

La majorité des flavonoides du jus d'orange appartient au groupe des *flavanone glycosides*. Ils sont importants car certains de ces composés sont aussi responsables de l'amertume du jus. On retrouve chez les agrumes deux groupes de flavanone glycosides : les hesperidosides, qui sont responsables du goût amer, comme le naringine, qui se trouve à des concentrations de l'ordre de 73-420 ppm chez le pamplemousse (Rouseff *et al.*, 1987), et les rutinosides, qui ne produisent pas de saveur. Cependant, ces derniers composés joueraient un rôle significatif dans l'atténuation de la saveur amère provoquée par les hesperidosides et les limonoides (Robards et Antolovich, 1995). Dans le jus d'orange, on retrouve surtout les rutinosides, composés de narirutine et d'hesperidine. Certains auteurs ont rapporté aussi la présence de naringine dans des jus d'orange commerciaux (Marini et Balestrieri, 1994). Le Tableau 1.6 montre la composition en flavanone glycosides des jus d'orange obtenus à partir de différents cultivars d'oranges.

**Tableau 1.1.** Teneur en flavanone glycosides (en mg/l) dans du jus d'orange fraîchement pressés élaborés à partir de différents cultivars d'oranges (Pupin *et al.*, 1998 ; Marini et Balestrieri, 1994).

Variété	Narirutine	Hesperidine	Naringine	Neohesperidine
Pera	33.0	255.8	0.0	0.0
Natal	34.9	196.0	0.0	0.0
Valencia	49.6	256.3	0.0	0.0
Hamlin	89.1	363.3	0.0	0.0
Baia	101.9	134.6	0.0	0.0
Lima	25.6	167.0	0.0	0.0
Tarocco et Sanguinello	40.0	195.0	0.6	1.4



### 1.3.6. Lipides

Les huiles contenues dans le jus d'orange proviennent principalement du flavedo des oranges et y sont incorporées lors de son extraction industrielle. Les lipides provenant de l'endocarpe des oranges, c'est à dire, non originaires du flavedo, se retrouvent dans le jus à très faible concentration. Par exemple, dans 100 g de jus ayant 80 à 100 mg de lipides totaux, 4 à 6 mg proviennent de l'endocarpe (Nagy et Shaw, 1990). Cela indique qu'au moins, 90% des huiles du jus proviennent du flavedo des oranges. La matière lipidique du jus est composée surtout d'acides gras : acide linoléique (27.8 à 35.2%), acide oléique (24.1 à 26.7%), acide palmitique (21.2 à 23.3%), on retrouve aussi de faibles proportions d'acides palmitoléique et linoléique (Rangana *et al.*, 1983 ; Arena *et al.*, 1998). Les lipides jouent un rôle essentiel dans la flaveur du JONFC, car ils constituent le milieu où sont solubilisés la majorité des composés volatils. En effet, la plupart des composés volatils sont totalement ou partiellement liposolubles et ils sont incorporés dans le jus à partir des huiles du flavedo des oranges. D'autre part, ils contribuent à l'opalescence du jus. Environ 25% des composés constituant l'opalescence de ce produit est d'origine lipidique et le reste est composé des solides insolubles dans l'éthanol tels que les pectines et, comme mentionné auparavant, des protéines (Rangana *et al.*, 1983).

### 1.3.7. Composés volatils

Parmi les jus de fruits, le jus d'orange occupe une place de premier rang dans les préférences des consommateurs grâce à son délicat arôme et, de manière générale, à ses propriétés sensorielles exceptionnelles. Plusieurs études ont suggéré que la flaveur typique de ce jus est le résultat d'une combinaison de plusieurs composés volatils se trouvant à des proportions équilibrées (Shaw, 1991). Jusqu'à présent, plus de 200 composés volatils ont été identifiés dans des jus d'orange fraîchement extraits (Buettner et Schieberle, 2001b). Les paragraphes suivants décrivent le profil des composés volatils du jus d'orange, leur nature chimique, leurs propriétés physico-chimiques et odorantes et leur lien avec la flaveur du produit.

#### 1.3.7.1. Profil des composés volatils du jus d'orange

La concentration et la diversité des composés volatils du jus d'orange varient selon les caractéristiques intrinsèques des oranges, comme la variété et le degré de maturité (Maccarone

*et al.*, 1998), la méthode d'extraction du jus (Moshonas et Shaw, 1994), les traitements de stabilisation enzymatique et microbienne (Moshonas et Shaw, 1997) et les conditions d'entreposage (type d'emballage, temps et température d'entreposage, etc.) (Moshonas et Shaw, 2000). Cependant, les méthodes mécaniques d'extraction sont les principaux responsables de l'enrichissement en composés volatils du jus d'orange, tant au niveau qualitatif (profil) que quantitatif, grâce à l'incorporation des huiles essentielles provenant du flavedo des oranges (Nagy et Shaw, 1990). En effet, au niveau qualitatif, le jus d'orange obtenu à l'aide d'un extracteur industriel est plus riche en composés volatils que le jus extrait de façon manuelle et, au niveau quantitatif, l'extraction industrielle entraîne aussi une augmentation de la teneur en chaque composé. Le Tableau 1.7 montre l'effet du mode d'extraction du jus et de la variété des oranges sur son profil de composés volatils.

Le profil des composés volatils d'un jus d'orange pressé de manière industrielle est constitué par des composés provenant de trois sources : la phase aqueuse du jus, les lipides propres du jus et les huiles provenant du flavedo des oranges (Moshonas et Shaw, 1994). En outre, on connaît depuis des années la contribution des réactions chimiques et enzymatiques à l'enrichissement du profil des composés volatils du jus d'orange. Le limonène, particulièrement, représente un substrat pour la synthèse de plusieurs composés améliorant ou détériorant la saveur du jus d'orange. Par exemple, en présence d'oxygène et des acides organiques comme catalyseurs il peut dériver en *s*-(-)-carvone (Buettner et Schieberle, 2001a) ou bien en  $\alpha$ -terpéneol (Haleva-Toledo *et al.*, 1999). D'autre part, les acides gras, comme l'acide linoléique ou linoléique sont responsables de la synthèse enzymatique de l'hexanal et d'autres aldéhydes à courte chaîne (Buettner et Schieberle, 2001c).

Le profil des composés volatils du jus d'orange est donc de nature complexe à cause du grand nombre de composés propres au jus mais surtout, à cause des composés ajoutés par les huiles du flavedo. Cette complexité est illustrée dans le Tableau 1.8, qui montre la liste des composés volatils constituant le profil de produits volatils de l'huile du flavedo des oranges « Valencia » pressé à froid. Il est clair que vu la multitude de composés pouvant se retrouver dans le produit, les nuances aromatiques du jus d'orange seront très variées. Malgré la grande diversité de ces composés volatils, le nombre de composés se trouvant à une haute concentration est relativement faible. En effet, environ 85% de la teneur totale en composés

volatils dans le jus est composé d'une dizaine de constituants. On y retrouve de l'éthanol, du méthanol, du limonène, du valencène, de l'acétaldéhyde, de l'éthyl butyrate, du 3-hydroxy ethyl hexanoate, du  $\beta$ -myrcène, du linalool et de l' $\alpha$ -pinène. Le 15% restant est constitué de plus d'une centaine de composés différents (Shaw, 1986). Néanmoins, ils constituent une partie essentielle du jus d'orange car ils seraient responsables des caractéristiques sensorielles exceptionnelles de ce produit. Chacun d'entre eux, contribue à la flaveur du jus avec un arôme spécifique qui peut être plus ou moins agréable, intense et/ou persistant (Nisperos-Carriedo et Shaw, 1990b).

**Tableau 1.1.** Composés volatiles du jus d'oranges « Valencia », « Pineapple » et « Ambersweet » extraits de manière manuelle ou mécanique (à l'aide d'un extracteur industriel modèle FMC) (concentration en ppm) (Moshonas et Shaw, 1994).

Composé volatil	Valencia		Pineapple		Ambersweet	
	Mécanique	Manuelle	Mécanique	Manuelle	Mécanique	Manuelle
<u>Alcools</u>						
Méthanol	126.0	37.0	56.0	51.0	7.0	76.0
Éthanol	1230.0	1150.0	460.0	580.0	22.0	415.0
1-propanol	0.44	0.31	0.20	0.25	0.01	0.16
2-methyl-3-buten-2-ol	0.34	0.40	0.18	0.22	0.06	0.11
2-methylpropanol	0.09	0.05	0.03	0.02	0.00	0.05
Butanol	0.07	0.02	0.03	0.03	0.01	0.03
1-penten-3-ol	0.04	0.04	0.03	0.12	0.06	0.08
2-pentanol	0.30	0.04	0.11	0.11	0.21	0.24
3-methylbutanol	0.39	0.17	0.12	0.10	0.01	0.33
2-methylbutanol	0.05	0.03	0.02	0.01	0.00	0.04
1-pentanol	0.06	0.01	0.02	0.03	0.03	0.05
3-methyl-2-buten-1-ol	0.03	0.01	0.03	0.02	tr	0.10
Héxanol	0.16	0.12	0.05	0.17	0.04	0.07
(Z)-3-hexen-1-ol	0.27	0.17	0.15	0.48	0.84	0.34
Octanol	0.37	0.09	0.46	0.09	0.08	0.08
<u>Esters</u>						
éthyl acetate	0.25	0.28	0.15	0.17	0.08	0.12
éthyl propionate	0.01	0.01	0.03	0.01	0.01	0.02
methyl butanoate	0.03	0.02	0.02	0.01	0.01	0.03
éthyl butyrate	1.53	0.84	0.70	0.82	0.85	0.81
éthyl hexanoate	0.13	0.16	0.08	0.07	0.04	0.05
3-OH-éthyl hexanoate	0.49	0.28	0.39	0.32	0.34	0.38
éthyl octanoate	0.02	0.03	0.20	0.01	0.01	0.02
<u>Aldéhydes</u>						
(E)-2-hexenal	0.04	0.04	0.04	0.03	0.01	0.01
Octanal	0.59	0.01	0.65	0.01	0.04	0.01
Nonanal	0.08	0.00	0.09	0.00	0.03	0.01
Decanal	0.45	0.02	0.50	0.02	0.18	0.04
Perillaldéhyde	0.10	0.01	0.06	0.01	0.01	0.02
Geranial	0.04	tr	0.00	0.00	0.02	tr
Neral	0.03	tr	0.00	0.00	0.02	tr

tr : Traces.

**Tableau 1.7 (Suite).** Composition volatile des jus d'oranges « Valencia », « Pineapple » et « Ambersweet » extraits de manière manuelle ou mécanique (à l'aide d'un extracteur modèle FMC) (concentration en ppm) (Moshonas et Shaw, 1994).

Composé volatil	Valencia		Pineapple		Ambersweet	
	Mécanique	Manuelle	Mécanique	Manuelle	Mécanique	Manuelle
<u>Cétones</u>						
1-penten-3-one	0.02	0.01	0.03	0.02	0.11	0.09
Carvone	0.11	0.00	0.07	0.05	0.10	0.10
<u>Terpènes</u>						
$\alpha$ -pinene	0.94	0.10	1.09	0.13	1.03	0.39
Sabinene	0.04	0.02	0.05	0.02	0.19	0.02
Myrcene	3.30	0.34	4.10	0.44	4.00	1.50
$\alpha$ -phellandrene	0.02	0.01	0.03	0.01	0.02	0.01
$\delta$ -3-carene	0.04	0.01	0.10	0.01	0.01	0.00
Limonène	134.0	18.0	191.0	24.0	167.0	65.0
$\beta$ -myrcene	0.07	0.02	0.28	0.03	0.06	0.03
$\gamma$ -terpinene	0.01	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00
Valencene	4.40	3.30	5.10	2.40	6.50	0.83
Linalool	0.92	0.13	3.70	0.05	1.02	0.39
terpinen-4-ol	0.20	0.00	0.00	0.17	0.10	0.09

**Tableau 1.2.** Composition chimique de l'huile de la pelure des oranges « Valencia » pressée à froid (Hendrix et Redd, 1995).

<u>Terpènes</u>	Furfural	Linalyl propionate
$\alpha$ -Thujene	Perillyldehyde	Geranyl acetate
$\alpha$ -Pinene		Nonyl acetate
Camphene	<u>Alcools</u>	Decyl acetate
2.4- <i>p</i> -Menthadiene	Methyl alcool	Neryl acetate
Sabinene	Ethyl alcool	Citronellyl acetate
Myrcene	amyl alcool	Ethyl isovalerate
$\delta$ -3-Carene	Octanol	Geranyl butyrate
$\alpha$ -Phellandrene	Decanol	1,8- <i>p</i> -Menthadiene-9-yl-acetate
$\alpha$ -Terpinene	Linalool	
<i>d</i> -Limonène	Citronellol	<u>Cétones</u>
$\beta$ -Terpinene	$\alpha$ -Terpineol	Carvone
<i>o</i> -Cymene	Nonanol	Methyl heptenone
$\alpha$ -Terpinolene	Geraniol	$\alpha$ -Ionone
$\alpha,\beta$ -Cubebene	Nerol	Acetone
$\alpha,\beta$ -Copaene	Heptanol	Piperitenone
$\beta$ -Elemene	Undecanol	6-Methyl-5-heptene-2-one
Caryophyllene	Dodecanol	Nootkatone
Farnesene	Elemol	
$\alpha,\beta$ -Humulene	<i>cis-trans</i> -2,8- <i>p</i> -menthadiene-1-ol	<u>Acroleines</u>
Valencene	<i>cis</i> -Carveol	$\alpha,\beta$ -Dialkyl acroleins
$\delta$ -Cadinene	1- <i>p</i> -Methene-9-ol	$\alpha$ -Hexyl- $\beta$ -octyl acrolein
	1,8- <i>p</i> -Menthadiene-9-ol	$\alpha$ -Heptyl- $\beta$ -heptyl acrolein
<u>Aldéhydes</u>	8- <i>p</i> -Methene-1,2-diol	$\alpha$ -Octyl- $\beta$ -heptyl acrolein
Formaldehyde	Isopulegol	$\alpha$ -Heptyl- $\beta$ -nonyl acrolein
Acetaldehyde	Borneol	$\alpha$ -Octyl- $\beta$ -octyl acrolein
Hexanal	Methyl heptenol	$\alpha$ -Heptyl- $\beta$ -nonyl acrolein
Heptanal	1-Hexanol	
Octanal	Terpinen-4-ol	<u>Acides</u>
Nonanal		Formique
Undecanal	<u>Esters</u>	Acétique
Dodecanal	Perillyl acetate	Caprylique
Citral, neral, geranial	Octyl acetate	Caprique
Citronellal	Bornyl acetate	
$\alpha$ -Sinensal	Geranyl formate	<u>Oxydes</u>
<i>trans</i> -Hexen-2-al-1	Terpinyl acetate	<i>trans</i> -Limonène oxide
Dodecene-2-al-1	Linalyl acetate	<i>cis</i> -Limonène oxide

### 1.3.7.2. Propriétés odorantes et physico-chimiques

Les propriétés aromatisantes d'un composé volatil pur, comme l'odeur caractéristique qu'il exhibe, et sa contribution à la flaveur d'un aliment peuvent être évaluées directement à l'aide d'une analyse sensorielle effectuée par un panel expert ou, indirectement, à partir de la

détermination de certaines de ses propriétés physico-chimiques, telles que le coefficient de partage entre la phase lipidique et la phase aqueuse ou entre la phase liquide et la phase vapeur (Dubois *et al.*, 1995 ; Taylor, 1998).

En ce qui concerne la mesure directe des propriétés aromatisantes d'un composé volatil, il est possible, au moyen de l'analyse sensorielle, de définir plusieurs propriétés qui peuvent se classer en trois groupes : sa qualité odorante ou caractère, c'est-à-dire, le type d'odeur que ce composé volatil dégage et le degré de préférence de cette odeur (agréable, neutre, désagréable) ; son intensité, et son seuil de détection sensorielle (c'est-à-dire, la concentration minimale détectable par un panéliste dans un milieu spécifique, généralement eau ou air purs), et sa persistance ou ténacité (le temps durant lequel le composé volatil est perçu après que l'aliment a été avalé) (Sell, 2000).

Un paramètre utilisé pour évaluer l'impact d'un composé volatil dans la flaveur d'un aliment est la mesure de sa capacité odorante qui est le rapport entre sa concentration dans l'aliment et son seuil de détection sensorielle (Ahmed *et al.*, 1978b). Un composé dont la capacité odorante est égale à 1, se trouve dans l'aliment à sa concentration limite détectable par un dégustateur. À mesure que la valeur de ce paramètre augmente, le composé devient de plus en plus important dans l'aliment. Par exemple, dans le jus d'orange on trouve de l'éthanol à une teneur relativement élevée, jusqu'à 1230 ppm, cependant, son seuil de détection est d'environ 1150 ppm. Sa capacité odorante est donc approximativement égale à 1 ; cette valeur indique qu'il est à peine détectable au niveau sensoriel. Par contre, l'éthyl-butyrate se trouve dans le jus à des concentrations allant de 0.4 à 1.5 ppm, mais son seuil de détection est d'environ 0.001 ppm, ce qui fait que sa capacité odorante soit supérieure à 1000 (Moshonas et Shaw, 1994).

Les composés volatils qui ont une capacité odorante élevée sont généralement essentiels dans la flaveur des aliments. Dans le cas du jus d'orange « Valencia », certains esters, comme l'éthyl butyrate et le (*S*)-éthyl-2-méthylbutyrate et certains aldéhydes, comme le (*Z*)-hex-3-enal, ont des capacités odorantes très élevées (au niveau nasal : 1192 et 8000, respectivement). Leur absence a un effet significatif sur la flaveur du produit (Buettner et Schieberle, 2001b). Cependant, selon Grosch (2001), il y a des exceptions où des composés volatils ayant une capacité odorante faible contribuent de manière importante à la flaveur de l'aliment. Par

exemple, la concentration d'acétaldéhyde et de limonène dans le jus d'orange « Valencia » est élevée (1 à 8 et 80 à 180 ppm, respectivement, selon Shaw, 1991), mais leur capacité odorante est relativement faible (au niveau nasal : 332 et 228, respectivement). Selon Shaw (1991), l'absence de ces composés dans un jus d'orange diminue significativement la note fraîche et citronnée de ce produit.

Le caractère et l'intensité d'un composé volatil dépendent essentiellement des ses propriétés physico-chimiques, de sa concentration dans un milieu spécifique et de la composition de ce milieu. Parmi les propriétés physico-chimiques, le coefficient de partage, le coefficient d'activité, ainsi que la constante de Henry, exprimés dans les équations suivantes :

$$K_i = y_i / x_i \quad (1)$$

$$H_i = p_i / C_i \quad (2)$$

$$\gamma_i = p_i / x_i P_i^0 \quad (3)$$

1, 2 et 3, sont des indices qui permettent de mesurer l'importance d'un composé volatil dans l'aliment (King, 1983). De plus, ces propriétés sont tributaires des caractéristiques structurales de chaque composé volatil (voir section 1.5.4.). Dans le cas des composés volatils du jus d'orange, ces propriétés sont subordonnées de manière hautement significative à la teneur en matières grasses du jus, à l'hydrophobicité de chaque composé et à leur solubilité (Carey, 2002). Ainsi, par exemple, à mesure que la teneur en huile augmente (dans les limites imposées par un contrôle normal de la qualité) le coefficient de partage de l'éthyl butyrate demeure constant tandis que celui de l'éthyl octanoate, qui est beaucoup plus hydrophobe, diminue drastiquement.

### 1.3.7.3. Dosage des composés volatils

L'analyse du profil des composés volatils du jus d'orange comporte quatre étapes : l'extraction, c'est-à-dire, la séparation de la fraction volatile de sa matrice liquide, l'isolement des composés constituant la fraction volatile, l'identification et quantification de ces



composés et leur caractérisation sensorielle (tableau 1.9). Chacune de ces étapes sera exposée sommairement dans les paragraphes qui suivent. Le détail de ces méthodes est décrit ailleurs (Grosch, 2001 ; Stephan *et al.*, 2000 ; Lamparsky, 1992).

L'extraction des composés volatils de leur matrice liquide est obtenue par distillation d'un échantillon de jus d'orange, à l'aide de solvants ou par l'analyse de l'espace de tête ou « Headspace ». Le Tableau 1.9 montre les avantages et les inconvénients de ces méthodes d'extraction. Les méthodes d'extraction à l'aide de solvants ou par l'analyse de l'espace de tête sont les plus utilisées dans le domaine alimentaire.

L'extraction par solvants consiste à mélanger une quantité de solvant non miscible dans l'eau (diéthyl éther, par exemple) avec une aliquote de jus d'orange. Ce mélange est agité puis centrifugé afin de séparer le solvant, qui devient enrichi en composés volatils. Ensuite, le solvant peut être analysé directement ou évaporé afin de concentrer les composés volatils extraits. Ce type d'extraction permet d'extraire la quantité totale de composés volatils à condition qu'il existe une grande affinité des composés volatils pour le solvant utilisé.

L'extraction des composés volatils par l'analyse de l'espace de tête consiste à introduire le jus d'orange dans une enceinte fermée et à échantillonner l'atmosphère en équilibre qui se forme au-dessus de la surface du liquide. Ceci peut s'effectuer de manière statique, à partir de la prise d'un échantillon de l'espace de tête en équilibre ou de manière dynamique par le barbotage du jus d'orange avec de l'hélium et la crio-concentration des effluves, selon la méthode connue sous le nom de « purge-and-trap ». L'échantillon de l'espace de tête peut être analysé directement ou bien, notamment dans le cas des méthodes statiques, il peut être piégé dans des résines spécialement conçues à cet effet ; par exemple, les résines de polydiméthylsiloxane, selon l'opération connue sous le nom de micro-extraction en phase solide. Moshonas et Shaw (1992, 1994, 1997) ont comparé l'extraction par l'échantillonnage de l'espace de tête statique et dynamique pour analyser la fraction volatile du jus d'orange. Ils ont trouvé que l'échantillonnage de l'espace de tête dynamique permet un meilleur dosage qualitatif par le nombre de composés volatils que l'on peut détecter et, quantitativement, par le fait qu'il est possible de quantifier des composés volatils à l'état de trace.

L'utilisation de résines pour piéger les composés volatils dans l'espace de tête au-dessus du jus d'orange a été étudiée et optimisée par Jia *et al.* (1998). Ils ont trouvé les conditions optimales de température et temps de résidence pour atteindre l'équilibre entre la concentration des composés volatils adsorbés dans la résine de polydiméthyl siloxane et la concentration de l'espace de tête.

La séparation, l'identification et la quantification des composés volatils sont effectuées par un chromatographe en phase gazeuse couplé généralement à un spectromètre de masse. Hormis les facteurs inhérents au processus de séparation de ce type de molécules par la chromatographie (la température, la phase mobile, etc.), le choix de la colonne chromatographique est essentiel pour réussir une bonne séparation. Par exemple, les colonnes à haute polarité sont plus aptes pour séparer des composés polaires comme les alcools ou les esters et moins aptes pour isoler les composés apolaires comme le limonène ou le valencène (Lamparsky, 1992).

La caractérisation sensorielle des composés volatils isolés consiste à détecter et analyser olfactivement ces composés à la sortie de la colonne chromatographique. Cette caractérisation est connue sous le nom de chromatographie en phase gazeuse/olfactométrie. Elle est effectuée par des panélistes entraînés qui détectent olfactivement les composés purs sortant de la colonne chromatographique et caractérisent l'odeur qui perçoivent. Il existe plusieurs méthodes pour réaliser cette analyse, dont les plus répandues sont : la méthode « CHARM » (combined hedonic and response measurement) et la méthode « AEDA » (aroma extract dilution analysis). Ces deux méthodes permettent de découvrir les composés volatils qui ont un impact sur la saveur de l'aliment (Stephan *et al.*, 2000). Le Tableau 1.9 en montre brièvement les avantages et les inconvénients.

La méthode AEDA est effectuée comme suit : à la sortie de la colonne chromatographique, deux panélistes réalisent un flairage des dilutions successives d'un extrait riche en composés volatils. Chaque composé, séparé par la colonne, est détecté par les panélistes autant de fois que les dilutions le permettent. L'analyse sera achevée lors que l'extrait est tellement dilué qu'aucun composé volatil n'est détectable (Grosch, 2001 ; Stephan *et al.* 2000). La méthode CHARM est similaire, sauf pour le nombre de panélistes utilisés, qui est dans ce cas de 8 à 10 et par la façon dont on détecte l'odeur d'un composé : les panélistes rapportent le temps

pendant lequel ils perçoivent l'odeur du composé, donc ils déterminent aussi son intensité et sa tenacité (Marin *et al.*, 1992).

**Tableau 1.1.** Avantages et inconvénients des méthodes d'analyse des composés volatils (Grosch, 2001 ; Stephan *et al.* 2000).

Étapes de l'analyse	Méthodes utilisées		Avantages	Inconvénients
Extraction des composés volatils	Analyse de l'espace de tête (AET)	Statique (AETS)	Échantillonnage de l'espace de tête réel. Détection des composés à volatilité élevée.	Faible sensibilité (des composés à faible concentration ne sont pas détectés).
		Dynamique (AETD)	Mêmes avantages que l'AETS. Élimination de ses inconvénients.	Peu utile pour quantifier des composés individuels. Longue période d'extraction.
	Analyse de l'espace de tête par barbotage (AETB)		Mêmes avantages que l'AETS.	Faible détection des composés à hydro-solubilité élevée. Longue période d'extraction.
	Micro-extraction en phase solide (MEPS)		Simple et rapide. Mêmes avantages que l'AETS.	Détection des composés dont l'affinité pour la phase solide est élevée.
	Extraction par solvants (ES)		Simple et rapide. Extraction d'une grande quantité de composés.	Le solvant masque la présence de certains composés. Efficacité influencée par l'affinité du solvant pour les composés volatils.
	Extraction par distillation (ED)		Extraction d'une grande quantité de composés à volatilité intermédiaire.	Entraînement de la vapeur d'eau. Faible détection des composés à volatilité très élevée ou de masse molaire élevée.
Isolement				
Identification				
Caractérisation sensorielle des composés volatils	Intensité	AEDA	Détection des composés d'impact Détermination de leur intensité.	Les résultats sont basés sur la dilution la plus élevée à la quelle le composé est encore détectable.
		CHARM	Mêmes avantages que l'AEDA. Détection de la persistance et du caractère des composés isolés.	Utilisation de plusieurs panélistes.
	Caractère	Analyse sensoriel	Caractérisation de l'odeur qui dégage le composé.	Subjectivité.

## 1.4. Propriétés rhéologiques du JONFC

L'une des propriétés physico-chimiques ayant une relation étroite avec les propriétés sensorielles du JONFC est sa rhéologie. Peu de travaux scientifiques ont été publiés sur le comportement rhéologique des jus fraîchement pressés. On connaît, cependant, les effets du processus de concentration sur la rhéologie des jus à partir des travaux de Mizrahi et Berk (1970), de Vitali et Rao (1984 a, b) et, plus récemment, celui de Telis-Romero *et al.* (1999).

Le jus se comporte comme un fluide pseudo-plastique. Cependant, un jus d'orange complètement clarifié, c'est-à-dire, dépourvu de toute particule en suspension et dépectinisé devient un fluide newtonien. En général, les particules et composés constituant l'opalescence de ce produit lui confèrent, au niveau rhéologique, un comportement non newtonien. Pour décrire les propriétés rhéologiques du jus d'orange concentré, Mizrahi et Berk (1970) ont développé un modèle rhéologique dans lequel le jus d'orange est considéré comme une suspension de particules interactives dans un fluide pseudo-plastique. L'équation qui décrit ce modèle est :

$$\tau^{1/2} = K_{0M} + K_M \gamma^m \quad (4)$$

Ce modèle a été déduit d'une équation qui décrit de manière générale le comportement rhéologique des jus de fruits : le modèle de Casson, exprimé par l'équation 5 (Vitali et Rao, 1984 a).

$$\tau^{1/2} = K_{oc} + K_c \gamma^{1/2} \quad (5)$$

Le modèle de Casson se dérive lui-même du modèle exponentiel (Telis-Romero *et al.*, 1999) :

$$\tau = K \gamma^n \quad (6)$$

Dans le modèle de Mizrahi et Berk, la valeur de  $K_{0M}$  dépend de la concentration de particules en suspension et des polymères dilués, comme les pectines, tandis que les facteurs  $K_M$  et  $m$ ,

dépendent de la nature du solvant, c'est-à-dire, des propriétés rhéologiques du liquide clarifié. Du point de vue des propriétés sensorielles du jus d'orange, la constante  $K_M$ , dans le modèle de Mizrahi et Berk, serait un indicateur de la consistance ou la viscosité de ce produit, tandis que l'exposant  $m$  serait un indice de sa capacité d'écoulement à travers la cavité buccale (Mizrahi, 1979).

## **1.5. Caractérisation sensorielle du JONFC**

### **1.5.1. Définition de la flaveur.**

Pendant le processus de dégustation d'un aliment, certains de ses constituants stimulent nos sens et induisent des réactions physiologiques que nous traduisons en termes subjectifs pour décrire sa qualité gustative ou, de manière plus générale, ses propriétés sensorielles. Ainsi, la flaveur, qui constitue une des propriétés sensorielles, est une interprétation psychologique des phénomènes physiologiques qui se déclenchent lors de la dégustation de l'aliment (Noble, 1996).

La flaveur peut se décomposer en quatre composantes : l'arôme et l'arrière-goût (perçus par les récepteurs olfactifs de l'épithélium nasal), la saveur (perçue par les papilles gustatives de la cavité buccale) et la consistance (déterminée par le contact de l'aliment avec les parois de la cavité buccale, la surface de la langue et la gorge) (Carpenter *et al.*, 2000). Chaque composante est définie par un certain nombre d'attributs ou descripteurs sensoriels qui représentent les perceptions olfactives et gustatives du dégustateur. Le sens ou tout ce qui représente ces attributs dépend, entre autres, des références (par exemple, on peut attribuer à l'arôme de l'aliment des connotations florales ou herbacées qui rappellent l'odeur d'une certaine fleur ou de l'herbe fraîche), de la performance des sens du dégustateur et de son niveau de formation ou entraînement (Stone et Sidel, 1985).

Ainsi, ces attributs sensoriels constituent des variables subjectives élaborées à partir d'une méthode sémantique, comme dans le cas de la description des « tonalités » de l'arôme du vin, ou bien par une méthode basée sur des références, comme par exemple la recherche des composées ayant une odeur de vanille dont la référence est la vanilline (Ohloff, 1994). Abe *et al.* (1990) ont utilisé 126 descripteurs sensoriels pour caractériser de manière sémantique 1573

composés organiques. À partir d'une analyse hiérarchique, ils ont classé ces descripteurs en 19 catégories d'odeurs. D'après leurs résultats, l'arôme « orangé », « mandarine », et « fleurs d'oranger » appartiennent aux catégories d'odeurs « fruitées » et « florales », tandis que l'arôme « citronné » constitue une catégorie à part qui contient les arômes du citron et de la bergamote. D'ailleurs, les différentes catégories d'odeurs se confondent fréquemment. Abe *et al.* (1990) ont trouvé que la catégorie d'odeurs « fruitées » est souvent confondue avec les catégories « florales », « vertes » et « herbacées », tandis que la catégorie « vertes » est confondue avec la catégorie « boisées » et les odeurs « herbacées » avec la catégorie « balsamiques ». Ces résultats ont été confirmés par les travaux rapportés par Ohloff (1994).

### **1.5.2. Méthodes d'analyse de la flaveur.**

L'évaluation précise de la flaveur d'un aliment repose sur l'analyse sensorielle réalisée par un panel expert. En outre, l'analyse sensorielle représente une source d'information essentielle qui, dans bien de cas, reproduit les attentes et les tendances des consommateurs. Par conséquent, le but du panel expert, en tant qu'« instrument de mesure », est de fournir d'une manière aussi objective que possible des données précises et fiables. La formation, l'entraînement et l'évaluation de la performance de ses membres constituent des outils de base pour atteindre cet objectif. Ainsi, la précision et la fiabilité de l'information obtenue à partir d'une analyse sensorielle dépendent, de manière fondamentale, de la préparation d'un panel de dégustation à cet effet. Cela implique, d'une part, la formation et l'entraînement des panélistes, ou en d'autres termes, l'affinage de leurs sens, et d'autre part, la définition claire et précise de l'ensemble des attributs qui constitueront le profil sensoriel du produit alimentaire à tester (Virgili *et al.*, 1994).

Un outil permettant à la fois de définir ce profil sensoriel et de former le panel expert est l'analyse descriptive quantitative (ADQ) (Stone *et al.*, 1974 ; Stone et Sidel, 1998). Cette analyse, est composée de deux étapes : la première est purement qualitative et permet de verbaliser les perceptions des panélistes et de développer un ensemble de termes dont le but est d'identifier et de définir les attributs sensoriels de l'aliment à tester. La deuxième étape est l'évaluation sensorielle proprement dite. Par conséquent, c'est une phase quantitative où les

panélistes, après avoir dégusté un échantillon de l'aliment en évaluation, attribuent une note à chaque attribut sensoriel dans une échelle prédéterminée (Stone et Sidel, 1985).

La précision et fiabilité du profil sensoriel de l'aliment dépendent de la performance du panel expert. Une manière d'évaluer la performance des panélistes consiste à analyser leurs réponses à l'aide de l'analyse procrustéenne généralisée (APG) (Langron et Collins, 1985 ; Arnold et Williams, 1986). Avec ce type d'analyse mathématique, il est possible de comparer les profils sensoriels de plusieurs produits (ou échantillons), obtenus par deux ou plusieurs panélistes et donc d'évaluer la performance de l'un d'entre eux par rapport aux autres.

### **1.5.3. La flaveur du JONFC**

La flaveur du JONFC est l'expression verbale des réactions causées, à la fois par un grand nombre de composés volatils, de composés non volatils et de particules en suspension, sur les papilles gustatives et sur les récepteurs olfactifs du dégustateur (Fellers, 1985). Les composés volatils seraient les principaux constituants responsables de l'arôme et de l'arrière-goût typiques du jus d'orange. On distingue la flaveur des oranges presque exclusivement grâce à ces constituants. Les composés non volatils tels que les sucres, les acides et les sels minéraux donnent au jus des saveurs acidulée, sucrée, légèrement amère et même salée. Les particules grossières comme les fibres, les particules constituant l'opalescence et, en général, les composés suspendus dans la phase aqueuse influencent la consistance et la viscosité du jus. Celle-ci est aussi tributaire des composés non volatils en solution dans la phase aqueuse, notamment les sucres et les polymères tels que les pectines (Nagy et Shaw, 1990).

Les liens existants entre la composition chimique du jus d'orange et sa flaveur sont de nature multidimensionnelle (ou multivariée) en ce sens qu'ils s'expliquent non pas par l'influence d'un seul composé mais par la contribution d'un grand nombre de constituants agissant simultanément. D'ailleurs, la flaveur elle-même est un concept multidimensionnel car constituée d'un ensemble de descripteurs ou attributs sensoriels qui expliquent l'arôme, la saveur, etc.

La flaveur spécifique du JONFC a été peu caractérisée. Comme dans le cas des autres produits d'agrumes, la discrimination des différents lots de jus suivant leur qualité organoleptique est



basée sur leur couleur et leurs propriétés gustatives. Houghthon (1977) a proposé d'évaluer ces propriétés gustatives à l'aide de 4 descripteurs :

- Le caractère : c'est-à-dire la qualité typique d'un jus modifié par le processus de fabrication industrielle. Le jus d'orange concentré congelé a un caractère différent du jus pasteurisé non fait de concentré.
- L'intensité, qui est une propriété indépendante du caractère et qui dénote la richesse de la saveur du jus.
- La fraîcheur, reconnue par la « clarté » de la saveur et la sensation dans le nez. Les jus ayant une longue période d'entreposage ont une faible note de fraîcheur.
- L'absence de défauts : principalement l'amertume (causée par l'utilisation d'oranges vertes) et les arômes « cuit », « brûlant » (causé par un excès d'huile du flavedo), « d'huile minérale », « moisi », « métallique », « soufré » et « fermenté ».

#### **1.5.4. Relation entre la saveur du JONFC et sa composition chimique**

Les études sur les rapports entre la saveur et la composition chimique du jus d'orange ont été menées selon deux approches qui sont en fait complémentaires. La première approche, à partir de laquelle ont été menées la majorité des études sur ce sujet, se base sur le lien entre la concentration des divers composés chimiques du jus et les constituants de sa saveur. La deuxième approche, moins explorée dans les études sur la saveur du jus d'orange, détermine l'influence des propriétés structurales des constituants du jus sur l'odeur ou la saveur qu'ils exhibent.

La qualité odorante, l'intensité et la persistance d'un composé volatil ainsi que certaines de leurs propriétés physico-chimiques sont tributaires de ses propriétés structurales. En effet, la géométrie, le groupement fonctionnel, l'isomérisme et la conformation électronique déterminent notamment l'odeur que la molécule volatile dégage, son point d'ébullition, son coefficient de partage et sa réactivité (Ohloff, 1994 ; Rossiter, 1996a ; Mihalic et Trinajstic, 1992). Ainsi, le rapport entre les propriétés structurales et le caractère odorant d'un composé volatil, analysé dans ce qu'on appelle les études sur les « relations quantitatives structure-

activité », a fait l'objet de plusieurs recherches (Rossiter, 1996a ; Ohloff, 1994). Boelens et Van Gemert (1986) par exemple, ont étudié les rapports entre la structure chimique (masse et volume moléculaire), les propriétés physico-chimiques (point d'ébullition, réfractivité moléculaire, coefficient de partage) et les propriétés sensorielles (seuil de détection) des aldéhydes se trouvant dans des oranges amères. Randic (1992) ainsi que Mihalic et Trinajstic (1992) ont rapporté l'existence d'une relation entre le point d'ébullition des alcanes et leur structure chimique. Greenberg (1981) a étudié l'hydrophobicité des alcools et sa relation avec leur structure et leur capacité odorante.

#### **1.5.4.1. Relation entre la flaveur et la teneur en composés volatils du jus d'orange**

À partir des études visant à mettre en relation la flaveur du jus d'orange et sa teneur en divers composés chimiques, on est en mesure de connaître l'importance de certains composés volatils de ce produit. Ainsi, Ahmed *et al.* (1978c) ont tenté de reconstituer la flaveur d'un jus d'orange auquel on avait enlevé sa fraction volatile. Diverses combinaisons de 15 composés volatils ont été ajoutées à ce jus désodorisé et des échantillons de chaque combinaison ont été analysés par un panel expert. Le jus enrichi en acétaldéhyde, citral, éthyl butyrate, *d*-limonène et octanal a obtenu la meilleure note au niveau sensoriel. Cependant, comme, aucune combinaison n'a obtenu une note égale à celle du jus d'orange de référence, ces auteurs ont suggéré qu'un grand nombre de composés volatils à des concentrations équilibrées serait nécessaire pour obtenir la flaveur la plus proche d'un jus fraîchement pressé.

Hinterholzer et Schieberle (1998) ont identifié des composés volatils ayant la capacité odorante (rapport entre la concentration et le seuil de détection sensorielle) la plus élevée dans des jus d'oranges « Valencia » fraîchement pressés. Parmi les 42 composés dont la capacité odorante était supérieure à 3, l'éthyl butyrate (exhibant une odeur fruitée), le (*Z*)-hex-3-enal (exhibant une odeur herbacée) et le lactone des vins, (3a,4,5,7a-tetrahydro-3,6-dimethyl-2(3H)-benzoturanone) (exhibant une odeur sucrée et épicée) avaient les capacités odorantes les plus élevées grâce à leurs faibles seuils de détection sensorielle. Buettner et Schieberle (2001b), dans une étude comparative entre la flaveur du jus d'oranges « Valencia » et « Navel », ont sélectionné, parmi les 42 composés détectés par Hinterholzer et Schieberle (1998), 25 composés volatils ayant une capacité odorante supérieure à 4. Ils ont ajouté ces

composés à des solutions modèles sucrées et acidulées. L'analyse sensorielle de ces solutions simulant le jus d'orange a révélé un profil sensoriel similaire à celui d'un jus naturel fraîchement pressé, sauf pour la note « sucrée » qui était inférieure. Ils ont aussi expliqué la flaveur plus fade des jus d'orange « Navel » par rapport à celle du jus d'orange « Valencia » par la présence d'une concentration beaucoup plus élevée de la majorité des 25 composés volatils sélectionnés.

À partir d'une analyse de la composition volatile, Nisperos-Carretero et Shaw (1990a) ont suggéré que la qualité de la flaveur d'un jus d'orange est inversement proportionnelle à son degré de transformation industrielle. Ainsi, en ordre décroissant de leur qualité gustative, les divers jus d'orange élaborés industriellement peuvent se classer comme suit : jus d'orange fraîchement pressé, JONFC, jus d'orange fait de concentré et congelé, jus d'orange fait de concentré et reconstitué (entreposé sous réfrigération) et jus d'orange pasteurisé et conservé à la température ambiante. Shaw *et al.* (1993 ; 1999) se sont basés sur ces résultats pour classer divers jus commerciaux selon leur traitement de conservation à partir de la détermination de la teneur en 19 à 25 composés volatils. En utilisant une approche multivariée (une méthode statistique descriptive), ils ont démontré que chaque type de jus d'orange a un profil spécifique qui le distingue des autres. Ainsi, les jus d'orange faits de concentrés et reconstitués se distinguent par leur concentration élevée de decanal, linalool et *cis*-3-hexanal, tandis que les jus d'orange fraîchement pressés se caractérisent par leur richesse en 1-hexanol, ethyl butyrate, valencene, entre autres. Les JONFC particulièrement, montrent des concentrations intermédiaires de ces deux groupes de composés volatils.

#### **1.5.4.2. Relation entre la flaveur et les propriétés structurales des composés volatils du jus d'orange**

La relation entre la structure moléculaire des composés chimiques du jus d'orange et leur contribution à la flaveur du produit a été très peu étudiée. Néanmoins, cette approche visant à expliquer les caractéristiques sensorielles des constituants chimiques en fonction de leurs propriétés structurales s'est beaucoup développée dans le domaine de la parfumerie. En effet, c'est particulièrement l'étude des propriétés odorantes des composés volatils qui a poussé la recherche à définir ce qu'on appelle des rapports quantitatifs structure-activité de ce groupe de

molécules. Grâce à ces études, on est en mesure de prédire les qualités odorantes et, éventuellement, l'intensité d'un composé volatil appartenant au jus d'orange à partir de l'analyse de ses propriétés structurales.

Une manière d'établir ce lien est de développer une taxonomie des molécules basée sur leur structure chimique et de la relier à leur catégorie odorante. Dans un premier temps, il faut caractériser le groupement fonctionnel de la molécule et sa structure générale (aliphatique, hétérocycle, aromatique, etc.). Ainsi, dans le cas des composés volatils du jus d'orange, on trouve principalement 4 types de groupements fonctionnels (alcool, aldéhydes, cétones et esters) et 3 types de structures : aliphatiques, terpéniques et sesquiterpéniques (voir Tableau 1.7). Ensuite, il faut approfondir la caractérisation de chacune des deux fractions. Par exemple, selon la position du groupement fonctionnel OH, les alcools du jus d'orange peuvent se classer en alcools primaires (comme dans le cas des 1-hexanol), secondaires (comme dans le cas du 1-penten-3-ol) ou tertiaires (comme dans le cas du linalool). De la même manière, on peut identifier des composés aliphatiques à chaîne linéaire ou ramifiée et des terpènes et sesquiterpènes acycliques, monocycliques, bicycliques ou tricycliques, et ainsi de suite. À partir d'un modèle de régression multivariée, l'ensemble des données taxonomiques obtenues peut être relié à la catégorie odorante à laquelle ces molécules appartiennent (Taylor et Linfoth, 2001).

Utilisant cette approche, Doré *et al.* (1984) ont établi des corrélations entre l'odeur de 1396 composés volatils et les familles chimiques auxquelles ces molécules appartiennent. Parmi le grand nombre de rapports odeur-famille chimique qu'ils ont trouvé, ils ont observé que les terpènes acycliques sont associés aux notes florale, citronnée et zestée, tandis que les sesquiterpènes sont corrélés avec les notes boisées, épicées et moisies et les monoterpènes monocycliques aux notes mentholées et résinées. Quant aux composés aliphatiques, leur groupement fonctionnel assure leur nuance odorante. Les alcools, aldéhydes, esters, cétones et acides pourvus d'une chaîne linéaire de groupements alkyl exhibent des odeurs grasses, fruitées, lactées et herbacées.

Laska et Hubener (2001) ont suggéré que la longueur de la chaîne de groupements alkyl des composés volatils aliphatiques peut être un facteur déterminant dans l'interaction de ce type de composés avec les récepteurs olfactifs. Cette propriété structurale contribue donc à son

caractère odorant. Schieberle et Buettner (2001) ont confirmé cette hypothèse chez les aldéhydes (ayant 6 à 10 groupements alkyl), cétones (1-alken-3-ones) et alcools aliphatiques (1-alken-ols) du jus d'orange. De plus, dans une étude concernant l'influence de la mastication sur la concentration de composés volatils d'un aliment liquide, Buettner et Schieberle (2000) ont démontré que l'augmentation de la longueur de la chaîne de groupements alkyl s'accompagne d'une augmentation de la persistance de l'odeur du composé volatil dans la cavité buccale. Par contre, l'augmentation de la polarité de ces molécules diminue cette persistance.

#### **1.5.4.3. Méthodes d'analyse mathématique et statistique**

L'analyse mathématique et statistique du rapport entre la composition chimique et la flaveur des aliments a été décrite amplement par Peppard (1994), Aishima et Nakai (1991), Chien et Peppard (1993), Hair *et al.* (1998) et Martens et Naes (1989), entre autres. Comme déjà discuté, ce rapport est de nature multidimensionnelle (Aishima et Nakai, 1991). Donc, les modèles mathématiques appropriés pour l'étudier sont nécessairement multivariés. Les analyses multivariées concernent les méthodes statistiques qui étudient simultanément plusieurs variables mesurées à une série d'individus ou objets (observations). Dans ce sens, n'importe quelle méthode statistique analysant simultanément plus de 2 variables (par exemple, la régression linéaire multiple) peut être considérée comme multivariée.

Grâce au progrès de l'informatique, plusieurs modèles statistiques sont plus faciles à utiliser pour étudier la relation existante entre une matrice de données constituant les variables indépendantes (par exemple, les résultats d'une analyse chromatographique) et une matrice de données issue de l'analyse sensorielle (variables dépendantes). Les avantages et inconvénients de chacun d'entre eux sont largement tributaires des caractéristiques des données mises en jeu et des objectifs du chercheur.

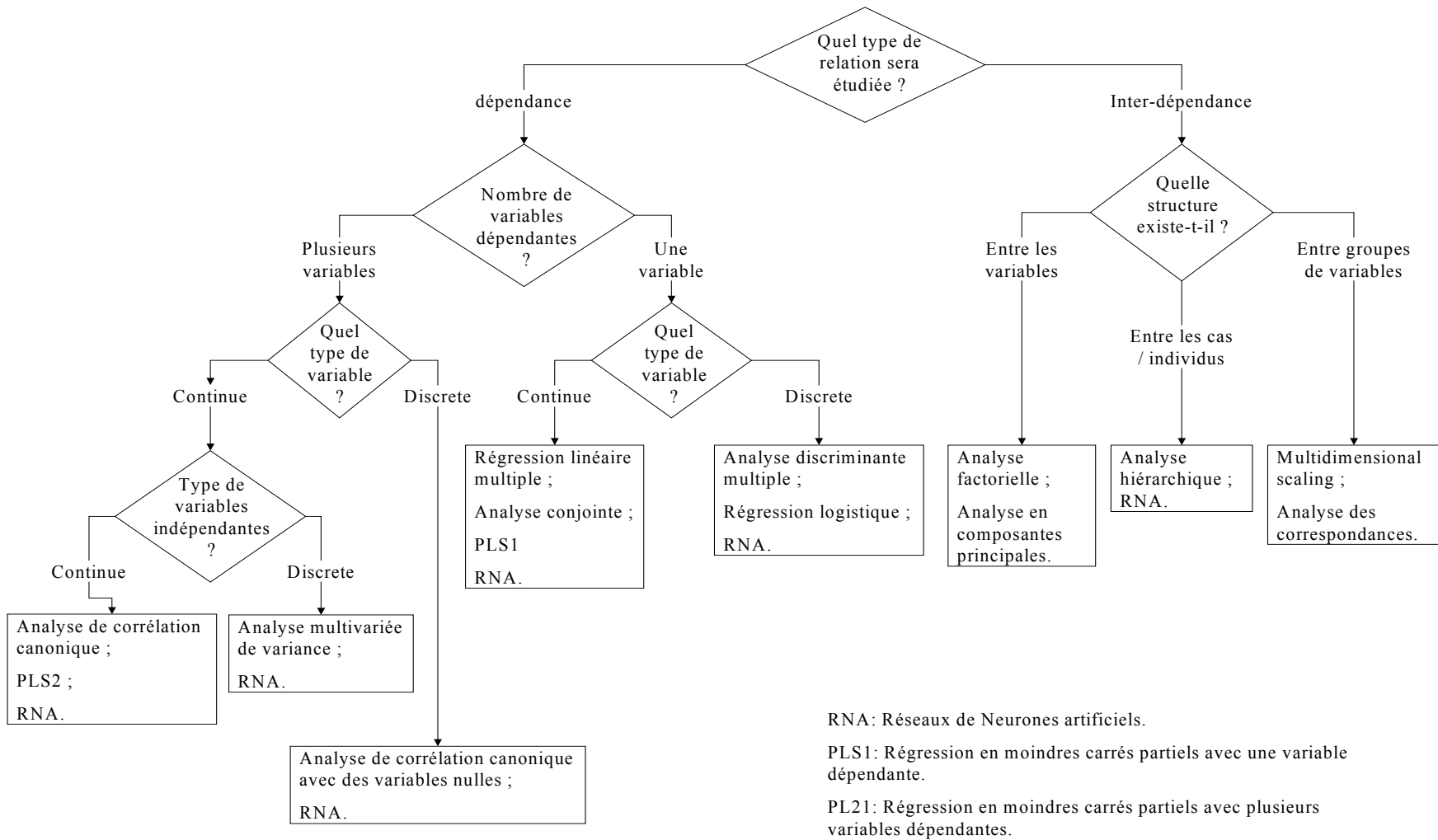
La figure 1.5 montre une taxonomie des analyses multivariées les plus couramment utilisées dans le domaine de ce qu'on appelle la « sensorimétrie » (sensometrics) ou la « chimiométrie » (chemometrics). La première question à répondre lorsqu'on désire utiliser une analyse statistique multivariée est : les variables à analyser peuvent-elles se regrouper en variables dépendantes et indépendantes ? La réponse à cette question permet de décider sur

l'utilisation des techniques de dépendance ou d'interdépendance. Dans le cas des analyses de dépendance, on essaie d'expliquer une ou plusieurs variables dépendantes à partir d'un ensemble de variables indépendantes. Le modèle typique appartenant à cette technique est la régression linéaire multiple. Par contre, dans une analyse d'interdépendance, la discrimination entre variables dépendantes et indépendantes n'est pas nécessaire. Ce type de techniques concerne plutôt l'analyse de toutes les variables simultanément et la recherche des rapports entre ces variables (en général, on tente de découvrir la « structure » de l'ensemble des variables). L'analyse en composantes principales est un exemple typique de technique d'interdépendance.

Les différentes techniques de dépendance peuvent être groupées à partir de deux caractéristiques : le nombre de variables dépendantes à analyser et leur type, soit continu (ou numérique, comme la masse, la hauteur, etc.) ou discret (qualitatif, comme le nombre d'attributs, les notes acceptable ou non-acceptable, léger, moyen, intense, etc.). En ce qui concerne le nombre de variables dépendantes, les techniques de dépendance peuvent être classées en des techniques utilisant une variable, plusieurs variables ou bien plusieurs relations entre les variables dépendantes et indépendantes. À leur tour, ces techniques peuvent être groupées selon le type de variables utilisées, en continues ou discrètes (figure 1.5).

On peut classer les techniques d'interdépendance selon que l'on recherche à connaître la structure de l'ensemble de variables, à grouper les individus pour faire ressortir une structure de variables ou à déterminer la structure d'objets caractérisés eux-mêmes par des variables, comme dans le cas de l'analyse en composantes principales, les analyses hiérarchiques et le « multidimensional scaling », respectivement.

On peut noter dans la figure 1.5 que les réseaux de neurones artificiels (RNA) constituent une technique d'analyse très flexible pour déterminer les rapports entre une ou plusieurs variables dépendantes et indépendantes. C'est-à-dire, elle peut très bien s'adapter à des données continues, discrètes, binaires, etc. Grâce à cette flexibilité on l'utilise de plus en plus dans le domaine de l'analyse de la saveur des aliments. La seule contrainte est le grand nombre de données nécessaires pour calibrer le modèle obtenu à partir d'un ou plusieurs neurones artificiels (Peppard, 1994).



**Figure 1.1.** Analyses multivariées utilisées dans la recherche sur la flaveur des aliments (Hair, *et al.* 1998 ; Aishima et Nakai, 1991).

## 1.6. Hypothèses et objectifs

À partir des études analysées dans cette revue bibliographique, nous pouvons conclure que la flaveur du jus d'orange serait de nature complexe. Elle se compose d'un groupe d'attributs interdépendants qui représentent l'expression verbale des réactions que l'ensemble de ses constituants exerce sur nos papilles gustatives. Parmi ces constituants, les composés volatils jouent un rôle fondamental dans la conformation de la flaveur de ce produit (on peut démontrer facilement leur importance en demandant à une personne de différencier, le nez bouché et les yeux fermés, un jus d'orange d'un jus de pomme). En général, la composition glucidique, l'acidité, la consistance, etc. sont comparables dans tous les jus de fruits. Dans le cas du JONFC, le contrôle de la qualité auquel il est soumis permet de maintenir une teneur relativement constante des composés non volatils importants. Par exemple, la maturité des oranges à la récolte est surveillée, donc les variations de la teneur en solides solubles, acides et sels minéraux serait relativement faible ; les procédés d'épuration du jus permettent le contrôle des particules en suspension, etc. Ainsi, les variations de la flaveur du JONFC dépendraient des fluctuations du nombre de constituants qui composent son profil de composés volatils et de leur concentration dans le jus et, de manière secondaire, des fluctuations dans sa composition non volatile.

### 1.6.1 Hypothèses

Notre étude part des hypothèses suivantes :

1. Malgré qu'il s'agisse d'un produit dont on a contrôlé rigoureusement la qualité de sa production, les variations de la flaveur du JONFC sont hautement significatives et manifestent une tendance saisonnière.
2. Les variations de l'intensité des attributs qui constituent la flaveur du JONFC s'expliquent essentiellement par les fluctuations de sa composition volatile et, en moindre mesure, par les variations de ses composantes non volatiles, comme l'acidité et la rhéologie.
3. Les attributs sensoriels du JONFC dépendent aussi des caractéristiques structurales de chaque composé volatil. En effet, la géométrie, la conformation électronique, le



volume et la flexibilité, entre autres caractéristiques de ce type de molécules, jouent un rôle essentiel dans les processus physiologiques se déroulant lors de la dégustation.

4. Il est possible de restaurer la saveur originale du JONFC par l'ajout de composés volatils impliqués dans l'arôme de ce produit.

### **1.6.2. Objectifs**

Cette thèse a pour objectif principal de caractériser et optimiser la saveur du JONFC afin de contribuer aux connaissances de base nécessaires à la maîtrise de cette propriété sensorielle du jus d'orange. Les objectifs spécifiques sont :

1. Caractériser la saveur du JONFC à l'aide de descripteurs sensoriels.
2. Évaluer les fluctuations de la saveur du JONFC à travers une saison de production.
3. Déterminer par une approche statistique multivariée, les relations entre la saveur du JONFC et sa composition chimique et physico-chimique, particulièrement son profil de composés volatils.
4. Analyser le lien entre certaines caractéristiques structurales des composés volatils et leur contribution à la saveur de ce type de jus d'orange.
5. Vérifier l'effet de la modification de la composition volatile d'un JONFC sur son profil sensoriel. Cette modification consiste en l'ajout des mélanges de composés volatils.

## **Chapitre 2**

### **Caractérisation sensorielle de la flaveur du jus d'orange non fait de concentré**

## 2.1. Résumé

Cette étude vise la caractérisation de la flaveur du jus d'orange non fait de concentré (JONFC) et l'évaluation de l'importance des fluctuations de cette propriété sensorielle à travers une saison de production. 55 échantillons de JONFC, collectés entre le 7 décembre 1988 et le 14 février 2000, ont subi une analyse sensorielle par un panel expert composé de 5 membres. Les résultats ont démontré que la flaveur du JONFC se caractérise par les attributs : « Fraîchement pressé », « Fruité », « Persistance Globale », « Huileux », « Équilibre Acide-Sucré », « Maturité », « Zesté » et « Texture ». Bien que l'ensemble des jus d'orange analysés avait une faible diversité, leur flaveur a montré des variations significatives. Ces jus se distinguent essentiellement par leurs attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité », groupés dans la variable synthétique sensorielle « Arôme ». En revanche, les variations concernant leurs attributs « Persistance Globale », « Huileux », « Équilibre Acide-Sucré », « Maturité » et « Texture » ne sont pas significatives. Ceci peut s'expliquer par le contrôle de la qualité qu'ils ont subi lors de la production industrielle. Par conséquent, la variable « Arôme » représente le meilleur indicateur des variations de la flaveur du JONFC. Les fluctuations des notes accordées à cette variable suggèrent un comportement périodique, caractérisé par des valeurs maximales au début de l'année et minimales entre les mois de juin et la mi-novembre.

## 2.2. Introduction

Le JONFC est un produit dont l'importance commerciale en Amérique du Nord augmente de manière constante. Depuis quelques années, il a surpassé le jus d'orange fait de concentrés et congelé qui était le jus de fruits le plus vendu au détail (Auger, 1997). Les consommateurs apprécient le JONFC essentiellement pour ses qualités sensorielles et pour ses propriétés nutritionnelles (Kats et Giese, 1998). Par conséquent, la moindre altération de la flaveur de ce produit aura certainement des répercussions sur sa commercialisation. La maîtrise de cette propriété sensorielle représente ainsi un défi majeur pour les producteurs de jus d'orange. Malgré les améliorations technologiques du processus de production du JONFC, notamment par l'élimination de l'étape de concentration, la flaveur de ce produit n'est pas à l'abri des variations. En effet, elle dépend aussi des caractéristiques de la matière première, du processus d'extraction du jus, spécialement de la pression exercée sur les oranges, des traitements

thermiques et des conditions d'entreposage du produit fini (Fellers, 1985 ; Carter et Barros, 1988).

La flaveur d'un aliment est une propriété subjective, associative et multidimensionnelle déterminée par plusieurs attributs sensoriels décrivant les sensations perçues par un dégustateur au niveau nasal (descripteurs de l'arôme), buccal (descripteurs de la saveur) et retro-nasal (descripteurs liés à l'arrière-goût) (Carpenter *et al.*, 2000 ; Sell, 2000). Son évaluation repose sur les résultats de l'analyse sensorielle réalisée par un panel expert. En outre, l'analyse sensorielle représente une source d'information essentielle qui, dans bien de cas, reflète les attentes et les tendances des consommateurs.

La flaveur du JONFC a été peu caractérisée dans la littérature. Les recherches publiées sur le sujet portent essentiellement sur des évaluations globales où un panel de dégustateurs composé par des consommateurs ou par des juges préalablement entraînés, exprime son acceptation ou degré de préférence pour un jus d'orange, ou bien, détecte des particularités, comme les arômes « oxydés » ou d'un jus « cuit ». Ces évaluations constituent généralement une partie des études visant à analyser les facteurs qui affectent la qualité de ce produit.

Fellers (1985) a caractérisé la flaveur des diverses variétés d'oranges et les fluctuations de cette propriété sensorielle en fonction notamment de leur maturité et de la période de récolte. Il a démontré que les oranges « Valencia » produisent le meilleur jus du point de vue gustatif, suivies des oranges « Navel », « Pineapple », « Hamlin » et « Parson-Brown » en ordre décroissant de la richesse de leur flaveur.

Dans une autre étude, Fellers (1980) a décrit les principaux problèmes que l'on peut rencontrer lors de l'évaluation sensorielle des produits dérivés des agrumes. Hormis l'évaluation des attributs qui décrivent le goût sucré et acidulé, il a suggéré que la caractérisation de la flaveur d'un jus d'agrumes doit aussi prendre en considération les propriétés sensorielles désagréables, à savoir : l'amertume excessive, le goût d'un jus « cuit » ou élaboré avec des fruits verts, excessivement mûrs, moisissus ou non frais, les arômes de carton, de diacetyl, de beurre et de l'huile de castor et l'excès ou l'insuffisance des huiles essentielles.

Durant une année, Fellers *et al.* (1986) ont évalué la qualité gustative du jus d'orange concentré et congelé à l'aide des dégustations effectuées par des consommateurs dans des centres commerciaux. Ils ont aussi quantifié les solides solubles, l'acidité et la couleur du produit. Dans cette étude, la flaveur du jus d'orange concentré et congelé a été caractérisée par cinq descripteurs : la « flaveur », qui était un attribut décrivant le degré d'acceptation du produit par le consommateur, la saveur sucrée, la saveur acidulée, l'amertume et la couleur. Ils ont démontré que les saveurs sucrée, acidulée et amère, ainsi que la viscosité et les sensations causées par la présence de la pulpe, des substances désagréables (off-flavors) et des huiles provenant du flavedo des oranges sont les critères les plus importants soulevés par les consommateurs durant l'évaluation. Ceci indique que la caractérisation de la flaveur implique un nombre supérieur d'attributs sensoriels que celui qui a été pris en considération préalablement. Ainsi, pendant l'évaluation sensorielle, le dégustateur doit exprimer ses commentaires et désigner ces attributs dans un questionnaire réservé à cet effet. Les mêmes auteurs ont trouvé aussi des corrélations positives entre les saveurs acide et amère et entre la « flaveur » et la saveur sucrée. Par contre, la corrélation entre l'amertume et la saveur sucrée était plutôt négative, indiquant que les consommateurs confondent l'amertume avec l'excès d'acidité ou l'insuffisance de la saveur sucrée.

Buettner et Schieberle (2001b) ont étudié la flaveur du jus d'orange dans un travail portant sur les différences entre la composition volatile des jus élaborés à partir d'oranges « Valencia » et « Navel ». Ils ont caractérisé la flaveur du jus d'orange par six attributs sensoriels : « sucré », « herbacé », « piquant », « fruité », « citronné » et « terpénique ». Ils ont trouvé aussi que les jus d'oranges « Valencia » sont plus « sucrés » et « fruités » et moins « terpéniques » que les jus d'oranges « Navel ».

Le but de ce chapitre est de caractériser la flaveur du JONFC à partir d'un ensemble d'attributs sensoriels et à évaluer les fluctuations de cette propriété sensorielle durant une saison de production. La contribution de chacun des attributs et leurs interrelations seront évaluées sur des échantillons de JONFC produits durant une période de 14 mois. Les attributs identifiés dans cette étude seront reliés aux variations des constituants du jus dans les chapitres subséquents.

## **2.3. Matériel et méthodes**

### **2.3.1. Matériel**

Cinquante-cinq échantillons de JONFC pasteurisés, préparés par 4 fournisseurs, ont été prélevés chez A. Lassonde, Inc. (Rougemont, QC. Canada) à partir de lots de jus provenant de la Floride (États Unis) entre le 7 décembre 1998 et le 14 février 2000. 11 lots de jus ont été préparés à partir des variétés d'orange hâtives (Early-Mid), 7 lots à partir d'oranges Valencia, 30 lots à partir d'un mélange d'oranges hâtives et Valencia et 7 lots ont été préparés avec des oranges Valencia qui avaient comme particularité le fait d'avoir été livré chez A. Lassonde immédiatement après pasteurisation, autrement dit, ils n'avaient jamais été entreposés.

Chaque lot de jus a été transporté dans des camions-citerne (à une température entre 1 et 2° C) et l'échantillonnage s'est effectué à raison d'un lot par semaine, pendant 14 mois. Pour les analyses sensorielles, 4.0 L de jus d'orange ont été prélevés de chaque camion-citerne, puis réfrigérés à une température de 2° C et analysés le premier et le troisième jour après réception.

### **2.3.2. Évaluation sensorielle du JONFC durant 14 mois**

#### **2.3.2.1. Processus de formation et d'entraînement du panel expert**

L'analyse sensorielle des jus d'orange a été effectuée par un panel expert. Un groupe de 11 candidats (10 femmes et un homme âgés de 25 à 39 ans) appartenant au personnel de laboratoire de A. Lassonde Inc. (Rougemont, QC. Canada) a suivi une formation et un entraînement spécialisé dans la dégustation de jus d'orange. Les processus d'entraînement et d'évaluation des candidats ont été détaillés dans l'annexe 1.

Pour constituer le panel expert, cinq panélistes (femmes âgées entre 25 et 35 ans) ont été sélectionnés parmi les 11 candidats. L'évaluation de la consistance de leurs réponses durant la période d'entraînement, ainsi que l'estimation de leur performance générale à travers les 14 mois, ont été réalisés à l'aide de l'APG (Arnold et Williams, 1986). Les résultats de cette évaluation ont été rapportés aussi dans l'annexe 1.

### **2.3.2.2. Analyse sensorielle pour la caractérisation de la saveur du JONFC**

La caractérisation de la saveur du JONFC a été réalisée suivant la méthodologie proposée par l'ADQ (Stone et Sidel, 1985, 1998). Elle a été détaillée dans l'annexe 1. Suite à cette analyse quantitative, une série d'attributs ont été retenus pour constituer l'ensemble de variables à mesurer durant l'analyse sensorielle des échantillons de JONFC. Durant cette analyse, chaque échantillon, identifié par un nombre au hasard, a été présenté aux panélistes de façon monadique à une température de 10° C et sous une lumière rouge. Le panel a analysé un échantillon chaque semaine, régulièrement en duplicata et pendant deux sessions (le matin et le soir de la journée de dégustation). Entre chaque dégustation, les panélistes ont consommé des biscuits non salés et se sont rincés la bouche avec de l'eau distillée.

### **2.3.2.3. Analyses statistiques**

Les analyses statistiques des résultats ont été réalisées à l'aide des logiciels SPSS V8.0 (SPSS Inc. Chicago IL.) et STATGRAPHICS Plus (Manugistics, Corp. Rockville, MD.). Dans le but de vérifier les relations entre les descripteurs évalués par le panel de dégustation, l'ensemble de données sensorielles a été analysé à l'aide d'une méthode statistique multivariée : l'Analyse Factorielle en Composantes Principales sous la modalité de rotation « Varimax » (AFCP-Varimax) (Hair *et al.*, 1998). Parallèlement, une analyse de la variance de chaque descripteur sensoriel nous a permis de déterminer si les variations des notes attribuées aux jus d'orange étudiés ont été significatives. Dans cette dernière analyse, les panélistes ont été considérés comme des répétitions. Afin de rendre normale la courbe de distribution des fréquences des attributs sensoriels, des transformations mathématiques ont été prévues pour chacun d'entre eux.

Les facteurs obtenus à partir de cette analyse, ont été considérés significatifs si leur valeur propre était supérieure à 1.0. Suivant les recommandations de Hair *et al.* (1998), une sélection de variables a été réalisée préalablement à l'AFCP. Cette sélection a été basée sur la mesure de la qualité de l'échantillonnage ou « Measure of Sampling Adequacy » (MSA). Cet indice, dont la valeur oscille entre 0.0 et 1.0, permet de déterminer si une variable est significative pour faire partie de l'AFCP : une valeur inférieure à 0.5 indique que cette variable a un degré de corrélation faible avec l'ensemble de variables étudiées.

## 2.4. Résultats et discussion

### 2.4.1. Caractérisation de la saveur du JONFC

L'ADQ réalisée par le panel expert a révélé que la saveur du JONFC se caractérise par huit attributs sensoriels, à savoir : « Fraîchement pressé », « Fruité », « Persistance globale », « Huileux », « Zesté / Pelure », « Équilibre acide-sucré », « Maturité » et « Texture » (Tableau 2.1). Chacun de ces attributs a été coté avec une échelle de 11 points. Pour les cinq premiers attributs, l'échelle était munie de deux bornes extrêmes : 0 (médiocre) et 10 (excellente). Pour les trois derniers attributs, une troisième borne représentant la note optimale a été ajoutée au milieu de l'échelle (valeur égale à 5). Cette note optimale représentait l'équilibre entre le goût acide et sucré pour l'attribut « Équilibre », entre le goût d'une orange verte et mûre pour l'attribut « Maturité » et entre une texture aqueuse et trop épaisse pour l'attribut « Texture ». En outre, 12 descripteurs ont été retenus pour identifier la présence des défauts au niveau sensoriel dans le JONFC (Tableau 2.2).

La Figure 2.1 montre les résultats de l'évaluation sensorielle des 55 échantillons JONFC analysés. Dans cette figure, on peut observer le degré de variation de chaque attribut sensoriel à travers la période d'étude (14 mois). Le taux de variation des notes accordées aux attributs « Équilibre », « Texture » et « Maturité » par le panel expert a été le plus faible. De plus, ces notes ont varié autour de la valeur optimale, qui était de 5.0. Ceci situe la majorité des jus dans une qualité excellente par rapport à ces 3 attributs. En effet, les notes moyennes obtenues ont été de 4.8 pour l'attribut « Équilibre », de 5.2 pour l'attribut « Texture » et de 5.0 pour l'attribut « Maturité ».

Pour les attributs « Persistance Globale », « Fruité » et « Fraîchement pressé » les notes moyennes obtenues ont été de 6.0, 6.8 et 7.2, respectivement. Aucun échantillon n'a obtenu une note moyenne supérieure à 9.0. Selon ces attributs, la qualité gustative des JONFC se situe entre une qualité intermédiaire (correspondant aux notes autour de 5.0) et bonne (correspondant aux notes supérieures à 8.0). Dans le cas des attributs « Zesté » et « Huileux », la note maximale obtenue est inférieure à la note optimale de 5.0, soit 2.9 et 2.2, respectivement.



D'une manière générale, les jus analysés n'ont pas présenté de défauts sensoriels particuliers ; les notes accordées aux 12 descripteurs identifiant des mauvais goûts ont été, dans la majorité des échantillons, égales à 0. Cependant, dans le cas de 13 jus, l'un des cinq panélistes a perçu selon le cas, les défauts suivants : goût de plastique, d'un jus artificiel ou de pamplemousse ou bien des notes chimiques, oxydés ou citronnés.

Dans la figure 2.1, on peut observer que les notes accordées aux jus Valencia « off-line », en ce qui concerne les attributs « Persistance globale », « Fruité » et « Fraîchement pressé », ont été, dans la grande majorité des cas, les plus élevées. L'absence d'une période d'entreposage après pasteurisation ainsi que la variété d'oranges avec lesquelles ces jus ont été élaborés expliquerait ce résultat.

#### **2.4.2. Relation entre les attributs sensoriels caractérisant la flaveur du JONFC**

La valeur de la MSA obtenue pour chacune des variables sensorielles, à l'exception des variables « Zesté » et « Texture » a été supérieure à 0.5, ce qui indique qu'elles sont appropriées pour faire partie de l'AFCP-Varimax. Quant aux variables « Zesté » et « Texture », elles ont été exclues de cette analyse ; les variations de la première variable n'étant pas corrélées à aucune autre variable et celles de la deuxième étant extrêmement faibles.

Le Tableau 2.3 montre les résultats de l'AFCP-Varimax réalisée sur 55 échantillons de JONFC. Selon cette analyse, les trois premiers facteurs, d'un total de 6, ont été significatifs car ils ont obtenu des valeurs propres supérieures à 1.0. De plus, ils englobent la plupart de la variance des échantillons analysés, soit 82.4 %. Ce tableau montre aussi le pourcentage de la variance totale expliquée par chaque facteur (par exemple, le facteur 1 représente 36.9% de la variance totale des jus d'orange analysés) ; le pourcentage de la variance de chaque attribut expliquée par les trois facteurs significatifs (par exemple, 88.1% de la variabilité de l'attribut « Fruité » s'explique par les trois facteurs significatifs) et le degré de corrélation entre ces attributs et chaque facteur. Ce dernier paramètre est illustré dans la Figure 2.3. La corrélation du facteur 1 avec les attributs sensoriels « Fraîchement pressé » et « Fruité » étant supérieure à

0.90, indique que ce facteur explique la plupart de leur variabilité. De plus, une fraction de la variance des attributs « Persistance Globale » et « Équilibre » s'explique aussi par ce facteur. Le Tableau 2.3 montre que le facteur 2 a des corrélations élevées avec les descripteurs « Persistance Globale » et « Huileux » et contient 23.3 % de la variance des jus d'orange. Le facteur 3, est hautement corrélé avec les descripteurs « Équilibre » et « Maturité » et explique 22.2% de la variance totale des JONFC.

Ces trois facteurs peuvent donc être interprétés comme les trois phases de la perception de la flaveur suggérées par Carpenter *et al.* (2000). Le facteur 1 exprime « l'Arôme », car il représente une synthèse de deux propriétés liées au parfum du jus d'orange : les attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité ». Le facteur 2 représente « l'Arrière-Goût ». Il explique la majorité de la variance des attributs « Huileux » et « Persistance globale ». Le facteur 3 peut être interprété comme « la Saveur » du jus d'orange, car il exprime la majorité de la variance des descripteurs « Équilibre » et « Maturité ». Il représente le rapport acide/sucré et la sensation du degré de maturité des oranges avec lesquelles les jus ont été élaborés.

Ainsi, l'AFCP-Varimax a révélé que les propriétés sensorielles d'un échantillon déterminé peuvent se résumer en trois nouvelles variables synthétiques sensorielles : « Arôme », représenté par la valeur moyenne des notes attribuées aux descripteurs « Fraîchement pressé » et « Fruité », « Arrière-Goût », représenté par la valeur moyenne des notes attribuées aux descripteurs « Huileux » et « Persistance globale » et « Saveur », exprimée par la valeur moyenne des notes attribuées aux descripteurs « Équilibre » et « Maturité » (Figure 2.2).

Dans la figure 2.2b on peut observer le positionnement de l'ensemble de jus d'orange dans l'espace tridimensionnel qui constituent les trois facteurs. Par exemple, la section où l'on obtient les notes les plus élevées de l'« Arôme » a été occupé par les jus Valencia « off-line » et par quelques jus provenant des variétés hâtives. Exceptée cette section de l'espace tridimensionnel, les jus provenant d'un mélange de variétés occupent de manière homogène tout l'espace. Par contre, les jus d'orange Valencia occupent plutôt la région centrale, ce qui dénote sa qualité moyenne en ce qui concerne l'« Arôme », la « Saveur » et l'« Arrière-goût ».

L'Analyse de Variance (ANDEVA), résumée dans le Tableau 2.4, montre qu'il n'y a pas de différences significatives d'un jus à l'autre en ce qui concerne les attributs « Persistance Globale », « Équilibre », « Huileux » et « Maturité » ( $p > 0.05$ ). Seule les variables « Fraîchement pressé » et « Fruité » permettent de différencier les JONFC au niveau sensoriel. De la même manière, l'ANDEVA des trois nouvelles variables synthétiques a montré qu'il n'y a pas de différences significatives en ce qui concerne les variables « Arrière-Goût » et « Saveur » ( $p > 0.05$ ). Ceci était prévisible étant donnée la non-signifiante des attributs représentés. En d'autres termes, dans les limites imposées par les caractéristiques des JONFC, la persistance globale de l'arôme d'orange après dégustation, bien que faible, a été relativement constante. Les jus ont présenté des notes optimales en ce qui concerne l'équilibre acide-sucré et la perception du degré de maturité de la matière première utilisée dans leur élaboration. De plus, le goût de l'huile provenant du flavedo des oranges est relativement constant et inférieur à la valeur optimale. Ces résultats s'expliquent essentiellement par l'origine commerciale des échantillons analysés qui proviendraient d'entreprises productrices de jus d'orange régies par des normes similaires de contrôle de qualité. Donc, la maturité des oranges, leur acidité et leur pourcentage de solides solubles totaux, ainsi que l'huile du flavedo ont été soigneusement contrôlés et maintenus dans les limites spécifiées par la législation. Ainsi, les jus d'orange analysées se distinguent au niveau sensoriel uniquement par les variations de leurs attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité », groupés dans la variable synthétique sensorielle « Arôme ». Seule cette nouvelle variable sensorielle a été considérée comme variable indépendante lors de l'étude sur la relation entre les données sensorielles et les composés volatils et non-volatils (voir Chapitre 3).

### **2.4.3. Évolution de la variable synthétique sensorielle « Arôme » en fonction du temps et de l'origine variétale des JONFC**

La Figure 2.3 montre les variations de la variable « Arôme » des échantillons de JONFC collectés sur une période d'environ 14 mois. Les points, dans cette figure, représentent les valeurs de cette variable synthétique sensorielle obtenues lors de l'AFPC-Varimax, tandis que la ligne continue représente la tendance de l'ensemble des valeurs. D'une manière générale, au début de l'année, entre la mi-janvier et la mi-avril, les jus ont obtenu les valeurs les plus élevées pour la variable « Arôme » ; ces valeurs étant supérieures à 7.5 indiquent que les jus

sont de bonne qualité. Durant cette période, seule des JONFC provenant des oranges hâtives ou Valencia ont été analysés. Après cette période, on observe une diminution de cette note jusqu'à son plus bas niveau. Cette période est caractéristique des mélanges de jus provenant d'oranges hâtives et Valencia. Au début de l'année suivante, on observe une tendance similaire à partir du mois de janvier. Cependant, il est à noter que celle-ci a été la période où les jus Valencia « off-line » ont été analysés. Ces résultats suggèrent un comportement périodique, caractérisé par des valeurs maximales au début de l'année et minimales entre les mois de juin et la mi-novembre. À ce sujet, Fellers (1985), se basant sur plusieurs études menées en Floride (États Unis) concernant la qualité organoleptique des agrumes, a rapporté que les variations de la flaveur du jus d'orange sont hautement significatives d'une année à l'autre. De plus, elles dépendent des conditions climatiques des régions productrices des oranges. D'une manière générale, tout au long d'une saison de production, les meilleurs jus au niveau sensoriel sont produits durant le premier semestre de l'année, coïncidant avec la récolte des oranges « Valencia ». Ces observations concordent avec les résultats obtenus dans notre étude.

Les jus non mélangés, ainsi que les jus non entreposés, ont obtenu les meilleures notes de l'« Arôme ». Ceci s'expliquerait par le fait que les jus mélangés proviennent des variétés d'oranges qui n'ont pas la même période de récolte. Ceci oblige le producteur à entreposer des lots de jus de qualité moyenne parfois pendant des longues périodes, en attendant l'arrivée des oranges tardives. De ce fait, la tendance observée dans la Figure 2.3 représente les variations saisonnières du jus à son arrivée à l'unité d'emballage.

## **2.5. Conclusion**

Les échantillons de JONFC analysés durant une période de 14 mois, constituaient un ensemble de jus d'orange à faible diversité en ce qui concerne leurs attributs « Persistance Globale », « Huileux », « Équilibre Acide-Sucré », « Maturité » et « Texture », c'est-à-dire, leur « Arrière-goût » et leur « Saveur ». Cela s'expliquerait par le contrôle de la qualité qu'ils ont subi lors de la production industrielle. Cependant, ils ont exhibé des variations significatives au niveau de leurs attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité », c'est-à-dire, de leur « Arôme ». Par conséquent, la variable « Arôme », qui regroupe les attributs « Fraîchement

pressé » et « Fruité », représente le meilleur indicateur des variations de la flaveur du JONFC. Les fluctuations saisonnières des notes accordées à cette variable synthétique sensorielle suggèrent un comportement périodique, caractérisé par des valeurs maximales au début de l'année (jusqu'à la mi-avril) et minimales entre les mois de juin et la mi-novembre. L'origine de ces variations serait les diverses variétés utilisées dans l'élaboration du JONFC, ainsi que les variations de la période d'entreposage du jus pasteurisé.

**Tableau 2.1.** Attributs sensoriels caractérisant la saveur du JONFC.

<b>Qualité</b>	<b>Définition</b>	<b>Produit de Référence</b>
<b>Équilibre sucre-acide</b>	Équilibre entre la sensation de sucré et d'acidulé.	Jus avec du fructose et de l'acide citrique.
<b>Fraîchement pressé</b>	Goût optimal, sans arrière-goût ; qui se rapproche le plus du jus d'oranges fraîches ; chair d'orange.	Jus fraîchement pressé.
<b>Fruité</b>	Goût d'orange.	Jus fraîchement pressé.
<b>Persistance globale</b>	Durée de la saveur d'orange après dégustation.	1600 ppm d'essence naturelle de jus d'orange dans un jus.
<b>Zesté</b>	Goût du flavedo, vert et un peu amer.	Jus enrichi d'huile du flavedo d'orange verte <sup>1</sup> .
<b>Huileux</b>	Goût du flavedo, différent de zesté, persistant et brûlant, tapissant la langue.	Jus enrichi d'huile essentielle d'orange.
<b>Maturité</b>	Goût des oranges mûres.	Jus d'oranges très mûres.
<b>Texture</b>	Consistance, impression en bouche.	Jus riche en pulpe.

<sup>1</sup>. 100g de flavedo d'orange ont été broyés et mélangés avec 1 litre de jus d'orange. Le produit a été filtré et entreposé pendant 24 heures sous réfrigération.

**Tableau 2.1.** Attributs caractérisant les défauts sensoriels de la saveur du JONFC.

<b>Défaut sensoriel</b>	<b>Définition</b>	<b>Produit de Référence</b>
<b>Citron – lime</b>	Goût spécifique du fruit.	Jus de citron.
<b>Mandarine</b>	Goût spécifique du fruit.	Jus de mandarine.
<b>Pamplemousse</b>	Goût spécifique du fruit.	Jus de pamplemousse.

<b>Artificiel</b>	Qui a un goût de boisson à l'orange ; « Tang ».	Poudre pour préparer une boisson à l'orange.
<b>Carton</b>	Goût spécifique de carton apporté par le contenant.	5 g de carton broyé mélangé avec 100 ml de jus d'orange.
<b>Chimique</b>	Qui est étranger à un jus d'orange (détergent, savon, solvant).	3 gouttes d'oxonia <sup>1</sup> dans 100 ml de jus d'orange.
<b>Chauffé</b>	Qui a subi un traitement thermique.	Jus cuit.
<b>Conserve/métal</b>	Goût spécifique de métal apporté par le contenant.	Sulfate ferreux (0.005 g/l) et jus emballé en cannette.
<b>Fermenté</b>	Qui est effervescent par contamination microbienne (sûre, moisi, terre).	Jus d'orange légèrement fermenté.
<b>Laminé</b>	Goût spécifique de plastique et de carton apporté par le contenant.	Jus emballé dans un contenant en carton laminé.
<b>Médicament</b>	Qui rappelle l'odeur des hôpitaux et des pharmacies ; vitamines.	1.2 g de thiamine par litre de jus d'orange.
<b>Oxydé</b>	Goût des huiles d'orange dégradée par contact avec l'oxygène ; jus vieilli.	Jus vieilli d'un an.

<sup>1</sup>. Mélange de peroxyde d'hydrogène et acide *para*-acétique.

**Tableau 2.1.** Résultats de l'AFCP-Varimax des variables sensorielles caractérisant la saveur du JONFC.

<i>Attribut sensoriel</i>	<i>Facteur 1</i>		<i>Facteur 2</i>		<i>Facteur 3</i>		<i>Variance totale expliquée</i>
	<i>Corr.<sup>1</sup></i>	<i>Variance<sup>2</sup></i>	<i>Corr.</i>	<i>Variance</i>	<i>Corr.</i>	<i>Variance</i>	
Équilibre	0.4183	17.5	0.0035	0.0	0.7658	58.6	76.1
Frais pressé	0.9152	83.8	0.0361	0.1	-0.0468	0.2	84.1
Fruité	0.9331	87.1	0.0464	0.2	0.0920	0.9	88.1
Huileux	-0.1501	2.3	0.9100	82.8	0.1394	1.9	87.0
Maturité	-0.2369	5.6	0.1082	1.2	0.8445	71.3	78.1
Persistance	0.5030	25.3	0.7462	55.7	-0.0481	0.2	81.2
Valeur propre <sup>3</sup>	2.2147		1.3999		1.3320		4.9466
Variance	36.9		23.3		22.2		

Variance			
Cumulative	36.9 %	60.2 %	82.4 %

<sup>1</sup>. Corr.: Corrélation.

<sup>2</sup>. Fraction de la variance expliqué par un facteur (%).

<sup>3</sup>. Valeur propre, « eigenvalue » ou somme des carrés.

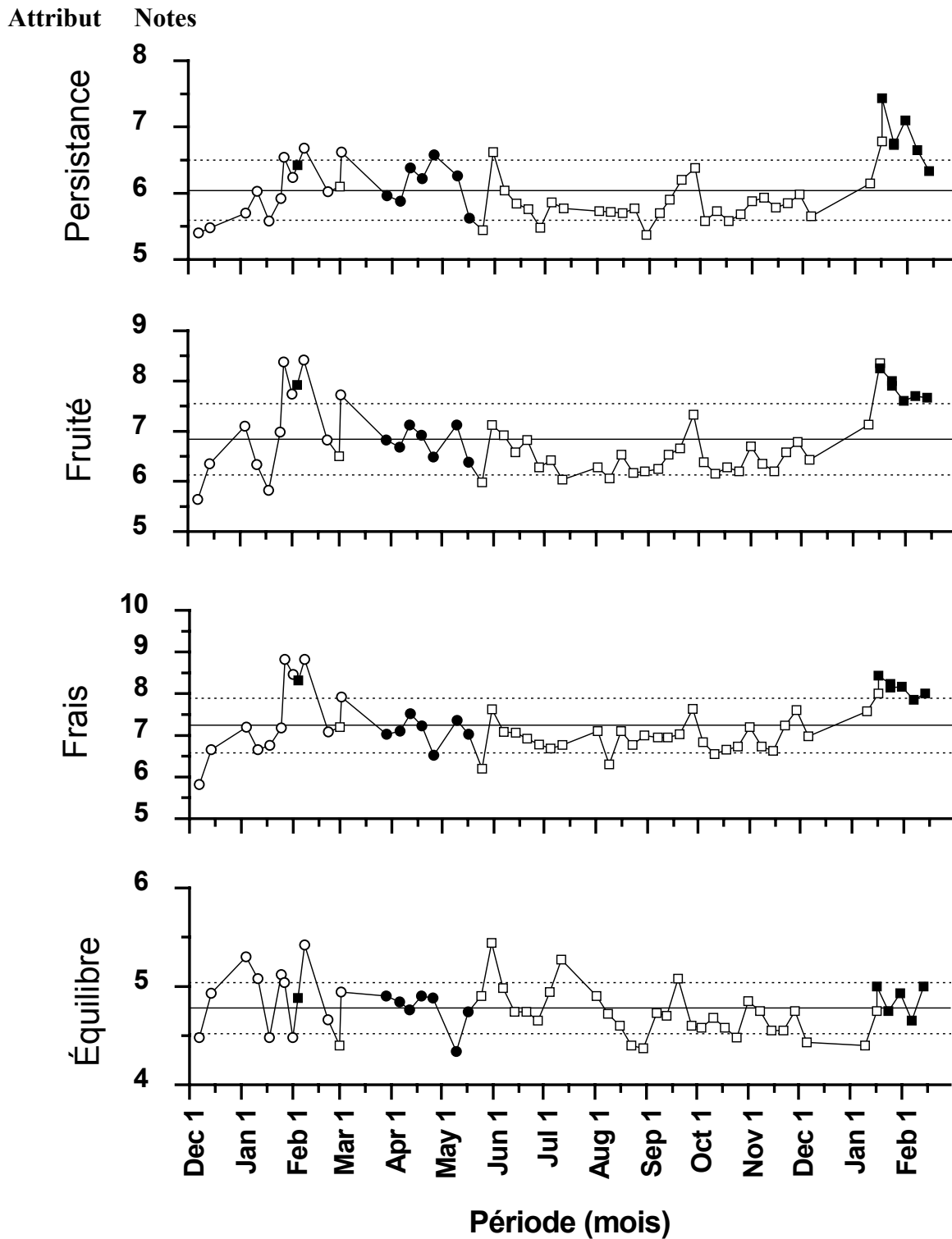
**Tableau 2.2.** Analyse de variance des variables sensorielles caractérisant la saveur du JONFC.

<i>Attribut sensoriel</i>	<i>Somme des carrés</i>		<i>Carré moyen</i>		<i>F-Ratio</i>	<i>Valeur-p</i>
	<i>Entre jus</i>	<i>Erreur</i>	<i>Entre jus</i>	<i>Erreur</i>		
100/(Équilibre) *	277.60	725.99	5.14	3.97	1.30	0.1062
Fraîchement pressé	97.69	83.53	1.81	0.46	3.96	0.0000
Fruité	110.66	97.04	2.05	0.53	3.86	0.0000
(Huileux) <sup>1/2</sup> *	4.35	37.06	0.08	0.20	0.40	0.9999
Maturité	26.37	85.51	0.49	0.47	1.05	0.4046
Persistance globale	47.59	154.31	0.88	0.84	1.05	0.4045
Arôme	649.44	536.37	12.03	2.93	4.10	0.0000
Arrière-goût	73.93	418.91	1.37	2.29	0.60	0.9857
Saveur	113.42	318.69	2.10	1.74	1.21	0.1821

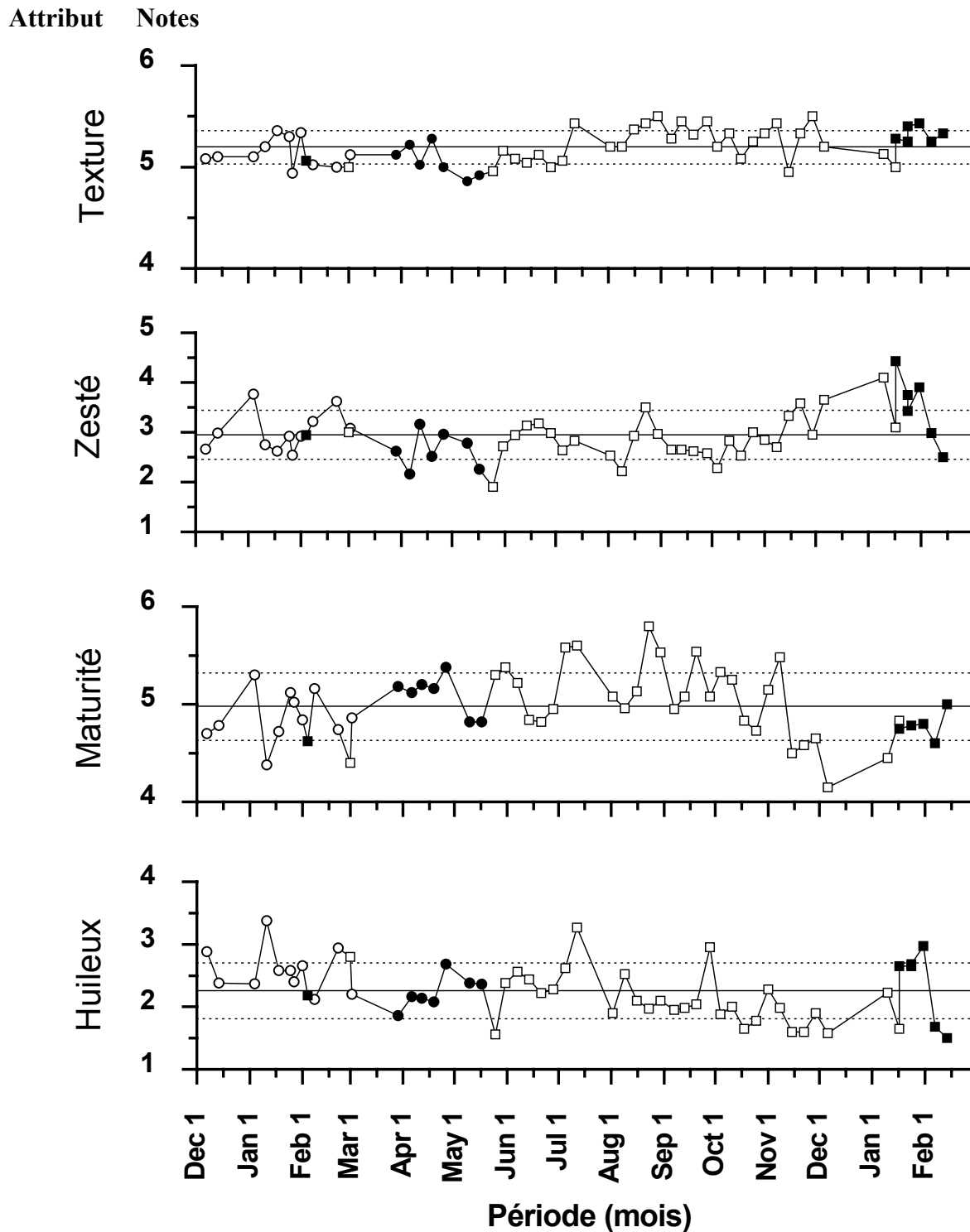


Note: Pour chaque variable : 54 degrés de liberté pour la source de variation « Entre jus » et 183 pour l'erreur expérimentale.

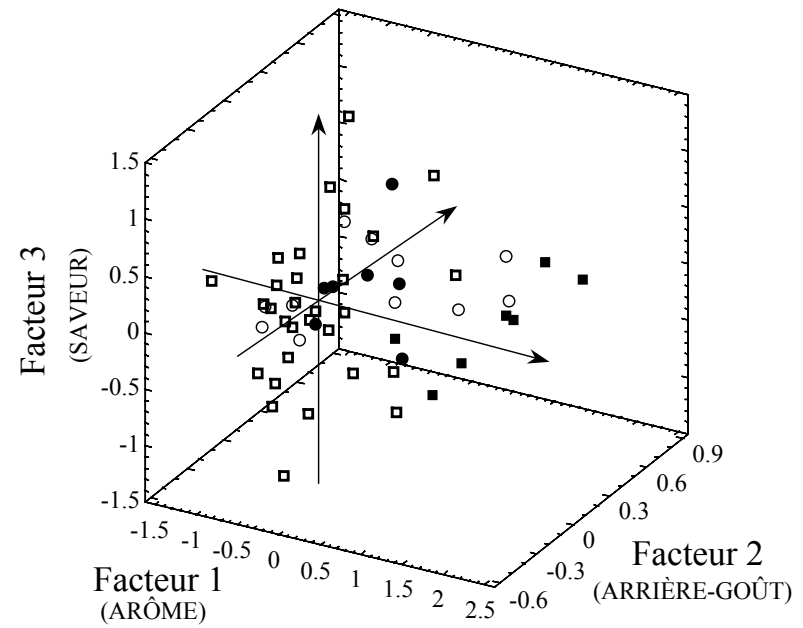
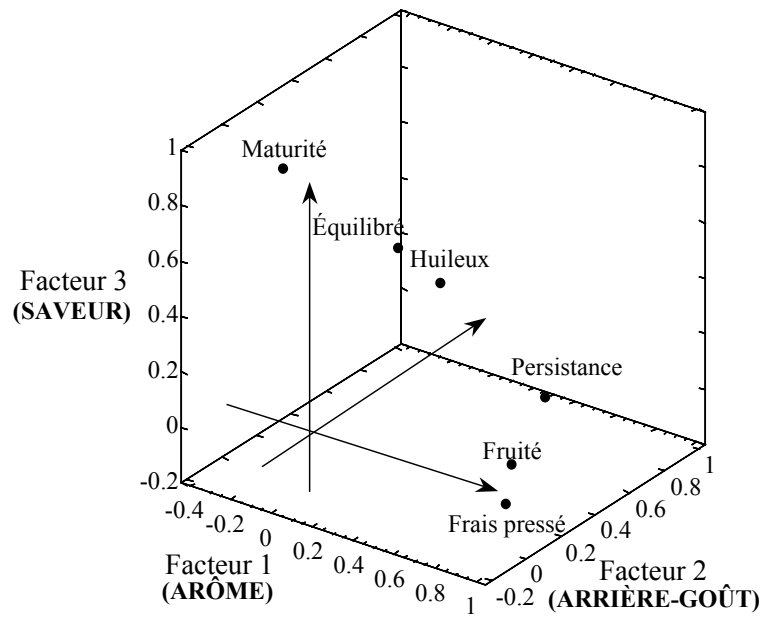
\* Variables transformées, dans le but de normaliser leur distribution de fréquences.



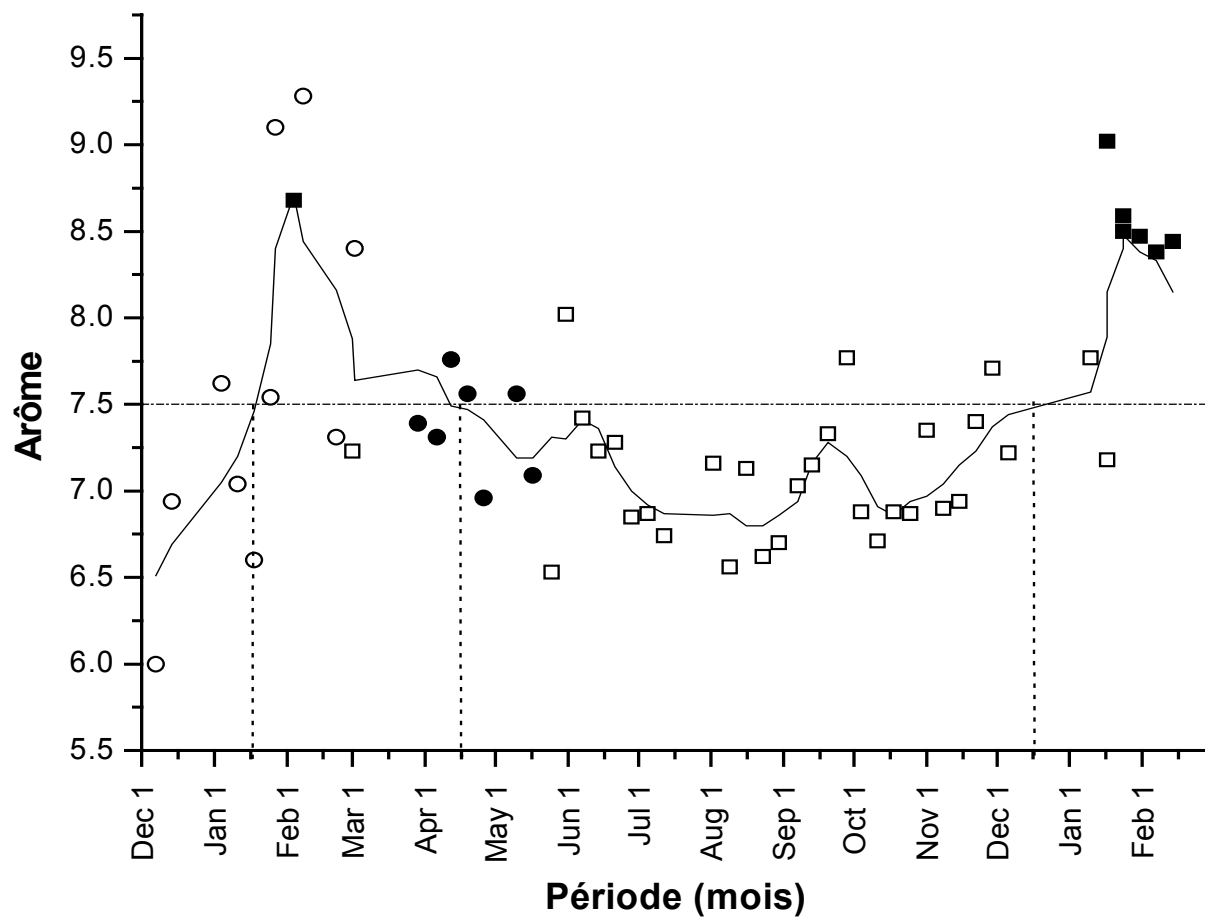
**Figure 2.1.** Résultats de l'évaluation sensorielle du JONFC réalisée durant la période du 7 décembre 1998 au 14 février 2000 (notes moyennes des 5 panélistes experts). Les lignes horizontales représentent la note moyenne de la période d'étude (ligne continue) et son écart type (ligne discontinue). Variétés : ○ : Hâtives, □ : Hâtives-Valencia, ● : Valencia, ■ : Valencia « Offline ».



**Figure 2.1. (suite).** Résultats de l'évaluation sensorielle du JONFC réalisée durant la période du 7 décembre 1998 au 14 février 2000 (notes moyennes des 5 panélistes experts). Les lignes horizontales représentent la note moyenne de la période d'étude (ligne continue) et son écart type (lignes discontinues). Variétés : ○ : Hâtives, □ : Hâtives-Valencia, ● : Valencia, ■ : Valencia « Offline ».



**Figure 2.2.** Matrice des corrélations entre les attributs sensoriels caractérisant le JONFC et les facteurs issus de l'AFCP-Varimax  
 Variétés : ○ : Hâtives, □ : Hâtives-Valencia, ● : Valencia, ■ : Valencia « Offline ».



**Figure 2.3.** Tendence de la variation de la variable synthétique sensorielle « Arôme » à travers le temps (période du 7 décembre 1998 au 14 février 2000). Variétés : ○ : Hâtives, □ : Hâtives-Valencia, ● : Valencia, ■ : Valencia « Offline », — : Tendence.

## **Chapitre 3**

**Relation entre les composés volatils et les paramètres physico-chimiques et la flaveur du jus d'orange non fait de concentré**

### 3.1. Résumé

La relation entre la flaveur et le profil des composés volatils du jus d'orange non fait de concentrés (JONFC) a été étudiée à l'aide d'une approche multivariée. Pour ce faire, 55 échantillons de ce produit commercial, collectés à travers une année, ont subi une analyse sensorielle (Chapitre 2) ainsi que la détermination de leur composition en constituants volatils. Les résultats ont démontré que les JONFC se distinguent par leur « Arôme » et par les variations de la teneur en 28 composés volatils identifiés dans ces jus. Selon le modèle obtenu par régression en composantes principales, deux groupes de composés volatils expliquent majoritairement les fluctuations de l'« Arôme ». Le premier groupe, constitué par le sabinène, l'éthyl butyrate, le 3-hydroxyéthyl hexanoate, l'hexanal, le carvone, le 3-hexen-1-ol, le 1-hexanol et le 2-pentanone est relié positivement à cette variable sensorielle, tandis que le deuxième groupe, composé par le limonène, le  $\gamma$ -terpinène, le terpinen-4-ol, le  $\beta$ -cubénone, le linalool et l' $\alpha$ -terpinéol y est corrélé négativement. Ces résultats suggèrent qu'il existe un lien entre le classement des composés volatils en fonction de l'« Arôme » et leur structure chimique. La majorité des composés du premier groupe sont des molécules aliphatiques constituées au maximum de 7 groupements alkyl et d'un groupement fonctionnel aldéhyde, cétone, ester ou alcool. Ils exhibent une odeur florale, fruitée ou herbacée. Les composés du deuxième groupe sont des terpènes dépourvus de groupement fonctionnel ou ayant un groupement hydroxylé. Leur odeur est « oxydée » ou ressemble à celle des oranges excessivement mûres. Le reste des composés englobe des sesquiterpènes, des terpènes dépourvus de groupement fonctionnel ou des aldéhydes aliphatiques contenant plus de 7 groupements alkyl. Leur odeur tend vers les nuances boisées, épicées ou grasses.

### 3.2. Introduction

Dans le Chapitre 2 nous avons démontré que la flaveur du JONFC se caractérisait par plusieurs attributs dont le « Fraîchement pressé » et « Fruité ». Nous avons aussi observé qu'à l'entrée des unités d'emballage, les fluctuations de la flaveur du JONFC seraient de nature saisonnière et variétale. En effet, les analyses sensorielles effectuées par le biais du panel expert ont révélé que les notes les plus élevées pour les attributs « Fraîchement pressé » et

« Fruité » de ce jus d'orange sont obtenues dans la période de janvier au mois d'avril, concordant avec la récolte des oranges « Valencia », et les notes les plus faibles durant le reste de l'année.

Plusieurs études ont suggéré que la flaveur du jus d'orange serait liée à sa composition volatile (Shaw, 1986 ; Nisperos-Carriedo et Shaw, 1990b ; Moshonas et Shaw, 1994 ; 1995). Jusqu'à présent, plus de 200 composés volatils ont été identifiés dans des jus d'orange fraîchement pressés. Parmi eux, au moins 42 ont une capacité odorante très élevée reflétée par un rapport concentration/seuil de détection sensorielle supérieur à 1.0. Dans cet ensemble de composés, on trouve entre autres l'ethyl butyrate, le (Z)-hex-3-enal, l'ethyl-3-hydroxy hexanoate et le decanal (Hinterholzer et Schieberle, 1998).

Le seuil de détection, ainsi que l'odeur sont des propriétés sensorielles fortement influencées par les caractéristiques structurales de chaque composé volatil. La géométrie (forme, taille, chiralité, etc.), la conformation électronique (polarité, etc.) et la flexibilité (rotation et vibration) de ce type de molécules jouent un rôle essentiel dans le processus physiologique de l'olfaction. En fait, la structure des composés volatils est à l'origine des interactions entre ce type de molécules et les cellules primaires sensorielles de l'épithélium olfactif (*Regio olfactoria*) (Ohloff, 1994).

Dans le processus de perception sensorielle des composés volatils, la chiralité joue probablement un rôle essentiel parmi les caractéristiques structurales de ce type de constituants. En effet, on sait depuis longtemps que les stéréo-isomères optiquement actifs (énantiomères) d'un composé volatil peuvent avoir des qualités sensorielles distinctes les uns par rapport aux autres (Boelens *et al.*, 1993). D'ailleurs, on suppose que les récepteurs olfactifs sont optiquement actifs dans des sites spécifiques et peuvent interagir physiquement ou chimiquement avec des composés qui sont aussi optiquement actifs (Pickenhagen, 1989). L'exemple le plus illustratif de ce phénomène est le cas des énantiomères du carvone et du menthol. Dans le cas du carvone, tandis que le *R*-(+)-énantiomère produit une odeur mentholée, le *S*-(-)-énantiomère exhibe une odeur de carvi est son seuil de détection est trois fois plus élevé que le premier (Boelens *et al.*, 1993).



En général, dans le cas du jus d'orange, la chiralité n'est possiblement pas un facteur explicatif des rapports entre ses composés volatils et ses propriétés sensorielles. En effet, les composés ayant des énantiomères naturels se trouvent dans l'huile du jus d'orange à des concentrations fortement déséquilibrées. Ainsi, le (1R,5R)-(+)-sabinene, le (4R)-(+)-limonène, le (3S)-(+)-linalool, le (4S)-(+)-terpinen-4-ol, le (4R)-(+)- $\alpha$ -terpineol, le (1R,5R)-(+)- $\alpha$ -pinene et le (+)-nootkatone se trouvent dans l'huile essentielle d'orange en excès énantiomérique supérieur à 90%. Par conséquent, l'odeur exhibée par ces composés est pratiquement celui d'un composé pur. Généralement leurs énantiomères exhibent des odeurs moins intenses ou ont un seuil de détection significativement supérieure (Boelens *et al.*, 1978 ; Boelens *et al.*, 1993 ; Olhoff, 1994 ; Mosandl, 1995 ; Mondello *et al.*, 1998).

Les études sur la relation entre les caractéristiques structurales et les propriétés sensorielles des composés volatils ont été menées sous diverses approches et méthodologies. Chastrette *et al.* (1996) ont déterminé les relations entre la structure et l'activité de 99 alcools aliphatiques dans le but de prédire, à l'aide de la méthode des réseaux de neurones artificiels, leur seuil de détection sensorielle, ainsi que le type d'odeur qu'ils dégagent. Leurs résultats montrent que le modèle obtenu à partir de cette approche, permet de prédire avec une précision supérieure à 70% l'odeur fruitée ou camphrée des alcools aliphatiques, ainsi que leur seuil de détection sensoriel. Cependant, cette précision est proportionnelle au nombre d'alcools utilisés pour construire le modèle de réseaux de neurones artificiels.

De Mello-Castanho *et al.* (2000) ont utilisé l'approche multivariée proposée par l'analyse en composantes principales pour mettre en relation les paramètres structuraux de 27 esters aliphatiques avec l'odeur fruitée qu'ils libèrent. Ils ont trouvé que, parmi les caractéristiques structurales des esters, la configuration géométrique des atomes de carbone appartenant au groupement carbonyle et des atomes d'oxygène du groupement ester a une corrélation hautement significative avec l'odeur fruitée que ces composés volatils produisent.

Buchbauer *et al.* (2000) ont utilisé la méthode de régression linéaire multiple pour prédire l'odeur de piment de 46 pyrazines à partir de certains descripteurs reliés à leur structure moléculaire. Dans ce cas, l'encombrement sphérique des pyrazines, particulièrement leur configuration électrostatique, joue un rôle essentiel dans leurs propriétés odorantes.

La plupart des études visant à caractériser la flaveur du jus d'orange se sont orientées soit vers l'identification et la quantification des composés volatils de divers types de jus, soit vers l'analyse de la contribution de certains constituants individuels à cette propriété sensorielle. Dans ce dernier cas, l'impact des composés volatils a été vérifié à partir de la détermination de leur seuil de détection sensorielle dans l'eau et/ou dans l'air, ou bien à partir de l'ajustement des solutions modèles, simulant le jus d'orange, avec des composés volatils particuliers. Shaw *et al.* (1993, 1994 et 1995) ont identifié et quantifié environ 25 composés volatils dans divers jus d'orange commerciaux. À partir de leur composition volatile et à l'aide d'une analyse statistique multivariée, ils ont classé ces jus suivant leur méthode de fabrication industrielle. Tonder *et al.* (1998) ont analysé l'importance individuelle de certains composés volatils du jus d'orange fraîchement pressé et du jus d'orange concentré et congelé à partir de la détermination de leur capacité odorante. D'après leurs résultats, le limonène, l'octanal, le nonanal, l' $\alpha$ -pinène, le  $\beta$ -myrcène, l'éthyl butyrate et l'hexanal seraient les composés les plus importants dans le jus d'orange fraîchement pressé.

La détermination de la capacité odorante des composés volatils pris individuellement n'est pas suffisante pour décrire la flaveur du jus, car le seuil de détection sensorielle est un paramètre très imprécis (Audouin *et al.*, 2001). De plus, la flaveur est le résultat de la concentration et des caractéristiques physico-chimiques et structurales d'un ensemble de composés constituant le profil de composés volatils du jus d'orange. Dans ce profil, chaque composé est interdépendant et entretient des interactions avec les autres en modifiant, par exemple, leur volatilité et donc leur capacité odorante (Noble, 1996 ; Leland, 1997).

Hormis les composés volatils, d'autres constituants non volatils et les propriétés physico-chimiques du JONFC peuvent influencer aussi sa flaveur. Bien que la saveur du jus d'orange soit régie essentiellement par la teneur en solides solubles et par l'acidité du produit, ces deux constituants ont aussi une influence importante sur la perception des composés volatils par le dégustateur (Ahmed *et al.*, 1978b ; Dubois *et al.*, 1995).

La consistance et la texture sont deux paramètres subjectifs qui décrivent les sensations causées par l'écoulement du jus d'orange à travers la cavité buccale et la gorge. Par exemple, un jus d'orange trop « liquide » ou trop « épais » n'est pas agréable à consommer. Ces

sensations sont grandement influencées par les propriétés rhéologiques du jus d'orange. Mizrahi et Berk (1970), Vitali et Rao, (1984a ; b) et Telis-Romero *et al.* (1999) ont étudié ces propriétés dans le jus d'orange concentré et ont obtenu des équations décrivant son comportement à l'écoulement. D'ailleurs, le comportement rhéologique non newtonien du JONFC est tributaire de sa teneur en fibres, pectines et, en général, de ses solides en suspension (Mizrahi et Berk, 1970 ; Vitali et Rao, 1984b). En outre, les propriétés rhéologiques influencent la diffusivité des composés volatils et donc leur perception par un dégustateur (Dubois *et al.*, 1995), au même titre que les solides solubles et l'acidité.

L'huile provenant du flavedo des oranges est le milieu où sont solubilisés une grande quantité de composés volatils. Elle est généralement la cause d'un enrichissement de la saveur du JONFC et d'une certaine amertume désirable (Shaw, 1990). De plus, l'importance des acides aminés libres dans la saveur du JONFC n'est pas à négliger. Selon Rouseff et Nagy (1987), le nombre de formol, qui est un indice de la teneur en acides aminés libres, est lié au degré d'acceptation du jus d'orange par le consommateur.

Le but de cette étude est de déterminer par une approche multivariée, les relations entre la saveur du JONFC et son profil de composés volatils ainsi que l'influence de certaines propriétés physico-chimiques sur cette propriété sensorielle. Plus spécifiquement, nos objectifs sont d'évaluer, à travers une année, les fluctuations de la composition volatile et les propriétés physico-chimiques du JONFC ; de mettre en relation ces paramètres avec les variations de certains attributs sensoriels, notamment l'« Arôme » et d'étudier le lien entre certaines caractéristiques structurales des composés volatils dosés et cette propriété sensorielle.

### **3.3. Matériel et méthodes**

#### **3.3.1. Matériel**

Les échantillons utilisés dans cette étude sont les mêmes jus qui ont été évalués dans le Chapitre 2. Pour les analyses sensorielles, 4.0 L de jus d'orange ont été prélevés de chaque camion-citerne, puis réfrigérés à une température de 2° C et analysés le premier et le troisième jour après réception.

Les étalons et les solvants utilisés dans cette étude ont été achetés chez « Sigma-Aldrich » (Oakville, Ontario, Canada).

### 3.3.2. Méthodes analytiques

#### 3.3.2.1 Analyse des composés volatils

L'extraction des composés volatils des échantillons de jus d'orange a été effectuée selon la méthode proposée par Marcotte *et al.* (1998). Dans un flacon de 20 ml, muni d'un bouchon en Téflon, 10 ml de jus d'orange et 0.1 ml d'une solution aqueuse d'un étalon interne (0.5 µL de cyclohexanone/ml) ont été ajoutés. Le mélange a été agité vigoureusement pendant 30 s. Immédiatement après, 3.5 g de NaCl et 1.0 ml de diethyl-ether pur ont été ajoutés. Le flacon, hermétiquement fermé, a été agité mécaniquement à l'aide d'un Vortex pendant 7 min, puis, centrifugé à 650 g pendant 6 min. Une aliquote de 250 µL de surnageant a été transférée dans un vial pourvu d'une enceinte de réduction de 300 µL de volume. Le vial a été fermé immédiatement et gardé à une température de  $-18^{\circ}\text{C}$  à l'abri de la lumière pour une période maximale de 12 heures. L'extraction a été réalisée en triplicata.

La séparation et l'identification des composés volatils ont été réalisées à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse (Hewlett Packard, modèle 5890A), couplé à un spectromètre de masse (Hewlett Packard, modèle 5970). La colonne utilisée était de type RTX-5, de 30 m x 0.25 mm x 0.25 µm (Restek, Corp. Bellefonte, PA, USA). La température a été programmée comme suit : température initiale à  $10^{\circ}\text{C}$ , pendant 2 min ; une rampe de  $10$  à  $90^{\circ}\text{C}$  à  $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , puis un plateau à  $90^{\circ}\text{C}$  durant 2 min ; une autre rampe de  $90$  à  $120^{\circ}\text{C}$  à  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , puis un plateau à  $120^{\circ}\text{C}$  durant 1 min ; enfin, une dernière rampe de  $120$  à  $210^{\circ}\text{C}$  à  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , puis un plateau à  $210^{\circ}\text{C}$  durant 9 min. La phase mobile était de l'hélium pur à un débit de 1.5 ml/min. La température de l'injecteur et du détecteur a été maintenue à  $250^{\circ}\text{C}$ . Une aliquote de 2.0 µL d'extrait à l'éther a été injectée en mode « splitless ». Le délai du solvant pour le spectromètre de masse a été de 4 min et les spectres de masse ont été de  $m/z = 30$  jusqu'à  $m/z = 340$  à une vitesse de 4 spectres/s.

L'identification des pics des chromatogrammes a été réalisée à partir de leur spectre de masse et, dans la plupart de cas, à partir de la comparaison avec le temps de rétention et le spectre de

masse des étalons correspondants. Le spectre de masse d'un pic chromatographique a été comparé avec les spectres de plusieurs composés purs qui constituent la bibliothèque de données du spectromètre de masse. Pour chaque pic, le degré de similarité avec le spectre d'un composé pur connu était supérieur à 90%.

### **3.3.2.2. Analyse des propriétés physico-chimiques du JONFC**

Les 55 échantillons de JONFC ont été analysés pour leur acidité et pH, les solides solubles totaux (par réfractométrie), la teneur en huile du flavedo par la méthode de Scott (McAllister, 1980 ; Lindsay, 1993), le nombre de formol (Hendrix et Redd, 1995) et les propriétés Rhéologiques (Mizrahi et Berk, 1970).

Le nombre de formol a été déterminé comme suit : d'abord, les acides contenus dans 25 ml de jus d'orange ont été neutralisés avec du NaOH 0.25N (pH égal à 8.1) ; ensuite, 10 ml de formaline (formaldéhyde 35% porté à un pH de 8.1 avec du NaOH 0.25N) ont été ajoutés au jus neutralisé ; enfin l'acidité produite par la formaline a été titrée avec du NaOH 0.25 N jusqu'au pH égal à 8.1. Le résultat a été exprimé en millilitres de NaOH 0.1N nécessaires pour neutraliser 100 ml de jus d'orange acidifié à la formaline. Ce résultat est le nombre de formol du jus d'orange (Martin, 1979).

Les propriétés rhéologiques ont été mesurées à l'aide d'un rhéomètre modèle Ares 100 FRT « Control Strain » à déformation imposée (Rheometric Scientific. Piscataway, NJ), muni d'un système de cylindres concentriques ayant un écart rayon 1 - rayon 2 égale à 1.0 mm. Les propriétés rhéologiques de chaque échantillon de JONFC ont été mesurées à 10 °C et à une vitesse de cisaillement entre  $10^{-1}$  et  $10^3$  s<sup>-1</sup>. Les données obtenues lors de l'analyse d'un échantillon consistent en la contrainte de cisaillement ( $\tau$ ), mesurée en Pa et la viscosité, mesurée en Pa\*s, aux différentes vitesses de cisaillement (s<sup>-1</sup>). Avec ces données, les courbes d'écoulement ont été construites et leur ajustement à trois modèles décrivant le comportement rhéologique des jus de fruits a été vérifié, à savoir : le modèle exponentiel, celui de Casson et celui de Mizrahi et Berk (voir section 1.4 du chapitre 1). L'ajustement des courbes aux modèles rhéologiques a été effectué par la méthode des moindres carrés, à l'aide du logiciel d'analyse qui accompagne le rhéomètre. Suite au processus d'ajustement, nous avons obtenu

les coefficients du meilleur modèle (dont la valeur  $R^2$  a été la plus élevée) afin de comparer le comportement rhéologique des différents échantillons.

### **3.3.2.3. Analyse sensorielle**

L'analyse sensorielle des échantillons de JONFC a été effectuée par un panel expert ayant suivi un entraînement préalable pour la dégustation de jus d'orange. Les résultats de cette analyse ont été rapportés dans le Chapitre 2.

### **3.3.2.4. Analyses statistiques**

Les analyses statistiques des résultats ont été réalisées à l'aide des logiciels SPSS V8.0 (SPSS Inc. Chicago IL) et STATGRAPHICS Plus (Manugistics, Corp. Rockvile, MD).

Pour obtenir le modèle de prédiction de l'« Arôme » du JONFC, les 55 échantillons ont été divisés en deux groupes : 48 échantillons, choisis au hasard, ont constitué le groupe destiné au calibrage d'un modèle statistique prédictif de cette variable sensorielle (variable dépendante) et les 7 échantillons restants ont été utilisés pour valider le modèle retenu.

Le modèle prédictif a été obtenu par une analyse de régression en composantes principales (ARCP) des profils de composés volatils des 48 échantillons de calibrage. L'ARCP se réalise en 2 étapes. La première consiste en une analyse en composantes principales du tableau de données constitué en lignes par les 48 échantillons et en colonnes par la teneur en chaque composé volatil. Les composantes principales issues de cette analyse représentent de combinaisons linéaires des variables d'origine (c'est-à-dire, des composés volatiles). La deuxième étape consiste à réaliser une analyse de régression linéaire multiple où les variables indépendantes sont les composantes principales et la variable dépendante est l'« Arôme » (Martens et Næs, 1989). Les composantes principales obtenues à partir de cette analyse ont été considérées significatives si leur valeur propre était supérieure à 1.0. Suivant les recommandations de Hair *et al.* (1998), une sélection des variables indépendantes (les composés volatils) a été réalisée préalablement à l'ARCP. Cette sélection a été basée sur la mesure de la qualité de l'échantillonnage (Measure of Sampling Adequacy, MSA). Cet indice, dont la valeur oscille entre 0.0 et 1.0, permet de déterminer si une variable est significative

pour faire partie de l'ARCP. Une valeur inférieure à 0.5 indique que cette variable a un degré de corrélation faible avec l'ensemble de variables étudiées.

Dans le but de comparer les résultats obtenus avec le modèle prédictif, les relations entre les composés volatils et la variable sensorielle « Arôme » ont été aussi déterminées à l'aide d'une analyse hiérarchique effectuée par la méthode de Ward (Hair *et al.*, 1998). Dans cette analyse, les rapports entre deux variables sont évalués en termes des distances euclidiennes qui les séparent. Les dimensions de l'espace où l'on mesure ces distances sont engendrées par l'ensemble d'échantillons faisant partie de l'analyse. Deux variables dont la distance est la plus courte dans cet espace multidimensionnel, forment un groupe positivement corrélé. Une longue distance entre deux groupes de variables indique une corrélation négative entre eux.

## 3.4. Résultats

### 3.4.1. Composition volatile des JONFC

L'analyse par chromatographie gazeuse des extraits à l'éther des jus d'orange, a permis d'identifier 29 composés volatils (Figure 3.1). Le Tableau 3.1 montre les concentrations moyennes obtenues dans les 55 échantillons, rassemblés par groupe de variétés d'orange. La teneur totale en composés volatils a été de 206 mg/l pour les jus « Valencia » et « Early-mid », et de 203 mg/l pour les jus « Off-line ». Les composés dont la concentration a été la plus élevée parmi les trois types de jus d'orange ont été, en ordre décroissant de leur importance : le limonène, le valencene, le  $\beta$ -myrcene, le 3-hydroxy-ethyl hexanoate, le linalool et l' $\alpha$ -pinene. Toutefois, le composé majoritaire a été le limonène, il représente 77.6, 73.0 et 75.8% de la composition volatile des jus « Early-mid », « Off-line » et « Valencia », respectivement. Le deuxième composé le plus abondant a été le valencene. Il comporte de 7 à 9% de la concentration totale de composés volatils dans le JONFC. Les 4 derniers composés appartenant à ce groupe constituent 8.2, 9.6 et 8.9% du profil de volatils des jus « Early-mid », « Off-line » et « Valencia », respectivement.

Les 6 composés volatils les plus abondants constituent un groupe qui représente 92 à 93% de la teneur totale en composés volatils dans le JONFC. Parmi eux, le limonène, le  $\beta$ -myrcene, le

linalool et l' $\alpha$ -pinène sont des composés liposolubles. Ils proviennent de l'huile du flavedo des oranges qui a été incorporé dans le jus lors de son extraction industrielle. Les concentrations de ces composés volatils se trouvent dans l'intervalle rapporté dans des études antérieures concernant le JONFC (Shaw *et al.* 1999 ; Moshonas et Shaw, 1994 ; Nisperos-Carriedo et Shaw, 1990a).

Le valencène (liposoluble) et le 3-hydroxy-éthyl hexanoate (hydrosoluble) proviennent de l'huile et de la phase aqueuse du jus. Le procédé d'extraction n'a possiblement pas une grande influence sur la teneur en ces composés volatils (Moshonas et Shaw, 1994). Par contre, et particulièrement dans le cas du valencène, la variété des oranges a une influence significative sur la concentration de ces composés dans le jus (Maccarone *et al.*, 1998). Les concentrations du valencène et du 3-hydroxy-éthyl hexanoate obtenues dans cette étude représentent 8.6, 12.0 et 9.0% de la composition volatile totale des jus « Early-Mid », « Off-Line » et « Valencia », respectivement. Ces concentrations se trouvent dans les intervalles qui ont été rapportés par Shaw *et al.* (1993, 1995).

La concentration moyenne de la majorité des 23 composés volatils minoritaires identifiés dans cette étude est comparable à celle qui a été rapportée dans d'autres travaux (Farnworth *et al.*, 2001 ; Moshonas et Shaw, 1994). Ces composés constituent entre 7 et 8% de la concentration totale de composés volatils dans le JONFC. La plupart d'entre eux, comme les aldéhydes (octanal, nonanal, decanal et perillaldéhyde) sont liposolubles et dérivent de l'huile du flavedo des oranges ou des lipides cellulaires solubilisés dans le jus (Nisperos-Carriedo et Shaw, 1990a,b). Cependant, quelques composés comme l'hexanal, l'éthyl butyrate, le 3-hexen-1-ol et le 1-hexanol sont légèrement ou complètement hydrosolubles et proviennent surtout de la phase aqueuse du jus d'orange.

### **3.4.2. Propriétés physico-chimiques du JONFC**

Le Tableau 3.2 montre les résultats des caractéristiques physico-chimiques et des substances non volatiles du JONFC. Les échantillons analysés avaient en moyenne une acidité de 0.7%, 12.0 °Brix, un pH de 3.8 et le pourcentage d'huile provenant du flavedo des oranges était égal à 0.029 %. De plus, le nombre de formol dans ces échantillons était d'environ 22.4 et le rapport degrés Brix / Acidité était en moyenne 18.2.



Le modèle qui s'ajuste le mieux aux propriétés rhéologiques du JONFC est celui de Mizrahi et Berk (Mizrahi, 1979), représenté par l'équation 1.

$$\tau^{1/2} = K_{0M} + K_M \gamma^m \quad (1)$$

Dans ce modèle, les coefficients  $K_M$  et  $K_{0M}$  ont une corrélation supérieure à 0.98, et les coefficients  $K_M$  et  $m$  ont une corrélation négative égale à - 0.95. Le coefficient  $K_M$  est un indice de la viscosité du JONFC. Étant donné qu'il a une corrélation très élevée avec  $K_{0M}$  et  $m$ , il a été comparé aux mesures de la flaveur des échantillons de JONFC.

Une analyse en composantes principales réalisée avec les paramètres physico-chimiques du Tableau 3.2 ainsi que les variables « Arôme », « Saveur » et « Arrière-goût » (à l'exception des coefficients  $K_{0M}$  et  $m$ ), a produit 3 composantes principales ayant une valeur propre supérieure à 1.0. Ces composantes expliquent 63.6% de la variance des 55 échantillons en relation aux variables analysées. La Figure 3.2 montre le degré de corrélation entre les deux premières composantes principales et ces variables. D'une part, on constate que l'acidité, les degrés Brix et le nombre de Formol sont positivement liés à la variable sensorielle « Saveur » ( $R^2$  égal à 27.0%, 36.9% et 30.0%, respectivement). D'autre part, le pourcentage d'huile et l'indice de la viscosité (exprimé par le coefficient  $K_M$ ) sont reliés à l'« Arôme » ( $R^2$  égal à 28.7%, 33.1%, respectivement) et à l'« Arrière-goût » du JONFC ( $R^2$  égal à 27.1%, 30.3%, respectivement). En général ces rapports s'expriment par des corrélations significatives, mais relativement faibles.

### 3.4.3. Modèle prédictif de la variable sensorielle « Arôme »

La variable «Arôme», obtenue à partir de l'analyse sensorielle rapportée dans le Chapitre 2, a une corrélation linéaire significative avec plusieurs composés volatils ; de manière positive, avec l'hexanal (0.70), l'ethyl butyrate (0.75), le 3-hydroxyethyl hexanoate (0.73), le carvone (0.69) et le sabinene (0.81) et, de manière négative, avec le terpinen-4-ol (-0.55), le linalool (-0.57), l' $\alpha$ -terpineol (-0.52), le  $\gamma$ -terpinene (-0.36) et le  $\beta$ -cubebene (-0.28).

Les composés volatils dont la valeur MSA a été inférieure à 0.5 sont le 1-octanol (0.23) et le 1-hexanol (0.44). Le 1-octanol a un seuil de détection sensorielle entre 0.1 et 0.4 ppm (Ahmed

*et al.*, 1978a). Comme ce seuil est proche de l'intervalle des concentrations trouvées dans cette étude, il s'agit d'un composé à faible capacité odorante dans le JONFC. L'ARCP a été réalisée avec 28 composés volatils ; une fois que le 1-octanol a été rejeté, la nouvelle valeur de la MSA pour chacun d'entre eux, y compris le 1-hexanol, a été supérieure à 0.5. Dans le Tableau 3.3a on peut observer que 5 composantes principales ont eu des valeurs propres supérieures à 1.0, ce qui explique 84.2% de la variance des composés volatils et 78.5% de la variable « Arôme » dans l'analyse de régression. Parmi ces composantes principales, seule les trois premières ont été significatives.

Le Tableau 3.3a montre les coefficients du modèle de régression des composantes principales. La validation de ce modèle de avec 7 échantillons indépendants du groupe de calibrage, a produit une série de valeurs calculées de la variable « Arôme » hautement corrélées avec les valeurs mesurées. L'analyse de régression de ces deux séries de valeurs indique un coefficient de corrélation ( $R^2$ ) égal à 0.97 et une erreur type égale à 0.1198, démontrant ainsi l'adéquation et la haute capacité prédictive de ce modèle (Tableau 3.3b).

La Figure 3.3 montre le degré de corrélation obtenu à partir de l'ARCP, entre les trois composantes principales significatives et l'ensemble de variables constitué par les composés volatils et la variable « Arôme ». On constate que la composante principale 2 permet de mieux expliquer les variations de cette variable sensorielle en fonction des fluctuations de la concentration de chaque composé volatil. En effet, cette composante principale génère une relation opposée entre deux groupes de variables : le premier est constitué par les composés positivement corrélés avec l'« Arôme », à savoir : 2-pentanone, hexanal, ethyl butyrate, 3-hexen-1-ol, 3-hydroxyethyl hexanoate, carvone, sabinene et 1-hexanol. La majorité de ces composés volatils ont un temps de rétention faible dans la colonne chromatographique (entre 5 et 16 min) (Figure 3.1). Le deuxième groupe renferme les composés corrélés positivement avec la composante principale 2 et négativement corrélés avec l'« Arôme », soit le limonène, le linalool, le terpinen-4-ol, l' $\alpha$ -terpineol, le  $\gamma$ -terpinene et le  $\beta$ -cubebene. Ces composés ont un temps de rétention intermédiaire (entre 17 et 22 min) (Figure 3.1). Par conséquent, une augmentation de la concentration de chaque composé volatil constituant le premier groupe et/ou une réduction de la concentration des composés qui forment le deuxième groupe, aura comme conséquence une élévation de la note de l'« Arôme ».

Le reste des composés volatils constitue un groupe caractérisé par des faibles corrélations avec la composante principale 2 et par des corrélations élevées avec la composante principale 1. La majorité de ces composés ont un temps de rétention élevé dans la colonne chromatographique (> 22 min). D'une manière générale, une augmentation de la valeur de la composante principale 1 indique une élévation plus ou moins importante de l'« Arôme ». Ce groupe pourrait constituer la flaveur de base ou « Background » du JONFC. En effet, quelques composés, comme le nootkatone ou le valencene ont tendance à varier de la même manière que l'« Arôme », c'est-à-dire que l'augmentation de la teneur en ces composés volatils se traduirait par une augmentation de la note de l'« Arôme ». Par contre, des composés, tels que l' $\alpha$ -pinene et le  $\beta$ -myrcene ont une variation relativement opposée à cette variable sensorielle.

L'analyse hiérarchique, résumée dans la Figure 3.4, montre que les composés volatils et l'« Arôme » constituent 4 clusters ou groupes homogènes. Le premier et le quatrième cluster reproduisent les rapports générés par la composante principale 2, ce qui confirme les résultats de l'ARCP, la distance euclidienne entre ces deux clusters étant la plus longue. En outre, le premier cluster est constitué par les composés volatils qui varient de la même manière que l'« Arôme ». D'après ces résultats, une élévation de la teneur des composés du premier cluster se traduit par une augmentation de la note sensorielle « Arôme », tandis que l'augmentation de la teneur des composés du quatrième cluster diminue la note de cette variable sensorielle. Quant aux clusters 2 et 3, ils regroupent les composés qui produisent la flaveur de base du JONFC ; le cluster 2 renferme les composés volatils légèrement corrélés de manière positive avec l'« Arôme », tandis que le cluster 3 contient les composés négativement liés à cette variable sensorielle.

### 3.5. Discussion

La relation entre l'« Arôme » et les 29 composés volatils, mise en évidence dans les Figures 2 et 3, peut être expliquée à partir des caractéristiques intrinsèques à chacune de ces variables : l'une subjective (sensorielle), les autres objectives (instrumentales). En effet, l'« Arôme », est une variable synthétique sensorielle constituée par les attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité ». Ces attributs sont eux mêmes des variables composites qui résultent possiblement d'une combinaison de composés volatils à caractère « floral », « fruité », « herbacé », « vert », « citronné » et, éventuellement, « boisé » et « balsamique » (Abe *et al.*, 1990). Concernant les

composés volatils, leur concentration dans le jus et leurs caractéristiques structurales sont à l'origine de la qualité et de l'intensité de l'odeur qu'ils dégagent. La concentration est liée à leur intensité et capacité odorante, tandis que les caractéristiques structurales de ces composés déterminent l'odeur qu'ils exhibent, ainsi que certaines propriétés physico-chimiques comme l'hydrophobicité, le coefficient de partage et le seuil de détection sensorielle (Boelens et Van Gemert, 1986).

Les composés volatils appartenant aux clusters 1, positivement corrélé avec l'« Arôme », et 4, négativement corrélé avec cette variable sensorielle, se caractérisent par leur structure aliphatique ou en anneau terpénique pourvue d'un groupement fonctionnel (Tableaux 3.3 et 3.4). En effet, les composés appartenant au cluster 1 sont généralement des molécules aliphatiques constituées au maximum de 6 groupements alkyl et d'un groupement fonctionnel ester, cétone, aldéhyde ou alcool (Tableau 3.4), tandis que les composés appartenant au cluster 4 sont principalement des terpènes dépourvus de groupement fonctionnel ou ayant un groupement hydroxylé (Tableau 3.5). D'une manière générale, la présence d'une fraction oxygénée est possiblement la cause des diverses qualités odorantes exhibées par ces molécules, donc de leur proximité ou éloignement de la variable « Arôme » (Laska, 2002).

Les composés volatils rassemblés dans les clusters 1 et 4 exhibent des odeurs fruitées, florales, herbacées, vertes et citronnées en fonction de leur groupement fonctionnel. En effet, la qualité odorante des cétones et des esters se distingue nettement de celle des alcools et des aldéhydes (Laska *et al.*, 2000). Les molécules ayant un groupement fonctionnel cétone ou ester exhibent une odeur fruitée et florale, tandis que celles ayant un groupement hydroxylé dégagent une odeur « verte », « d'herbe fraîche », « de végétaux verts » ou, dans certains cas, « fruitée » (Ohloff, 1994). Le *cis*-3-hexen-1-ol, par exemple, est le composé volatil typique de l'odeur d'un gazon fraîchement taillé (Rossiter, 1996a). L'odeur du 1-hexanol a été rapportée comme herbacée et fruitée (Chastrette, *et al.*, 1996). Néanmoins, il exhibe aussi une odeur grasse ou résineuse, vraisemblablement due à sa similitude avec l'hexane ou le *trans*-hexène (Rossiter, 1996a).

La qualité et l'intensité de l'odeur des composés appartenant au cluster 1 dépendent aussi des caractéristiques de leur chaîne aliphatique. Dans le cas des aldéhydes, l'augmentation du nombre de groupements alkyl entraîne un changement significatif de leur odeur. Les composés

ayant moins de 7 groupements alkyl, comme l'hexanal, exhibent une odeur « herbacée » ou « verte », tandis que dans le cas contraire, ils dégagent une odeur « grasse » ou franchement « savonneuse » (Schieberle et Buettner, 2001). Ceci expliquerait l'appartenance de l'hexanal au cluster 1 et celle de l'octanal, du nonanal et du decanal au cluster 3. Dans le cas des esters et cétones, l'intensité de l'odeur fruitée ou florale dégagée par ce type de composés volatils diminue avec l'augmentation de leur masse molaire (Boelens et Van Gemert, 1986). Ainsi, l'ethyl butyrate a une capacité odorante très élevée, bien supérieure à celle du 3-hydroxy ethyl hexanoate (Hinterholzer et Schieberle, 1998 ; Buettner et Schieberle, 2001b). Le 2-pentanone a aussi une capacité odorante élevée, supérieure à celle du carvone (Tonder *et al.*, 1998). Au niveau qualitatif, ces deux cétones sont aussi différents : tandis que le 2-pentanone exhibe une odeur florale, le carvone dégage une odeur herbacée fraîche, variant selon ses énantiomères : le (S)-(+)-carvone exhibe une odeur de carvi, tandis que le (R)-(-)-carvone a un caractère mentholé et son seuil de détection est 3 à 4 fois moins élevé (Boelens *et al.*, 1993).

La configuration terpénique et le groupement fonctionnel alcool caractérisent les composés volatils appartenant au cluster 4. En fait, les terpènes sont largement responsables de l'arôme citronné des agrumes. Par exemple, il est couramment accepté que le linalool, le limonène et le  $\gamma$ -terpinene contribuent positivement à la saveur du jus d'orange. Ils exhibent une odeur orangée, citronnée et parfois herbacée (Nisperos-Carriedo et Shaw, 1990a). Néanmoins, dans le cas de notre étude, ces composés ont une relation négative avec la variable « Arôme ». Il est possible que cette particularité soit l'effet d'une concentration excessive d'huile du flavedo des oranges dans le jus. En effet, dans le Tableau 3.2 on peut observer que la teneur en huile dans le JONFC oscille entre 0.028 et 0.032%. Ces pourcentages se trouvent légèrement au-dessus de la teneur optimale qui, d'après Moshonas et Shaw (1994), se situerait entre 0.015 et 0.025%. En outre, il est connu que la concentration d'un composé volatil dans un milieu déterminé a une influence significative sur sa qualité et intensité odorantes (Boelens *et al.*, 1978). Dans le jus d'orange, des concentrations excessives de limonène génèrent une saveur indésirable et provoquent des saveurs amères et une sensation de brûlure chez le dégustateur (Shaw, 1991).

Il est possible aussi que le rôle de ces composés volatils dans la saveur du jus ne soit pas lié aux attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité ». En effet, leur nature structurale peut

provoquer des nuances éloignées de ces qualités sensorielles. Le  $\beta$ -cubebene par exemple, dégage une odeur poivrée (Tableau 3.5) (Kajiwara, *et al.*, 1993). De plus, certains de ces composés, comme l' $\alpha$ -terpineol et le terpinen-4-ol sont produits dans le jus d'orange lors du traitement thermique ou pendant une période d'entreposage prolongée, ajoutant des odeurs considérées comme « oxydées » ou « d'oranges excessivement mûres » (Petersen *et al.*, 1998 ; Bazemore *et al.*, 1999 ; Haleva-Toledo *et al.*, 1999).

La plupart des composés volatils regroupés dans les deux clusters intermédiaires sont de nature terpénique. Les composés rassemblés dans le cluster 2 (ainsi que le copaene et le  $\beta$ -cubebene, appartenant aux clusters 3 et 4, respectivement) sont des sesquiterpènes généralement dépourvus de groupement fonctionnel (Tableau 3.5). Ils ont tendance à exhiber une odeur boisée, épicée ou balsamique possiblement parce qu'ils partagent une structure isostérique (deux anneaux terpéniques) (Rossiter, 1996a). Néanmoins, à l'exception du  $\beta$ -cubebene, ils sont plus proches de la variable « Arôme » que les composés appartenant au cluster 3 car les variations de la position de leurs doubles liaisons ainsi que des groupements alkyl entourant leurs anneaux terpéniques, provoquent l'exhibition d'odeurs aux tendances fruitées ou herbacées (Olhoff, 1994). Ainsi, le valencene dégage une odeur orangée et légèrement citronnée (Nisperos-Carriedo et Shaw, 1990). Le nootkatone, exhibe une odeur de pamplemousse due à son groupement carbonylé. Le  $\gamma$ -selinene ainsi que le copaene, appartenant au cluster 2 et 3, respectivement, dégagent une odeur aux tendances plus herbacées que boisées ou balsamiques (Kajiwara, *et al.*, 1993).

Le cluster 3 est constitué des terpènes dépourvus de groupement fonctionnel et des aldéhydes aliphatiques à chaîne linéaire dont le nombre de groupements alkyl est supérieur à 7 (Tableau 3.5) (analysés plus haut). Leur odeur correspond à celle des résines de conifères ou balsamiques et aux matières grasses, respectivement. Ce cluster est relativement plus proche de la variable « Arôme » que le cluster 4, car la qualité odorante de ses constituants varie selon leur concentration dans le jus. D'une manière très générale, elle peut varier de verte à grasse et de grasse à fruitée en fonction de l'augmentation de la concentration (Olhoff, 1994). Par exemple, le  $\beta$ -myrcene contribue négativement à la flaveur des jus d'orange élaborés industriellement (Ahmed *et al.*, 1978b). Néanmoins, des teneurs inférieures à 10 ppm en ce composé volatil confèrent des arômes balsamiques, herbacés et citronnés au jus. À des

concentrations supérieures, on détecte des saveurs piquantes et amères (Shaw, 1991). L' $\alpha$ -pinene est un composé qui contribue positivement à la saveur du jus d'orange (Nisperos-Carriedo et Shaw, 1990). Cependant, à des concentrations élevées, il dégage une odeur âpre et résineuse qui rappelle la résine de pin.

En ce qui concerne les propriétés physico-chimiques, nous avons trouvé une corrélation faible, mais significative, entre les variations de la « Saveur » du JONFC et les fluctuations de son acidité, de ses solides solubles et de ses acides aminés libres. Ceci confirme que cette variable sensorielle exprime, en effet, les sensations liées aux réactions sensorielles que procurent les sucres et acides du jus. Aussi, il est connu que la teneur en acides aminés est proportionnelle au degré de maturité des oranges. La saveur étant une synthèse des attributs « Équilibre » et « Maturité », cette relation montre que la perception sensorielle de la maturité a une relation avec le degré de maturité des oranges avec lesquelles on a élaboré les jus.

De la même manière, l'indice de viscosité du JONFC, mesuré de manière rhéologique, ainsi que le pourcentage d'huile du flavedo ont une corrélation faible, mais significative, avec l'Arôme et l'« Arrière-Goût » de ce produit. Ceci signifie que, dans la mesure où la consistance du JONFC est plus épaisse, il y aurait un meilleur contact des constituants du jus avec les parois de la cavité buccale grâce à un temps de résidence du jus plus élevé ou, en d'autres mots, grâce à un écoulement plus lent à travers cette cavité et la gorge. Ce meilleur contact se traduirait par une meilleure diffusion, notamment des composés volatils vers les récepteurs sensoriels de l'épithélium olfactif.

Il est à noter que les fluctuations des variables mesurant les propriétés physico-chimiques de l'ensemble des échantillons de JONFC sont relativement faibles (dans tous les cas, le coefficient de variabilité était inférieur à 10%). De la même manière, les variables sensorielles « Saveur » et « Arrière-goût » ont très peu varié. En outre, l'analyse en composantes principales réalisée avec ces deux groupes de variables explique environ 60% de leur variance. Par conséquent, les résultats obtenus à partir de cette analyse ne sont que des indices montrant quelle serait la tendance si ces variables manifestent un haut coefficient de variation.

### 3.6. Conclusion

Bien que les échantillons analysés, constituaient un ensemble de jus d'orange à faible diversité, ils ont exhibé des variations significatives tant au niveau de leurs propriétés sensorielles que de leur composition volatile et physico-chimique. Au niveau sensoriel, ces jus se distinguent essentiellement par leur « Arôme ». D'après le modèle obtenu, une élévation dans la concentration de 2-pentanone, hexanal, ethyl butyrate, 3-hexen-1-ol, 3-hydroxyethyl hexanoate, carvone, sabinene et 1-hexanol fait augmenter la note sensorielle de l'« Arôme », par contre, l'augmentation de limonène, linalool, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol,  $\gamma$ -terpinene et  $\beta$ -cubebene provoque une diminution de la valeur de cette propriété sensorielle. Les rapports entre les variations de la teneur en 28 composés volatils et les notes attribuées à la variable « Arôme » peuvent être expliqués à partir de certaines caractéristiques structurales de ces constituants. En effet, la majorité des composés positivement corrélés avec l'« Arôme » sont des molécules aliphatiques comportant un groupement fonctionnel aldéhyde, cétone, ester ou alcool. Leur chaîne aliphatique contient un nombre de groupements alkyl généralement inférieur à 7 et l'odeur qu'elles dégagent est typiquement « fruitée », « herbacée » et « verte ». Par contre, les composés négativement corrélés avec cette variable sensorielle sont des terpènes dépourvus de groupement fonctionnel ou ayant un groupement hydroxylé et dont l'odeur est résineuse, herbacée, de « jus d'orange oxydé » ou d'oranges « excessivement mûres ». Les composés intermédiaires (appartenant aux clusters 2 et 3) sont des sesquiterpènes ou des terpènes dépourvus de groupement fonctionnel, ou encore des aldéhydes aliphatiques à chaîne linéaire constituée par un minimum de 7 groupements alkyl. Il est possible que la taille et la configuration géométrique de ces molécules provoque une faible intensité odorante et des notes « boisées » et « balsamiques », ou bien, des nuances allant de verte à grasse et de grasse à fruitée, en fonction de leur concentration.



**Tableau 3.1.** Concentrations moyennes (ppm) et écart-type des composés volatils et des paramètres non volatils des 55 JONFC appartenant à différents groupes et variétés d'oranges.

Code	Temps de rétention (min)	Composé volatil	Groupe de variétés d'oranges			
			Early-Mid (Hâtives)	Valencia "Off-Line"	Valencia	Total
1	5.67	2-pentanone	0.10 ± 0.03	0.10 ± 0.05	0.08 ± 0.03	0.09 ± 0.03
2	8.31	hexanal	0.39 ± 0.18	0.54 ± 0.18	0.33 ± 0.11	0.40 ± 0.18
3	8.38	ethyl butyrate	0.57 ± 0.16	1.02 ± 0.20	0.64 ± 0.10	0.64 ± 0.22
4	9.79	cis-3-hexen-1-ol	0.10 ± 0.04	0.13 ± 0.07	0.09 ± 0.01	0.10 ± 0.04
5	10.13	1-hexanol	0.08 ± 0.09	0.27 ± 0.54	0.13 ± 0.23	0.11 ± 0.22
6	11.52	α-pinene	2.38 ± 0.31	2.71 ± 0.51	2.42 ± 0.23	2.43 ± 0.34
7	12.50	sabinene	0.08 ± 0.12	0.20 ± 0.10	0.06 ± 0.03	0.10 ± 0.12
8	12.95	β-myrcene	8.91 ± 1.17	9.64 ± 1.98	9.31 ± 0.80	9.06 ± 1.26
9	13.30	octanal	1.20 ± 0.25	1.41 ± 0.48	1.70 ± 0.38	1.30 ± 0.35
10	13.47	3-carene	0.48 ± 0.11	0.38 ± 0.09	0.55 ± 0.16	0.48 ± 0.12
11	14.45	limonène	160.30 ± 13.75	148.08 ± 14.46	156.08 ± 17.24	158.13 ± 14.68
12	14.99	γ-terpinene	0.38 ± 0.06	0.37 ± 0.08	0.36 ± 0.05	0.37 ± 0.06
13	15.28	1-octanol	0.34 ± 0.24	0.31 ± 0.33	0.55 ± 0.57	0.37 ± 0.32
14	16.04	linalool	2.64 ± 0.43	1.78 ± 0.46	3.27 ± 0.60	2.62 ± 0.60
15	16.11	nonanal	0.16 ± 0.03	0.17 ± 0.05	0.21 ± 0.05	0.17 ± 0.04
16	16.73	3-hydroxy-ethyl hexanoate	3.05 ± 0.91	5.28 ± 0.89	3.26 ± 0.71	3.37 ± 1.14
17	17.98	(+)-terpinen-4-ol	1.68 ± 0.26	1.46 ± 0.21	1.64 ± 0.27	1.65 ± 0.26
18	18.32	α-terpineol	0.98 ± 0.19	0.61 ± 0.18	1.16 ± 0.49	0.96 ± 0.29
19	18.56	decanal	0.75 ± 0.15	0.85 ± 0.20	1.04 ± 0.17	0.80 ± 0.19
20	19.57	carvone	0.45 ± 0.15	0.55 ± 0.15	0.40 ± 0.07	0.46 ± 0.15
21	20.24	perillaldehyde	0.16 ± 0.03	0.14 ± 0.05	0.20 ± 0.06	0.16 ± 0.04
22	22.17	copaene	0.33 ± 0.03	0.36 ± 0.05	0.32 ± 0.06	0.33 ± 0.04
23	22.43	β-elemene	0.67 ± 0.25	1.00 ± 0.13	0.88 ± 0.13	0.74 ± 0.25
24	22.97	β-caryophyllene	0.45 ± 0.11	0.52 ± 0.08	0.49 ± 0.06	0.46 ± 0.10
25	23.11	β-cubebene	0.20 ± 0.04	0.13 ± 0.04	0.24 ± 0.04	0.19 ± 0.05
26	24.00	γ-selinene	1.69 ± 0.53	1.49 ± 0.25	1.73 ± 0.33	1.67 ± 0.48
27	24.19	valencene	14.70 ± 3.41	18.99 ± 3.20	15.23 ± 2.40	15.32 ± 3.51
28	24.54	cadinene	1.89 ± 0.52	2.39 ± 0.43	1.96 ± 0.36	1.96 ± 0.51
29	28.90	nootkatone	1.50 ± 0.62	2.05 ± 0.45	1.70 ± 0.31	1.60 ± 0.59
		<b>Concentration totale</b>	<b>206.58</b>	<b>202.97</b>	<b>206.02</b>	<b>206.04</b>

**Tableau 3.2.** Propriétés physico-chimiques du JONFC.

Variable	Valeur moyenne	Écart-type
$K_M$	0.051	0.012
$K_{0M}$	0.094	0.025
m	0.474	0.019
Acidité (g/100g jus)	0.67	0.04
pH	3.84	0.051
Nombre de formol	22.36	1.67
Degrés Brix	12.22	0.52
Huile (%)	0.029	0.004

Les valeurs  $K_M$ ,  $K_{0M}$  et m représentent les coefficients du modèle de Mizrahi et Berk expliquant les propriétés rhéologiques du jus d'orange concentré (Équation 1, section 1.4).

**Tableau 3.3a.** Résultats de l'analyse de régression en composantes principales déterminés à partir de 48 échantillons de calibrage.  
Variable dépendante : «Arôme».

<i>Paramètre</i>	<i>Valeur propre</i> <sup>1</sup>	<i>Variance (%)</i>	<i>Variance cumulée (%)</i>	<i>Coefficient</i>	<i>Erreur standard</i>	<i>Valeur T</i>	<i>Valeur-p</i>
Terme constant				7.41	0.05	142.78	0.000
Composante principale 1	10.32	36.86	36.86	0.42	0.05	7.97	0.000
Composante principale 2	7.76	27.70	64.56	-0.43	0.05	-8.15	0.000
Composante principale 3	2.24	7.98	72.54	-0.23	0.05	-4.44	0.000
Composante principale 4	2.05	7.32	79.86	0.03	0.05	0.50	0.621
Composante principale 5	1.21	4.31	84.17	0.09	0.05	1.72	0.093

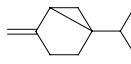
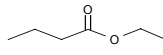
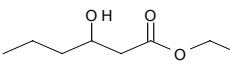
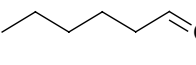
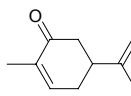
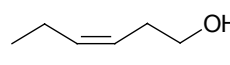
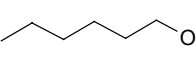
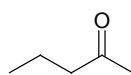
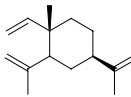
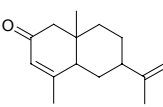
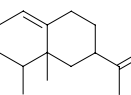
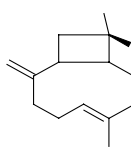
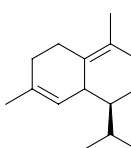
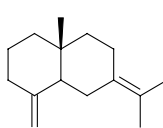
$R^2=78.5\%$  ; Erreur du terme constant = 0.3594.

<sup>1</sup>: Sans Rotation.

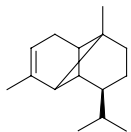
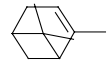
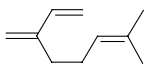
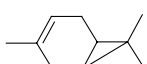
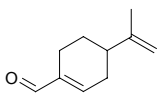
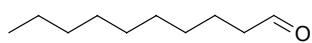
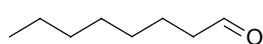
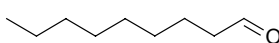
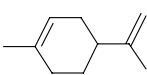
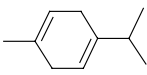
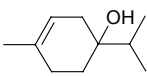
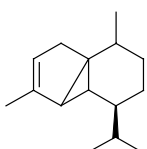
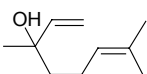
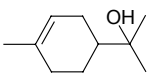
**Tableau 3.3b.** Analyse de variance de la régression en composantes principales.

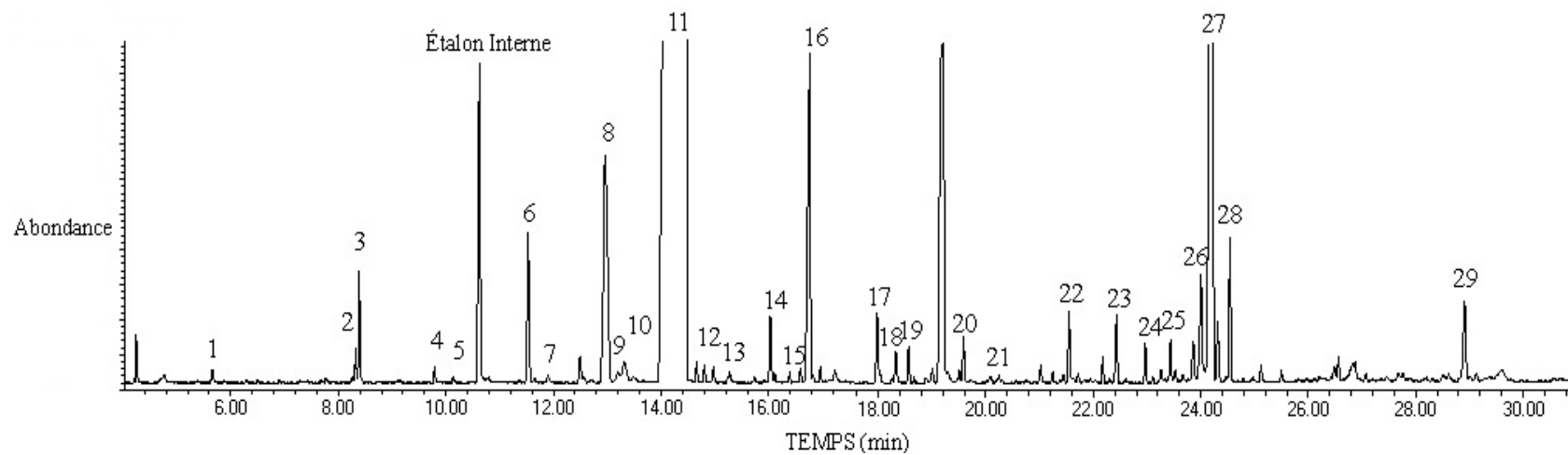
<i>Source de variation</i>	<i>Somme de carrés</i>	<i>Dl</i>	<i>Carré moyen</i>	<i>F-ratio</i>	<i>Valeur-p</i>
Modèle	19.75	5	3.95	30.38	0.0000
Résiduelle	5.43	42	0.13		
Total (corrigé)	25.18	47			

**Tableau 3.4.** Propriétés structurales et odorantes des composés volatils du JONFC appartenant aux clusters 1 et 2. <sup>1</sup>. Référence : Maarse (1991).

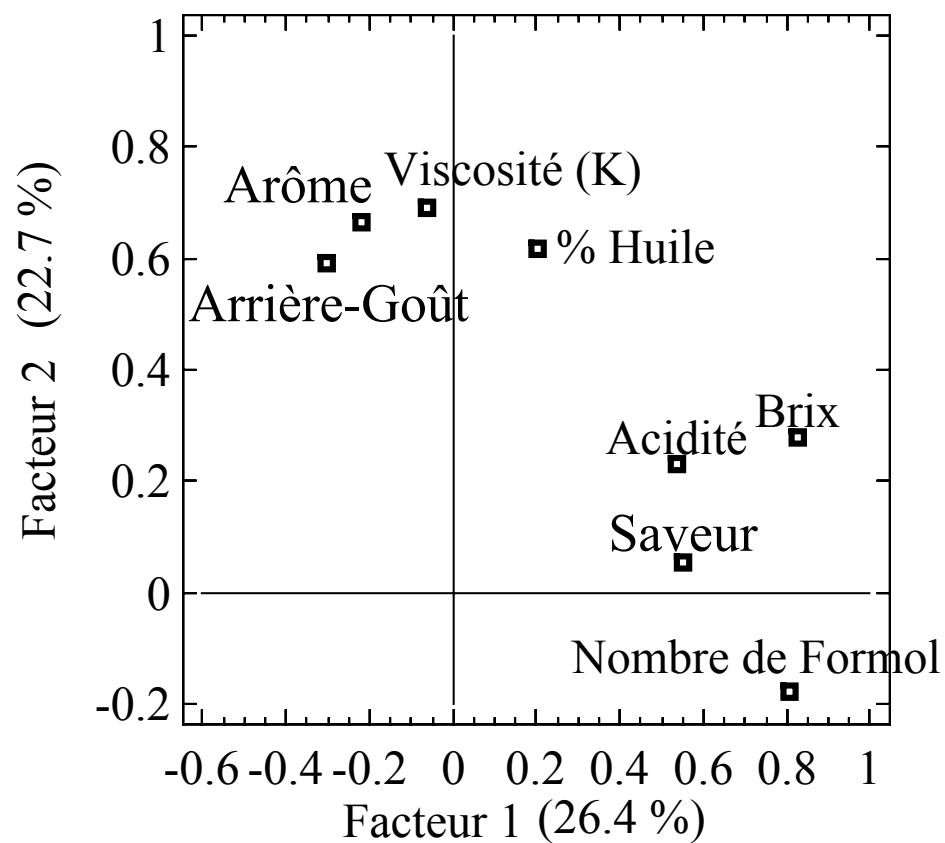
	Code	Structure	Masse Molaire	Odeur <sup>1</sup>	Molécule
Cluster 1	7	Bicyclique	136.24	Boisée.	
	3	Aliphatique	116.16	Fruitée.	
	16	Aliphatique	160.21	Citronnée, fruitée.	
	2	Aliphatique	100.16	Verte, herbacée.	
	20	Monocyclique	150.22	Herbacée, mentholée ou carvi.	
	4	Aliphatique	100.16	Herbe fraîche, verte.	
	5	Aliphatique	102.18	Résineuse, verte.	
	1	Aliphatique	86.13	Fruitée, sucrée, éther.	
Cluster 2	23	Bicyclique	204.36	Épicée, balsamique.	
	29	Bicyclique	218.34	Pamplemousse	
	27	Bicyclique	204.36	Orangée, citronnée.	
	24	Bicyclique	204.36	Résineuse, boisée, épicée.	
	28	Bicyclique	204.36	Boisée.	
	26	Bicyclique	204.36	Boisée, herbacée.	

**Tableau 3.1.** Propriétés structurales et odorantes des composés volatils du JONFC appartenant aux clusters 3 et 4. <sup>1</sup>. Référence : Maarse (1991).

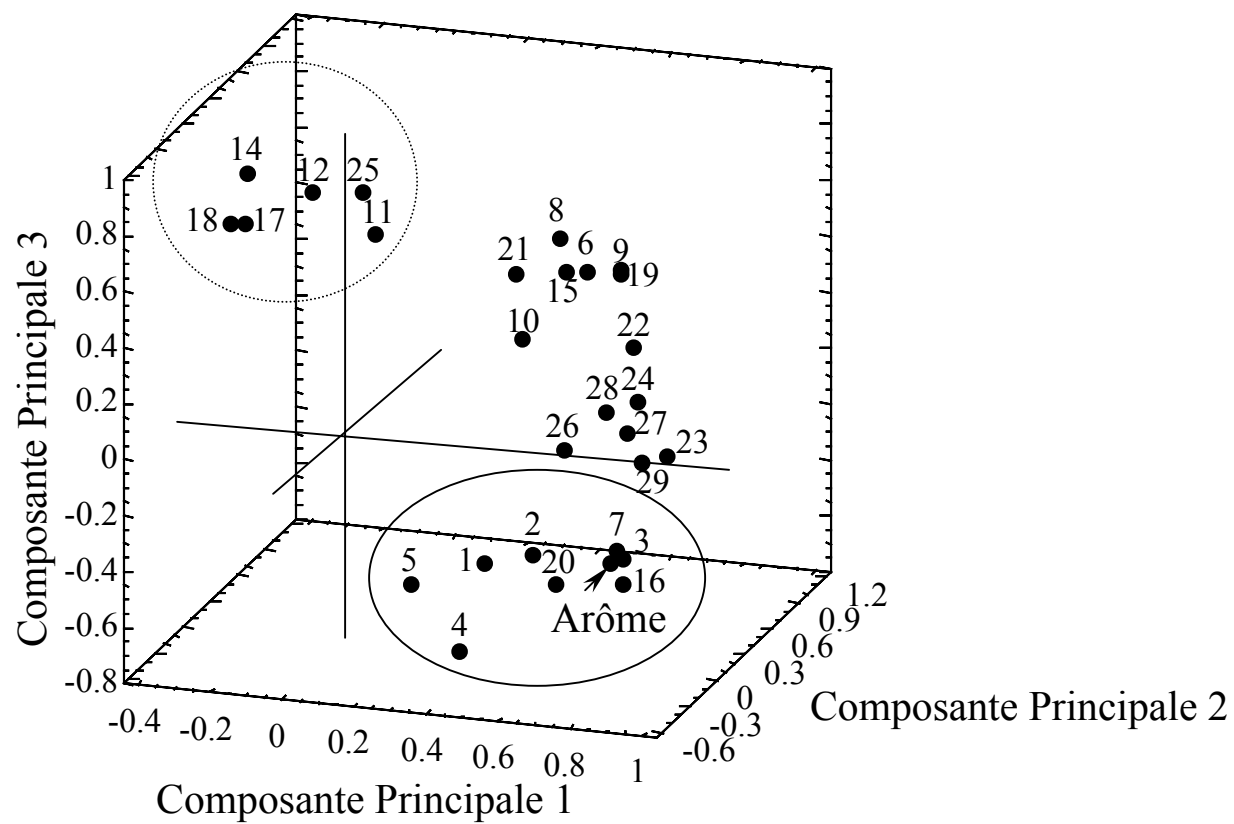
	Code	Structure	Masse Molaire	Odeur <sup>1</sup>	Molécule
Cluster 3	22	Tricyclique	204.36	Balsamique	
	6	Bicyclique	136.24	Pin, camphre, résineuse	
	8	Acyclique	136.24	Sucré, balsamique, plastique.	
	10	Bicyclique	136.24	Citronnée, balsamique.	
	21	Monocyclique	150.22	Verte, huileuse, grasse, cerise.	
	19	Aliphatique	156.27	Sucrée, grasse, cire, citronnée.	
	9	Aliphatique	128.22	Grasse, citronnée.	
15	Aliphatique	142.24	Grasse, cire, rose, florale.		
Cluster 4	11	Monocyclique	136.24	Citronnée, orangée, herbacée, mentholée.	
	12	Monocyclique	136.24	Herbacée, citronnée, gazoline.	
	17	Monocyclique	154.25	Mentholée.	
	25	Tricyclique	204.36	Poivrée.	
	14	Acyclique	154.25	Florale, fraîche, coriandre, orangée.	
18	Monocyclique	154.25	Florale, lilas.		



**Figure 3.1.** Chromatogramme des composés volatils identifiés dans le JONFC (voir codes dans le Tableau 3.1).

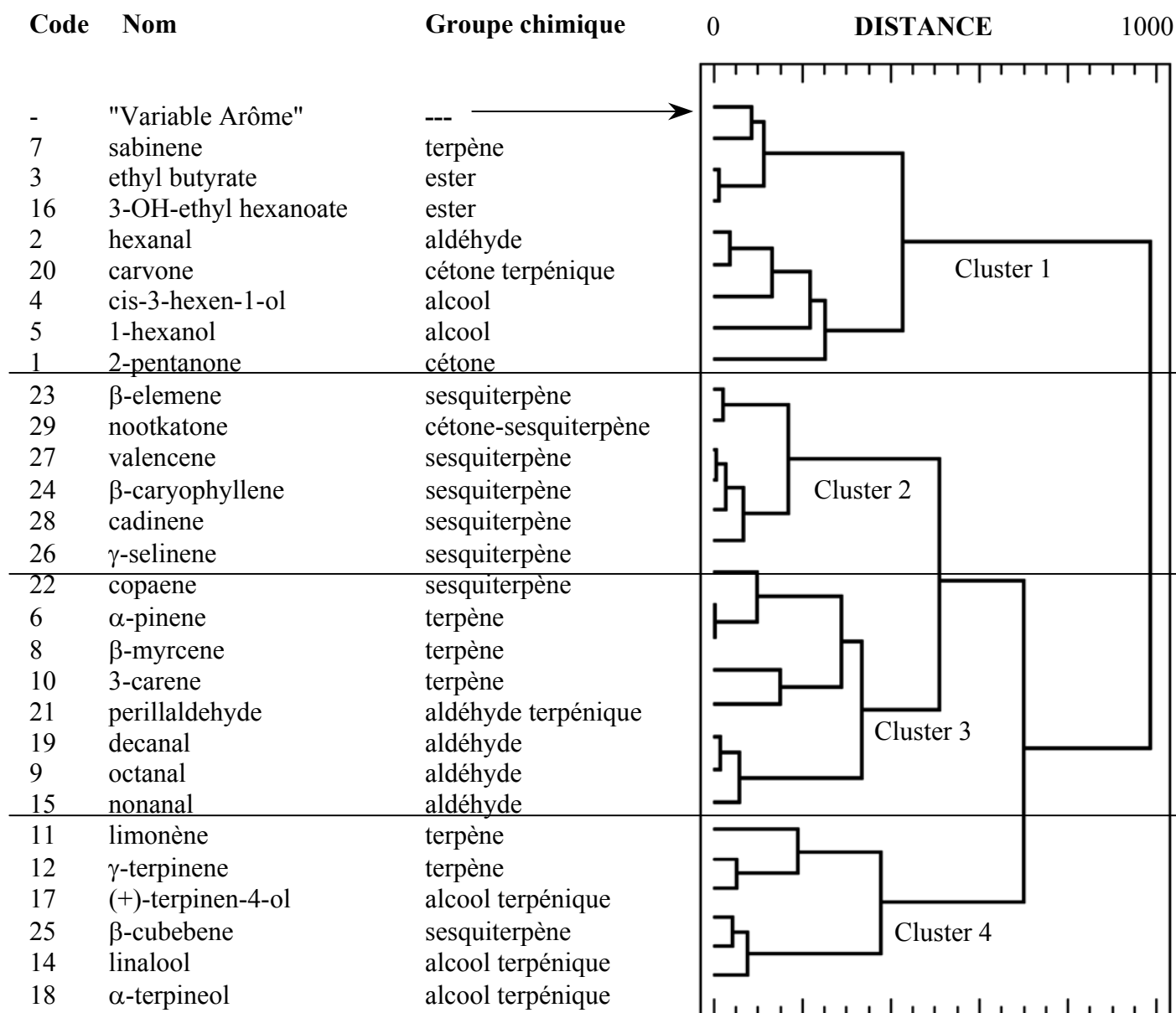


**Figure 3.2.** Matrice des corrélations entre les propriétés physico-chimiques et les variables synthétiques sensorielles « Arôme », « Saveur » et « Arrière-goût » obtenue à partir d'une analyse en composantes principales.



**Figure 3.3.** Matrice des Corrélations entre les composés volatils, la variable synthétique sensorielle « Arôme » et les composantes principales significatives obtenues à partir de l'ARCP.





**Figure 3.4.** Groupement (ou clusters) des composés volatils et de la variable synthétique sensorielle « Arôme ».

## **Chapitre 4**

**Optimisation de la flaveur du jus d'orange non fait de concentré par l'ajustement de ses composés volatils**

## 4.1. Résumé

Dans le but d'évaluer l'effet de la modification du profil des composés volatils du jus d'orange non fait de concentrés (JONFC) sur ses propriétés sensorielles, un échantillon commercial de JONFC a été enrichi avec trois mélanges de composés volatils selon un plan d'expériences central composite rotatif. Par la suite, des composés volatils individuels ont été ajoutés dans le JONFC selon un plan factoriel fractionné de type  $2^{5-1}$ . Les résultats ont démontré qu'à des concentrations ne dépassant pas les 3 à 5 mg/l au-dessus de la teneur naturelle dans le jus, le mélange constitué par des composés aliphatiques pourvus d'un groupement fonctionnel (2-pentanone, hexanal, ethyl butyrate, 3-hexen-1-ol, 3-hydroxy-ethyl hexanoate et *d*-(+)-carvone) améliore significativement le profil sensoriel du JONFC. Parmi ces constituants, l'hexanal, exhibant une odeur herbacée, et le 3-hydroxy ethyl hexanoate, exhibant une odeur fruitée, contribuent à l'augmentation de la saveur « Fraîchement pressée » du JONFC. Le mélange constitué par des terpènes et sesquiterpènes dépourvus de groupement fonctionnel (limonène, valencene,  $\alpha$ -pinene,  $\beta$ -myrcene, etc.) détériore le profil sensoriel du JONFC en augmentant la note accordée aux attributs « Huileux », « Zesté » et « Arômes ajoutés ». Le mélange constitué par des aldéhydes et des alcools terpéniques (octanal, decanal, linalool,  $\alpha$ -terpineol, etc.) n'améliore pas le profil sensoriel du JONFC. Néanmoins, il a la particularité d'atténuer les effets sensoriels indésirables induits par l'excès des autres composés dans le jus.

## 4.2. Introduction

La saveur du jus d'orange pasteurisé non fait de concentrés (JONFC), comme dans le cas de la plupart de produits d'origine naturelle, varie d'un lot de fabrication à l'autre. Elle dépend des caractéristiques intrinsèques de la matière première, du procédé d'extraction et de stabilisation (enzymatique et microbienne) du jus et de ses conditions d'entreposage. La maîtrise de la saveur du jus d'orange représente un défi majeur pour l'industrie du jus qui désire offrir aux consommateurs un produit dont la qualité gustative est constante et similaire à celle d'un jus fraîchement pressé.

Dans le Chapitre 3 nous avons observé que les variations des attributs sensoriels qui constituent l'« Arôme » du JONFC étaient reliées à des changements dans la concentration de

certaines composés volatils. Ce lien serait de nature multidimensionnelle, en ce sens que les variations de l'attribut « Arôme » ne peuvent être expliquées à partir de l'analyse des variations de la concentration d'un seul composé volatil, mais plutôt à partir des changements dans le profil de plusieurs volatils à la fois. Ce lien est aussi subordonné aux caractéristiques propres à chaque composé volatil, notamment à sa structure chimique et à ses propriétés odorantes. En effet, selon les résultats obtenus dans le Chapitre précédant, les composés volatils du JONFC se regroupent en quatre catégories ou « clusters » en fonction de leur nature structurelle et de leurs propriétés odorantes. Ces quatre groupes expliquent les variations de l'« Arôme » du JONFC. Un premier groupe, positivement corrélé avec cette variable sensorielle, se compose de molécules aliphatiques pourvues d'un groupement fonctionnel. Deux groupes intermédiaires, constitués surtout par des terpènes et des sesquiterpènes dépourvus de groupement fonctionnel, ont des faibles corrélations avec la variable « Arôme » et, un dernier groupe, composé de terpènes et d'alcools terpéniques, est corrélé négativement avec cette variable.

Les résultats de ces études et les observations du chapitre 3 permettent de penser qu'il est possible d'optimiser la saveur du JONFC en modifiant son profil aromatique par l'ajout de mélanges de composés volatils impliqués dans l'arôme de ce produit.

Il existe deux alternatives pour améliorer la qualité gustative du JONFC. La première alternative consiste à élaborer des mélanges de jus de qualité gustative exceptionnellement bonne avec des jus de qualité moyenne. Dans ce sens, Pao *et al.* (1996) ont évalué la saveur des mélanges de jus élaborés à partir d'oranges « Hamlin », « Valencia » et « Ambersweet » et de tangerines « Robinson ». Ils ont trouvé que les jus d'oranges « Valencia » ou « Ambersweet » contenant 25% de jus d'oranges « Hamlin », ainsi que les jus d'oranges « Hamlin » mélangés avec du jus de tangerines « Robinson » à une proportion 80/20, avaient des notes sensorielles supérieures à celles des jus d'orange purs. En fait, la réglementation permet d'ajouter au jus d'orange jusqu'à 10% de jus de tangerine afin de relever sa qualité gustative (Fellers, 1985 ; Mesters, 1998). Dans le cas du jus d'orange fait de concentré et congelé, Carter et Barros (1988) ont évalué la saveur des mélanges de jus élaborés avec quatre variétés d'oranges qui avaient été soumises à diverses conditions d'extraction. En ce qui concerne les jus de divers agrumes, Wagner et Shaw (1978) ont évalué la qualité sensorielle

des mélanges des jus de tangerine et de pamplemousse. Ils ont trouvé que les jus de pamplemousse contenant 15 à 35% de jus de tangerine ont des meilleures notes sensorielles que les jus purs.

Les mélanges permettent, en général, une amélioration et une standardisation de la qualité sensorielle du jus d'orange. Néanmoins, au niveau industriel, cette pratique implique une grande capacité d'entreposage et, à cause des variations intrinsèques des propriétés du jus (intra et inter saisonnières) ne garanti pas que la flaveur du produit soit constante. De plus, un entreposage prolongé altère significativement cette propriété sensorielle. (Farnworth *et al.*, 2001).

L'autre alternative consiste à ajuster la composition volatile du JONFC par l'ajout d'essences naturelles, comme par exemple, des arômes naturels d'orange, des huiles d'orange pressées à froid ou des composés volatils purs extraits à partir des oranges. Un nombre très limité d'études explorant cette alternative a été publié. Jusqu'à présent, cette approche a été évaluée soit pour reconstituer la qualité gustative des jus d'orange soumis aux procédés de concentration (notamment pour corriger l'odeur et la flaveur fraîchement pressé des jus), soit dans le but d'imiter la flaveur du jus d'orange en ajoutant plusieurs composés volatils à des solutions aqueuses sucrées et acidulées. Bettini et Shaw (1998) ont ainsi évalué l'effet de l'enrichissement d'un jus concentré avec divers arômes naturels d'orange (récupérés lors du processus de concentration) sur son odeur et sa flaveur fraîchement pressée et oxydée. Moshonas et Shaw (1990) ont évalué l'effet de plusieurs types d'essences aqueuses d'orange sur la flaveur d'un jus reconstitué à partir d'un concentré qui avait été désodorisé, c'est-à-dire, dépourvu de ses composés volatils. Dans les deux cas, ces auteurs ont trouvé que l'ajout d'une essence naturelle riche en acétaldéhyde, ethyl et methylbutyrate, hexanal, 1-hexenol, valencene et  $\alpha$ -pinene produit une flaveur proche de celle d'un jus fraîchement pressé dans le jus d'orange concentré. Moshonas *et al.* (1993) ont distillé à basse température et sous faible pression, un jus d'orange « Valencia » fraîchement pressé. Ils ont trouvé que le distillat aqueux obtenu, une fois réincorporé à la fraction non volatile du jus, permet l'obtention d'un jus d'orange reconstitué ayant une flaveur fraîchement pressé supérieure à celle des jus commerciaux. Ahmed *et al.* (1978c) et récemment Buettner et Schieberle (2001b) ont caractérisé le profil de composés volatils du jus d'orange fraîchement pressé. De plus, ils ont

analysé l'aromatisation des solutions sucrées et acidulées avec des composés faisant partie de ce profil. Les résultats de ces études ont démontré l'importance de certains composés volatils dans le développement de la flaveur fraîchement pressée du jus d'orange, notamment celle des esters (ethyl butyrate, 3-hydroxy ethyl hexanoate, etc.), des aldéhydes (hexanal, octanal, nonanal et décanal) et des terpènes (limonène,  $\alpha$ -pinene,  $\beta$ -myrcene).

L'objectif général de cette étude est d'évaluer l'effet de la modification du profil de composés volatils sur la flaveur du JONFC. Cette modification consiste à ajouter à un JONFC de qualité moyenne, soit des mélanges de composés volatils regroupés selon leurs propriétés structurales et odorantes, soit des composés individuels ayant une corrélation positive avec l'arôme du JONFC. Pour ce faire, deux objectifs spécifiques ont été visés : évaluer l'effet de l'ajout de trois mélanges de composés volatils sur la flaveur du JONFC et vérifier l'effet de l'enrichissement du JONFC avec des composés volatils individuels sur la flaveur du produit.

### **4.3. Matériel et méthodes**

#### **4.3.1. Matériel**

##### **4.3.1.1. Jus d'orange non fait de concentré (JONFC)**

Le jus d'orange de base utilisé dans les essais a été prélevé chez A. Lassonde Inc. (Rougemont, Québec, Canada) le 15 novembre 1999, à partir d'un lot commercial de JONFC provenant de la Floride (États Unis). Ce lot de jus a été préparé avec des oranges « Early-Mid » ; il a été pasteurisé, puis transporté chez A. Lassonde Inc., à une température entre 1 et 2° C, dans un camion-citerne réfrigéré. Deux échantillons de 40 litres de jus ont été prélevés du camion-citerne et distribués dans des récipients de polystyrène de 11 litres. Ils ont été entreposés à une température de -18° C à l'abri de la lumière pendant 15 jours avant le début des expériences. Une aliquote de 1.5 litres a été utilisée pour la détermination du profil sensoriel du jus et de son profil en composés volatils. Les méthodes utilisées pour ces analyses ont été rapportés dans la section 2.3.2.2. (Chapitre 2) et 3.3.2.1. (Chapitre 3), respectivement.

#### **4.3.1.2. Composés volatils**

Les composés volatils utilisés ont été achetés chez Sigma-Aldrich (Oackville, Ontario. Canada), Firmenich (Brampton, Ontario. Canada), Florida Flavors (Scarborough, Ontario. Canada) et Cédarome (Brossard, Montreal, Québec. Canada). Ils ont été entreposés à  $-18^{\circ}\text{C}$  et à l'abri de la lumière pendant la durée des expériences. La pureté de chaque composé a été déterminée par chromatographie gazeuse selon la méthode utilisée pour l'analyse du profil de composés volatils du jus d'orange (section 3.3.2.1. du Chapitre 3).

### **4.3.2. Méthodes**

#### **4.3.2.1. Solubilisation des composés volatils dans le JONFC**

Chaque mélange de composés volatils et chaque composé volatil individuel ont été émulsifiés dans une solution constituée de jus d'orange concentré et d'eau distillée aux proportions suivantes :

10 g d'un mélange de composés volatils ou d'un composé volatil pur

400 g de jus d'orange concentré

200 g d'eau distillée

Les ingrédients constituant l'émulsion ont été mis dans un bûcher et mélangés avec un homogénéisateur à couteaux pendant 5 min à une vitesse moyenne et à une température de  $4^{\circ}\text{C}$ .

L'incorporation des émulsions de composés volatils au jus d'orange de base a été réalisée comme suit : le jus d'orange de base a été mis dans un réfrigérateur à  $4^{\circ}\text{C}$  pendant 36 h afin de le décongeler. Ensuite, il a été pasteurisé pendant 30 secondes à  $75^{\circ}\text{C}$  dans un échangeur de chaleur à plaques, puis refroidit à  $2^{\circ}\text{C}$ . Enfin, une quantité déterminée de chaque mélange de composés volatils ou de composés individuels, émulsionnés comme indiqué ci-haut, a été ajoutée selon les plans d'expérience proposés plus loin. Le jus ainsi enrichi a été agité pendant 3 minutes, puis entreposé pendant 48 heures à une température de  $4^{\circ}\text{C}$  afin de favoriser la solubilisation des composés volatils. Au moment de l'analyse sensoriel, le jus enrichi a été

agité pendant une minute et distribué aux panélistes à une température de 10° C, sous une lumière rouge.

Comme le transport en citernes réfrigérées n'est pas aseptique, le jus d'orange de base a été pasteurisé avant ajustement de son profil des volatils par l'ajout des mélanges ou des composés individuels. Dans une expérience préliminaire, nous avons constaté que la pasteurisation à une température de 75 °C pendant 30 s n'a pas d'effet sur le profil de composés volatils du JONFC. Moshonas et Shaw (1997), dans une étude portant sur la comparaison de la flaveur et du profil de composés volatils du jus d'orange fraîchement pressé et pasteurisé, ont trouvé qu'un traitement thermique à 98 °C pendant 11 s n'a pas d'effet sur la composition volatile ni sur la flaveur du jus d'orange. Ces résultats confirment nos observations préliminaires.

#### **4.3.2.2. Première épreuve : Enrichissement du JONFC avec des mélanges de composés volatils**

En accord avec les conclusions du chapitre 3, trois mélanges de composés volatils ont été élaborés. Le choix des composés volatils constituant ces mélanges a été fait selon leur relation avec les attributs sensoriels « Fraîchement pressé » et « Fruité » (groupés dans la variable synthétique sensorielle « Arôme ») et selon leurs caractéristiques structurales et odorantes (notamment leur structure aliphatique ou terpénique et leur groupement fonctionnel). Le Tableau 4.1 montre la composition de chaque mélange.

La proportion de chaque composé volatil dans le mélange correspond à la concentration moyenne trouvée dans les échantillons qui avaient obtenu les notes les plus élevées pour les attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité » (voir résultats du chapitre 2).

Le mélange « A » a été constitué de composés ayant : une corrélation positive avec la variable « Arôme » (voir résultats du chapitre 3), une structure chimique aliphatique avec groupement fonctionnel carbonylé, excepté le *d*-(+)-carvone qui a une structure terpénique et une qualité odorante typiquement « mentholée » ou « herbacée ».



Le mélange « B » a été formé avec les composés volatils qui avaient une relation positive avec la variable « Arôme » mais plus faible que le premier groupe, excepté le limonène qui avait une corrélation négative avec cette variable sensorielle. Ces composés ont une structure chimique terpénique ou sesquiterpénique et ils sont dépourvus de groupement fonctionnel. L'odeur qu'ils exhibent tend vers les nuances boisées, résineuses ou citronnées.

Le mélange « C » a rassemblé les composés volatils ayant une corrélation négative avec la variable « Arôme ». De plus, ces composés partagent certaines caractéristiques structurales comme la présence d'un groupement fonctionnel ou leur nature terpénique ou aliphatique. Dans ce mélange, les aldéhydes ayant plus de 7 groupements alkyl ont été inclus car leurs qualités odorantes varient selon leur concentration dans le jus. À des faibles concentrations, ils exhibent une odeur verte-herbacée, tandis qu'à des concentrations intermédiaires leur odeur devient grasse-savonneuse et à des concentrations élevées elle est perçue comme fruitée (Olhoff, 1994 ; Schieberle et Buettner, 2001). D'ailleurs, aux concentrations trouvées dans le jus d'orange fraîchement pressé, Buettner et Schieberle (2001a) ont rapporté des odeurs variant entre verte et citronnée pour l'octanal, entre savonneuse et citronné pour le nonanal et entre citronnée et savonneuse pour le decanal.

Un plan d'expérience Central Composite Rotatif a été utilisé pour vérifier l'effet des variations de la concentration de chaque mélange sur le profil sensoriel du JONFC. Ce plan est basé sur la méthode des surfaces de réponse qui est la plus couramment utilisée dans ce type d'expériences (Henika, 1982 ; Giovanni, 1983). Elle consiste à modéliser les résultats sous la forme de fonctions polynomiales de second degré (soit, l'ajustement d'un modèle quadratique). Ainsi, la variable expliquée ( $y$ ), appelée également réponse observée (dans ce cas, les variables constituant le profil sensoriel du jus d'orange) peut être exprimée en fonction des trois variables explicatives qui sont ici les mélanges de composés volatils A, B et C et une erreur de mesure  $\varepsilon$  :

$$y = f(A, B, C) + \varepsilon$$

Pour estimer la fonction  $f$  on considère qu'elle peut s'écrire sous la forme d'un polynôme de degré 2 (Cochran et Cox, 1992) :

$$f(A, B, C) = b_0 + b_1A + b_2B + b_3C + b_{11}A^2 + b_{22}B^2 + b_{33}C^2 + b_{12}AB + b_{13}AC + b_{23}BC$$

Ce plan expérimental est un dispositif factoriel qui permet de minimiser le nombre d'expériences et à partir duquel on peut obtenir une surface de réponse servant à trouver les conditions optimales de chacun des facteurs étudiés. Ce dispositif expérimental peut se diviser en trois parties repérables dans la Figure 4.1 : les coordonnées des arêtes du cube ou de ses projections à deux dimensions représentent les expériences nécessaires pour obtenir un plan factoriel  $2^3$ , soit 8 expériences. Les points extrêmes constituent le plan central composite avec une valeur  $\alpha$  égale à 1.682, soit 6 unités expérimentales (la Figure 4, formée par ces points est appelée étoile). Enfin le point central est représenté par 4 unités expérimentales (Cochran et Cox, 1992). Ainsi, pour chaque mélange, 5 concentrations ont été testées (y compris la concentration zéro). Le Tableau 4.1 montre ces concentrations en caractères gras (les valeurs totales de chaque mélange) ainsi que la teneur correspondante de chaque composé volatil. Au total, l'épreuve a porté sur l'analyse sensorielle, complètement au hasard, du jus de base non modifié et des jus enrichis avec 18 combinaisons possibles de chaque mélange, c'est-à-dire 19 expériences.

#### **4.3.2.3. Deuxième épreuve : Enrichissement du JONFC avec des composés volatils individuels**

Les résultats de la première épreuve ont démontré que le mélange A produisait une amélioration significative du profil sensoriel du JONFC. En conséquence, dans la deuxième épreuve, la contribution individuelle des composés volatils constituant ce mélange a été étudiée.

Un plan d'expériences du type factoriel fractionné a été choisi dans le but de déterminer l'effet des composés volatils individuels sur le profil sensoriel du JONFC. Avec ce plan, il a été possible de choisir une fraction de l'ensemble des combinaisons possibles du plan factoriel, ce qui a permis d'inclure simultanément 5 facteurs (soit, 5 composés volatils) dans une même

épreuve de taille raisonnable. Cette approche a permis de révéler les composés volatils ayant un effet significatif sur la flaveur du JONFC.

L'élaboration des plans factoriels fractionnés est basée sur le principe de confusion de certains effets ou de certaines interactions. Ceci veut dire que l'effet d'un facteur déterminé n'est pas pur, mais mélangé ou aliasé avec les interactions. Cette confusion doit être prise en compte lors de l'interprétation des résultats. En pratique, on suppose que les interactions d'ordre supérieur ou égal à trois sont négligeables. En effet, ces interactions sont très fréquemment non significatives dans l'analyse de variance et peuvent difficilement être interprétées par l'expérimentateur (Lacroix et Castaigne, 1986). Le principe de l'élaboration de ces plans est rapporté par Montgomery (2001).

Le plan expérimental adopté a été un plan factoriel fractionné de type  $2^5$  (5 composés volatils à 2 niveaux de concentration dans le JONFC) avec  $\frac{1}{2}$  de réplique, soit un plan dit  $2^{5-1}$ . Les facteurs étaient constitués en majorité de composés volatils appartenant au mélange qui a montré les meilleurs résultats dans la première épreuve, soit le mélange A. Les composés choisis et les concentrations testées ont été les suivants :

Composé volatil	Concentration (mg/l)	
	-	+
ethyl butyrate	0	0.2
hexanal	0	0.8
<i>d</i> -(+)-carvone	0	0.8
sabinene	0	0.8
3-hydroxy ethyl hexanoate	0	4.0

Au total, comme montré dans le Tableau 4.2, nous avons réalisé l'analyse sensorielle de 25 expériences. Parmi ces expériences, 16 correspondent au plan  $2^{5-1}$ , 5 représentent le point central, 3 ont été placées au tour de ce point en tant que répétitions et une expérience correspond au jus de base non modifié (témoin).

### 4.3.3. Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle a été effectuée par cinq panélistes entraînés. Les détails de la méthodologie utilisée pour réaliser cette analyse ont été rapportés dans le chapitre 2.

La Figure 5.1 de l'annexe 1 représente la grille d'évaluation utilisée par les panélistes lors de la dégustation des jus d'orange enrichis. Deux attributs sensoriels supplémentaires, « Odeur » et « Arômes Ajoutés », ont été considérés dans la grille d'évaluation sensorielle de ce produit. Ces attributs, représentant les caractéristiques sensorielles d'un produit modifié, permettent d'évaluer l'odeur naturel du jus avant dégustation et la sensation d'arômes non naturels du jus ou qui ne sont pas balancés avec sa saveur globale. De plus, l'attribut « Fruité » a été exclu de la grille d'analyse car il a une corrélation très élevée avec l'attribut « Fraîchement pressé » (voir Chapitre 2). Ceci veut dire que ces deux descripteurs dénotent une même propriété sensorielle.

L'analyse statistique des résultats de l'analyse sensorielle effectuée dans les deux épreuves a été réalisée à l'aide d'un sous-programme du logiciel Statgraphics Plus Version 4.1 (Manugistics, Corp. Rockville, MD). Ce sous-programme permet de performer l'analyse de la variance, l'obtention des surfaces de réponse et des points optimaux. Dans la première épreuve, chaque panéliste a été considéré comme un block, afin de tester la signifiante des variations dans leurs réponses. Dans la deuxième épreuve, la moyenne des notes accordées par les panélistes aux attributs sensoriels d'un jus donné a été utilisée comme résultat final.

## 4.4. Résultats

### 4.4.1 Analyse du jus de base et des composés volatils utilisés

Le Tableau 4.3 montre le profil sensoriel et le profil des composés volatils du jus d'orange de base. La teneur totale en composés volatils de ce jus a été de 215.8 mg/l. Les composés volatils dont la concentration est la plus élevée sont, selon un ordre décroissant : le limonène, le valencène, le  $\beta$ -myrcène, le linalool, l' $\alpha$ -pinène et le 3-hydroxy ethyl hexanoate. Ils constituent un groupe qui représente 94% de la teneur totale en composés volatils dans le jus de base.

Le Tableau 4.3 montre la valeur moyenne des notes attribuées par le panel de dégustation à chacun des attributs sensoriels du jus de base. Ces résultats indiquent qu'il s'agit d'un jus d'orange sans défaut et dont les notes accordées aux attributs « Équilibre », « Huileux » et « Maturité », sont optimales. Par contre, les notes des attributs « Fraîchement pressé », « Odeur » et « Intensité du goût » oscillant autour de 7, confirment la qualité sensorielle moyenne de ce jus.

Le Tableau 4.4 montre les résultats de l'analyse de la pureté des composés volatils utilisés pour enrichir le jus de base. À l'exception du valencene, tous les composés ont eu une pureté supérieure à 92%. Les impuretés du valencene sont constituées de 6.7% de  $\gamma$ -selinene, 5.2% de cadinene, 1.2% de  $\beta$ -caryophyllene, 1.1% de  $\beta$ -elemene, et 0.6% de  $\beta$ -cubebene. Tous ces composés sont présents naturellement dans le JONFC. Leurs propriétés odorantes sont possiblement similaires à celle du valencene car ils possèdent la même structure moléculaire de base que le valencene, avec 2 anneaux terpéniques.

#### **4.4.2. Effet des trois mélanges de composés volatils sur le profil sensoriel du JONFC**

Le Tableau 4.5 résume l'analyse de la variance des attributs sensoriels des jus enrichis avec les trois mélanges de composés volatils, tandis que le Tableau 4.6 montre les coefficients de régression quadratique expliquant le rapport entre les trois mélanges de composés volatils et les attributs. Les résultats de cette analyse de variance indiquent que les variations de la concentration des trois mélanges de composés volatils ajoutés au jus d'orange de base n'ont pas d'effet sur la variable sensorielle « Équilibré ». Donc, la perception sensorielle du rapport sucre/acidité ne dépend pas des variations de la composition volatile du jus d'orange. En fait, la concentration de ces composés est tellement faible, par rapport à d'autres constituants comme les sucres, qu'ils ne sont pas perçus au niveau buccal, c'est-à-dire, ils ne produisent pas de saveur (Buettner et Schieberle, 2000). De la même manière, l'attribut sensoriel « Oxydé » n'est pas affecté par l'ajout des trois mélanges étudiés. Cet attribut n'a pas été introduit dans l'Analyse de Variance du Tableau 4.5 car les notes accordées par le panel à tous les jus enrichis ont été égales à 0, ce qui indique que les mélanges de composés volatils n'induisent pas ce type de saveurs indésirables dans le jus d'orange.

Le mélange A produit un effet quadratique significatif sur les autres variables sensorielles, tandis que le mélange B produit un effet linéaire sur ces mêmes variables à l'exception de la variable « Intensité du goût » (Tableau 4.6). Le mélange C a un effet quadratique uniquement sur les variables « Fraîchement pressé » et « Intensité du goût » et un effet linéaire sur les attributs « Maturité » et « Odeur ». Les effets quadratiques indiquent que dans un premier temps, la valeur attribuée à la variable de réponse, par exemple l'attribut « Fraîchement pressé », augmente de manière significative (jusqu'à un point maximal) à mesure que la concentration en composés volatils augmente. Dans un deuxième temps, après un point de réponse maximale, l'effet de l'augmentation dans les concentrations en composés volatils, devient négatif. Dans le cas des variables comme l'« Arôme ajouté », ces effets sont exactement opposés. Les effets linéaires démontrent qu'il existe une réponse directe ou inversement proportionnelle à l'ajout des composés volatils dans le jus.

Les interactions entre les mélanges A et B affectent significativement les attributs « Huileux » et « Maturité ». Les interactions entre les mélanges A et C modifient de manière significative la perception de la « Maturité » et l'« Odeur » du jus d'orange et celles entre les mélanges B et C affectent les variables « Odeur » et « Zesté » (Tableau 4.5). Les interactions significatives indiquent que les effets des facteurs (dans ce cas, les mélanges de composés volatils) en étude sont opposés. Par exemple, tandis que l'augmentation de la concentration du mélange A augmente la note de l'odeur, l'augmentation de la concentration du mélange C la fait diminuer.

À l'exception des attributs « Fraîchement pressé » et « Intensité du goût », l'effet des « blocks » a été significatif. Ceci indique que les panélistes ont été homogènes dans l'évaluation de ces attributs. Par contre, pour le reste de variables sensorielles, au moins l'un d'entre eux a attribué aux jus d'orange enrichis des notes qui sont en désaccord avec celles des autres panélistes.

Étant donné que le paramètre « absence d'ajustement du modèle quadratique » (lack-of-fit) n'a pas été significatif et que le coefficient de détermination  $R^2$  a été dans la plupart des cas supérieur à 70 %, le modèle quadratique est adéquat pour expliquer les effets des mélanges sur le profil sensoriel du jus d'orange. À l'exception de la variable « Odeur », les surfaces de

réponse représentent donc d'une manière adéquate les effets de chaque mélange sur le profil sensoriel du JONFC.

#### **4.4.2.1. Effet des trois mélanges de composés volatils sur l'attribut sensoriel « Fraîchement pressé »**

La Figure 4.2a montre les effets séparés des trois mélanges de composés volatils sur l'attribut « Fraîchement pressé ». Les surfaces de réponse, représentées dans les Figures 4.2b et 4.2c, montrent qu'à des faibles concentrations, le mélange A augmente légèrement la note « Fraîchement pressé » du jus d'orange jusqu'à un seuil optimal. Selon le Tableau 4.7, celui-ci se situe à 5.6 mg/l. Au delà de cette concentration, l'effet sur cet attribut devient fortement négatif. De plus, cette diminution est fortement accentuée par une augmentation de la concentration des mélanges B et C dans le jus. Par contre, les mélanges B et C n'ont pas d'effet sur cet attribut si la concentration du mélange A est faible (inférieure à la concentration optimale). Les résultats démontrent aussi que le mélange C a la particularité de masquer les effets nocifs des autres mélanges sur la note « Fraîchement pressé ». En effet, la surface de réponse de la Figure 4.2d montre une augmentation de la valeur du descripteur « Fraîchement pressé » provoquée par le mélange C à des concentrations élevées des mélanges A et B.

Selon le Tableau 4.7, une concentration de 5.6 mg/l de mélange A, en l'absence des mélanges B et C dans le jus d'orange, produit la note « Fraîchement pressée » optimale qui pourrait atteindre une valeur avoisinant 8.9.

#### **4.4.2.2. Effet des trois mélanges de composés volatils sur les attributs « Intensité du goût », « Maturité » et « Odeur »**

Les trois mélanges de composés volatils ont, dans l'ensemble, un effet similaire sur les variables sensorielles « Intensité du goût », « Maturité » et « Odeur ». En effet, comme dans le cas de l'attribut « Fraîchement pressé », une augmentation de la concentration du mélange A aux seuils de 5.0, 6.4 et 3.7 mg/l, (Tableau 4.7), permet une élévation des notes accordées aux attributs « Intensité du goût », « Maturité » et « Odeur », respectivement. À des concentrations supérieures, les effets sur ces variables sensorielles deviennent fortement négatifs. Selon la Figure 4.3a, le mélange B diminue significativement les notes de ces attributs sensoriels tandis

que le mélange C, les augmente. Cependant, dans le cas de l'attribut « Intensité du goût » ces effets ne sont pas significatifs.

Les surfaces de réponse de la Figure 4.3 montrent que l'effet bénéfique du mélange C sur les trois attributs sensoriels est perceptible à des hautes concentrations des mélanges A et B. Comme pour l'attribut « Fraîchement pressé », ce mélange masque les effets nuisibles des mélanges A et B sur ces attributs. Ainsi, selon le Tableau 4.7, une valeur optimale de l'« Intensité du goût » s'obtiendrait à des concentrations de 7.0 mg/l du mélange C.

#### **4.4.2.3. Effet des trois mélanges de composés volatils sur les attributs sensoriels « Arômes ajoutés », « Huileux » et « Zesté »**

L'effet des trois mélanges est similaire sur les attributs « Arômes ajoutés », « Huileux » et « Zesté » (Figure 4.4). Les effets du mélange C sur ces descripteurs sensoriels ne sont pas significatifs. D'après la Figure 4.4a, les mélanges A et B ont, en général, un effet bénéfique sur les trois attributs. Cependant, dans le cas du mélange A cet effet est sensible à partir d'une concentration de 4.4 mg/l pour l'attribut « Arômes ajoutés » et de 3.5 mg/l pour les attributs « Huileux » et « Zesté » (Figure 4.4b et Tableau 4.7). Quant au mélange B, il provoque une augmentation des notes attribuées aux trois descripteurs, même à de faibles concentrations.

#### **4.4.3. Effet de l'ajout des composés volatils individuels sur le profil sensoriel du JONFC**

Le Tableau 4.8 représente un résumé de l'analyse de variance réalisée pour chaque attribut constituant le profil sensoriel du JONFC. Le coefficient de corrélation du modèle de régression, dont les paramètres pour chaque attribut sont montrés dans le Tableau 4.9, dépend de l'attribut à étudier. En effet, les coefficients de corrélation varient entre 53.5% pour l'attribut « Maturité » et 89.7% pour l'attribut « Intensité du goût ». Comme dans le cas des trois mélanges, l'analyse de variance démontre que les variations de la teneur des 5 composés volatils ajoutés au JONFC n'ont pas d'effet sur l'attribut « Équilibré ». De la même manière, l'attribut « Oxydé » (non rapporté dans le Tableau 4.8 car sa variabilité était nulle) et les attributs « Zesté » et « Maturité » ne sont pas affectés par l'ajout des composés volatils au jus de base. Pour les autres variables sensorielles, au moins un des 5 composés volatils montre un



effet significatif. Ainsi, l'hexanal et le 3-hydroxy ethyl hexanoate modifient significativement les descripteurs « Odeur » « Fraîchement pressé » et « Intensité du goût ». L'hexanal et le sabinene affectent la variable « Arômes ajoutés » et l'ethyl butyrate modifie les notes de l'« Odeur ». En plus, le 3-hydroxy ethyl hexanoate est le seul composé qui affecte significativement l'attribut « Huileux ».

Le *d*-(+)-carvone, ajouté seul au jus de base, ne modifie pas les notes attribuées aux variables sensorielles. En contrepartie, ce composé volatil ainsi que le sabinene interviennent dans la majorité des interactions significatives entre des composés pris deux à deux. Ces composés volatils interagissent surtout avec l'hexanal et le 3-hydroxy ethyl hexanoate en modifiant l'« Intensité du goût », l'« Odeur » et, en moindre mesure, les attributs « Fraîchement pressé » et « Maturité ». Le Tableau 4.10 montre les effets principaux et les interactions binaires entre chaque composé volatil sur le profil sensoriel du JONFC.

Les effets individuels des composés volatils ajoutés au jus d'orange sont illustrés dans la Figure 4.5. Selon le Tableau 4.10, pratiquement toutes les interactions ont un effet positif sur les attributs sensoriels du JONFC. Ainsi, on peut constater que l'hexanal et le 3-hydroxy ethyl hexanoate augmentent significativement les notes attribuées aux descripteurs « Odeur », « Fraîchement pressé » et « Intensité du goût ». L'attribut « Odeur » est aussi bonifié par l'ethyl butyrate. Aucun composé volatil n'augmente la valeur des attributs « Huileux » et « Arômes ajoutés ». En fait, le 3-hydroxy ethyl hexanoate empêche l'augmentation de la valeur de ces attributs causée par les autres composés volatils. Autrement dit, il masque les effets négatifs des autres composés volatils. Cet effet de masquage est aussi significatif pour l'hexanal et le sabinene sur l'attribut « Arômes ajoutés ». Grâce à cet effet de masquage, on observe une diminution apparente des notes attribuées à ces descripteurs sensoriels.

Une attention spéciale a été portée aux commentaires que les panélistes ont noté dans les feuilles de réponses lors de la dégustation effectuée dans chaque expérience. Nous avons remarqué que dans plusieurs dégustations, au moins un panéliste a noté une particularité qu'il avait perçue de manière olfactive ou gustative. Au total, le panel a détecté 21 qualités particulières dans les jus modifiés par l'ajustement de leur composition volatile. Ces qualités peuvent être classées dans 6 nuances sensorielles :

Nuance	Particularité perçue par au moins un panéliste
Agréable	Agréable, Sucré.
Verte	Vert, Foin, Gazon, Herbe.
Réglisse	Réglisse, Anis, Menthe.
Artificielle	Artificiel, « Tang », Confiture, Bonbon.
Chimique	Chimique
Amère	Surdosé, Amer, Persistant, Huileux mais fade, sans odeur, Ordinaire

Une analyse hiérarchique a montré un rapport étroit entre ces particularités sensorielles et les composés volatils ajoutés au jus de base. En effet, dans la Figure 4.6 on peut observer que la note « Verte » est liée à l'augmentation de l'hexanal dans le jus, la note « Agréable », à l'augmentation du 3-hydroxy ethyl hexanoate. Le sabinene est corrélé à la note « Amère » et contribue avec l'ethyl butyrate dans l'augmentation de la note « Chimique » (décrite dans le Tableau 2.2 à la page 65). Dans un groupe opposé, les notes « Réglisse » et « Artificiel » sont liées à l'augmentation du *d*-(+)-carvone. Ces dernières notes constituent des nuances étrangères aux caractéristiques sensorielles propres au jus d'orange.

Le Tableau 4.11 montre les concentrations nécessaires pour obtenir les notes optimales des attributs sensoriels du jus. Selon ces résultats, une concentration maximale d'hexanal, de 3-hydroxy ethyl hexanoate et de sabinene, autour de 0.8, 4.0 et 0.8 ppm, respectivement, (ces teneurs sont au-dessus des concentrations naturelles mesurées dans le JONFC), ainsi qu'une teneur moyenne d'ethyl butyrate (0.1 à 0.2 ppm) et l'absence de *d*-(+)-carvone, produiraient les notes optimales pour les attributs « Fraîchement pressé », « Intensité du goût » et « Odeur ».

## 4.5. Discussion

En général, le mélange des composés aliphatiques (Mélange A), composé de 2-pentanone, d'ethyl butyrate, de 3-hexen-1-ol, d'hexanal, de 3-hydroxy ethyl hexanoate et de *d*-(+)-carvone, produit des effets bénéfiques sur le profil sensoriel du JONFC à des concentrations ajoutées variant entre 3 et 5 mg/l. En effet, dans cet intervalle on observe une augmentation significative des notes « Fraîchement pressé », « Intensité du goût » et « Odeur » et une

diminution des notes « Arômes ajoutés », « Huileux » et « Zesté ». Néanmoins, à des concentrations supérieures à ce seuil son effet dévient fortement négatif. Selon les commentaires des panélistes, à des concentrations supérieures à 7 mg/l, le mélange A, produit des arômes « herbacés », de « basilic » ou « verts » dans le JONFC qui s'éloignent de la saveur typique de ce produit. Ceci confirme, de manière générale, la nature herbacée ou fruitée des propriétés odorantes de ce groupe de composés volatils.

De manière individuelle, les composés volatils appartenant au Mélange A produisent des odeurs agréables de type « herbacée », « fruitée » et « mentholée » (Maarse, 1991). L'augmentation de la note accordée aux attributs sensoriels « Fraîchement pressé », « Intensité du goût » et « Odeur » s'expliquerait d'une part, par la qualité odorante propre à chaque composé. D'autre part, elle peut être le résultat de la somme de l'odeur qui dégage chaque composé du mélange. Selon le terme proposé par Breslin (1996), les composés constituant le Mélange A auraient un effet synergique sur ces attributs sensoriels. Buettner et Schieberle (2001b) ont constaté que l'arôme fruité des solutions modèle (simulant le jus d'orange) était le résultat d'un effet additif des caractéristiques odorantes individuelles de certains esters. Ces composés avaient été ajoutés aux solutions modèle sous forme d'un mélange. Cet effet est similaire à celui que nous avons détecté.

L'effet négatif qui suit peut être le résultat d'un excès de ce type de composés volatils dans le jus. Hinterholzer et Schieberle (1998) ont démontré qu'ils ont une grande capacité odorante ; donc, à des concentrations élevées ils peuvent provoquer des odeurs non balancées avec l'arôme global du jus d'orange. Ceci a été démontré, dans notre étude, par une augmentation significative de la note « Arômes ajoutés » proportionnelle à la diminution des notes « Fraîchement pressé », « Intensité » et « Odeur » et par la perception d'une excessive note « verte ».

L'ajout de mélange B, composé de terpènes et de sesquiterpènes et prédominé par le limonène, affecte négativement les attributs « Fraîchement pressé » et « Odeur » du JONFC et provoque une augmentation de la note « Arômes ajoutés » et « Huileux ». D'après les commentaires des panélistes, c'est ce mélange qui développe dans le jus des notes artificielles et chimiques. Ceci s'expliquerait par le fait que l'excès de ces constituants dans le jus produit des sensations irritantes, piquantes ou brûlantes (Shaw, 1991). De plus, les composés volatils appartenant au

mélange B font partie de l'huile du flavedo des oranges et produisent des saveurs amères si'ils sont ajoutés en excès. Dans l'industrie, l'huile de flavedo est utilisée dans l'élaboration des boissons aromatisées à l'orange (Nagy et Shaw, 1990).

Le mélange C, composé des aldéhydes et des alcools terpéniques, améliore l'« Intensité du goût » sans ajouter des notes artificielles ou des saveurs « Huileux » ou « Zestés » au jus d'orange. De plus, il a la particularité de masquer les effets nuisibles, au niveau sensoriel, provoqués par des hautes concentrations des composés volatils constituant les mélanges A et B. En effet, les composés volatils appartenant au mélange C rehaussent les notes sensorielles qui avaient été diminuées par les mélanges A et B comme les notes « Fraîchement pressé », « Intensité du goût » et « Odeur ». À des concentrations élevées, ce mélange apporte des notes « fraîches » et « citronnées » au jus d'orange. Ces résultats concordent avec les observations de Olhoff (1994) et Schieberle et Buettner (2001) démontrant les propriétés odorantes fruitées-citronnées des aldéhydes à des concentrations élevées. Cependant, ces composés affectent négativement les descripteurs « Fraîchement pressé » et « Odeur » du jus d'orange même à des faibles concentrations. Ceci s'expliquerait par le fait que les alcools terpéniques, particulièrement l' $\alpha$ -terpineol et le terpinen-4-ol sont responsables de l'arôme typique d'un jus entreposé pendant une longue période (Haleva-Toledo *et al.*, 1999 ; Moshonas et Shaw, 1989), ou bien chauffée excessivement (Farnworth *et al.*, 2001 ; Marcotte *et al.*, 1998). Selon Petersen *et al.* (1998), ces composés produisent des odeurs oxydées.

À partir de ces résultats, nous pouvons retenir que :

- 1) Les composés volatils aliphatiques à chaîne courte pourvus d'un groupement fonctionnel, permettent d'améliorer le profil sensoriel du jus d'orange à condition d'y être présents à des concentrations ne dépassant pas certaines limites. Les limites seraient entre 3 à 5 mg/l, dans le cas des composés groupés dans le mélange A.
- 2) La teneur en composés volatils terpéniques ou sesquiterpéniques, appartenant au mélange B, doit être maintenue à des concentrations se retrouvant à des niveaux naturels dans le jus d'orange, à cause des effets négatifs de ces composés sur la note « Fraîchement pressé ». Ces composés ne doivent pas être ajoutés dans le jus car ils développent des notes artificielles indésirables. Comme dans le cas des composés provenant du flavedo des oranges, leurs

teneurs dans le jus dépendent largement du mode d'extraction utilisé dans l'industrie (Nagy et Shaw, 1990). Par conséquent, pour limiter leur concentration dans le jus il est nécessaire de contrôler de manière rigoureuse le procédé d'extraction et d'épuration de ce produit.

3) Les alcools terpéniques et les aldéhydes à chaîne longue, appartenant au mélange C, n'améliorent pas le profil sensoriel d'un jus d'orange de qualité moyenne. Cependant, si le jus contient des concentrations élevées d'huile ou s'il est perçu par le panel de dégustation comme ayant des notes artificielles ou chimiques, l'ajout de ces composés volatils permet d'amenuiser ces défauts.

4) Dans l'intervalle des concentrations testées, les composés volatils groupés dans les mélanges ne développent pas d'arômes oxydés dans le jus d'orange. De la même manière, la perception du rapport sucré/acidité n'est pas altérée par ces composés. Cela n'est pas surprenant étant donné la non-volatilité des constituants dont dépend ce rapport, soit les sucres et les acides organiques. Cependant, dans la plupart de cas, le panel a remarqué une augmentation de la persistance du goût du jus d'orange due à l'ajout de composés volatils.

Parmi les composés volatils testés individuellement, l'hexanal et le 3-hydroxy ethyl hexanoate ont augmenté significativement les notes sensorielles « Fraîchement pressé », « Odeur » et « Intensité du goût » du JONFC. De plus, ces composés n'ajoutent pas des notes indésirables de type « Huileux » ou d'« Arômes ajoutés ». Bien au contraire, l'enrichissement de ces composés amenuiserait possiblement les notes indésirables citées auparavant, provoquées par d'autres constituants. L'analyse de variance suggère que ces deux composés interagissent de manière significative en augmentant les attributs « Fraîchement pressé », « Odeur » et « Intensité du goût ». Cependant, selon les commentaires du panel de dégustation, l'hexanal, à des concentrations élevées (supérieures à 1 ppm), ajoute une nuance verte ou herbacée au jus d'orange. Cette particularité n'est probablement pas désagréable car elle s'accompagne d'une augmentation des notes sensorielles recherchées.

Comme déjà discuté dans les chapitres précédents, les odeurs dégagées par l'hexanal et le 3-hydroxy ethyl hexanoate sont herbacées et fruitées, respectivement. Par conséquent, les résultats de cette épreuve suggèrent que l'attribut « Fraîchement pressé », qui est d'ailleurs positivement corrélé aux attributs « Odeur » et « Intensité du goût » peut être le résultat d'une

combinaison de composés volatils aliphatiques à caractère « Vert » et « Fruité ». Les aldéhydes à chaîne courte, ainsi que les esters aliphatiques des extraits essentiels d'orange, seraient des composés volatils très utiles dans le contrôle des variations de la flaveur du JONFC.

Les composés terpéniques, tels que le sabinene ou le *d*-(+)-carvone ne contribuent pas aux notes sensorielles recherchées dans le JONFC. Le *d*-(+)-carvone ajoute des nuances étrangères au goût du jus d'orange, tandis que le sabinene provoque une note d'« Amertume ». La concentration naturelle de ces constituants étant suffisante pour produire une flaveur équilibrée en ce qui concerne notamment leurs interactions avec le reste des composés volatils du jus. Par conséquent, ces composés ne devraient pas être utilisés pour l'enrichissement du JONFC.

L'ethyl butyrate, bien qu'il soit un ester aliphatique dont les qualités odorantes se situent dans les rangs des composés fruités ne semble pas produire les résultats escomptés. En effet, il augmente significativement l'« Odeur », mais à des concentrations supérieures à 1 mg/l, il produit des notes « Huileuses » et « Amertume ». Il a été démontré que ce composé volatil a la capacité odorante la plus élevée dans le jus d'orange (Buettner et Schieberle, 2001b). Par conséquent, même ajouté à de faibles concentrations, il est possible qu'un panel entraîné le perçoive en excès. Ainsi, les concentrations de ce composé que l'on trouve naturellement dans le jus d'orange seraient suffisantes pour contribuer de façon équilibrée au profil sensoriel du JONFC.

Les résultats des expériences d'optimisation de la flaveur du JONFC montrent que les composés volatils aliphatiques utilisés dans cette étude permettent d'atteindre 85 à 89% de la note « Fraîchement pressé » du produit. Il existe plusieurs raisons pour lesquelles les notes maximales de cet attribut sensoriel n'ont pas été atteintes. L'une des raisons concerne la solubilisation des composés volatils. Des variations dans le degré d'émulsification ont possiblement provoqué une incorporation hétérogène de ces constituants dans le jus. Le panel a donc détecté ces composés volatils comme des substances « ajoutées » de manière artificielle, c'est-à-dire, non balancées avec la flaveur globale du produit.

Une autre raison, pour laquelle l'arôme « Fraîchement pressé » n'a pas été restitué à 100% dans le JONFC, pourrait être due à l'absence d'autres composés, non détectés dans cette étude et qui seraient essentiels dans la conformation de l'attribut « Fraîchement pressé ». En effet, l'une des contraintes de la méthode d'extraction-séparation des composés volatils que nous avons utilisée est la sélectivité des composés volatils. Comme le solvant (diethyl éther) et la colonne chromatographique (RTX-5) utilisés ont une faible polarité, il est possible que durant l'extraction et la séparation des composés volatils, les molécules à polarité élevée n'aient pas été détectées par la méthode utilisée. Probablement parce qu'elles ne se sont pas solubilisées dans le diethyl éther ou bien elles ont été masquées par le pic du solvant lors de la séparation chromatographique ou encore, elles n'ont pas été retenues par la colonne.

Mis à part les composés aliphatiques analysés dans cette étude, particulièrement l'hexanal l'éthyl butyrate et le 3-hydroxy éthyl hexanoate, Shaw (1991) a proposé l'acétaldéhyde, les esters : éthyl-2-méthyl butyrate, éthyl propionate et méthyl butyrate et les alcools : (*E*)-2-hexenol et (*Z*)-3-hexenol comme étant des composés volatils d'impact dans l'arôme « Fraîchement pressé » du jus d'orange. Il a rapporté que les esters produisent des odeurs typiquement fruitées et que les alcools dégagent des odeurs fruitées et « vertes ». Il a proposé aussi que les esters agissent de manière synergique. Par ailleurs, cette proposition a été récemment constatée par Buettner et Schieberle (2001b). En outre, Hinterholzer et Schieberle (1998) ont confirmé l'impact de l'éthyl-2-méthyl butyrate et de l'éthyl propionate et ils ont mis en relief l'importance des aldéhydes : (*Z*)-3-hexenal (odeur « verte ») et décanal (odeur citronnée à concentration élevée) dans la flaveur d'un jus d'orange fraîchement pressé. L'importance de ces composés volatils nous laisse entrevoir que les molécules aliphatiques à courte chaîne sont essentielles dans l'expression de l'attribut sensoriel « Fraîchement pressé » du jus d'orange et que cet attribut est constitué d'un mélange approprié des odeurs « verte », « herbacée » et « fruitée ».

#### **4.6. Conclusion**

Les essais d'enrichissement du JONFC avec des composés volatils ont démontré que le mélange A, constitué par les composés volatils aliphatiques pourvus d'un groupement fonctionnel améliore significativement le profil sensoriel du JONFC, à condition d'être présent

à des concentrations ne dépassant les 11-13 mg/l. Parmi les constituants de ce mélange, l'hexanal et le 3-hydroxy ethyl hexanoate contribuent significativement à l'augmentation des notes « Fraîchement pressé », « Intensité du goût » et « Odeur ». D'ailleurs, il est possible que l'attribut « Fraîchement pressé » soit le résultat d'une combinaison de composés volatils aliphatiques à caractère herbacé et fruité. Par contre, l'ajout de concentrations excessives de *d*-(+)-carvone et d'ethyl butyrate seraient responsables des notes de réglisse, mentholées pour le premier, chimiques ou artificielles pour le deuxième, détectées dans le JONFC. Les terpènes et sesquiterpènes dépourvus de groupement fonctionnel, appartenant au mélange B, n'améliorent pas le profil sensoriel du JONFC. Ils sont plutôt responsables des notes « Huileux », trop « Zesté » et d'une sensation d'« Arômes ajoutés ». L'enrichissement du jus en aldéhydes et en alcools terpéniques constituant le mélange C n'améliore non plus le profil sensoriel du JONFC. Néanmoins, l'ajout des composés appartenant à ce mélange pourrait masquer les notes indésirables induites par les composés volatils du mélange B.



**Tableau 4.1.** Profil des mélanges de composés volatils ajoutés au JONFC.

Composé volatil	Teneur moyenne (mg/l) <sup>1</sup>	Proportion (%)	Concentrations ajoutées aux jus (mg/l)			
<b>Mélange A</b>						
2-pentanone	0.2	2.1	0.1	0.1	0.2	0.3
Hexanal	1.1	14.0	0.4	1.0	1.6	2.0
ethyl butyrate	1.1	13.1	0.4	0.9	1.5	1.8
3-hexen-1-ol	0.2	2.7	0.1	0.2	0.3	0.4
3-OH-ethyl hexanoate	4.6	58.1	1.7	4.1	6.5	8.1
<i>d</i> -(+)-carvone	0.8	10.0	0.3	0.7	1.1	1.4
<b>Total</b>	<b>8.0</b>	<b>100.0</b>	<b>2.8</b>	<b>7.0</b>	<b>11.2</b>	<b>14.0</b>
<b>Mélange B</b>						
$\alpha$ -pinene	1.7	0.7	0.6	1.5	2.4	3.0
$\beta$ -myrcene	6.8	3.0	2.4	5.9	9.5	11.9
3-carene	0.6	0.3	0.2	0.5	0.8	1.0
Limonène	195.0	85.2	69.1	170.5	271.8	340.9
Copaene	0.2	0.1	0.1	0.2	0.3	0.4
$\beta$ -caryophyllene	0.7	0.3	0.2	0.6	1.0	1.2
Valencene	20.4	8.9	7.2	17.8	28.4	35.6
Nootkatone	3.4	1.5	1.2	3.0	4.7	5.9
<b>Total</b>	<b>228.8</b>	<b>100.0</b>	<b>81.1</b>	<b>200.0</b>	<b>318.9</b>	<b>400.0</b>
<b>Mélange C</b>						
Octanal	2.1	19.4	0.3	0.7	1.1	1.4
$\gamma$ -terpinene	0.3	2.6	0.0	0.1	0.2	0.2
Linalool	3.7	34.4	0.5	1.2	1.9	2.4
Nonanal	0.2	2.2	0.0	0.1	0.1	0.2
(+)-terpinen-4-ol	1.2	10.8	0.2	0.4	0.6	0.8
$\alpha$ -terpineol	2.0	18.4	0.3	0.6	1.0	1.3
Decanal	0.9	8.3	0.1	0.3	0.5	0.6
Perillaldéhyde	0.4	3.8	0.1	0.1	0.2	0.3
Total	10.8	100.0	1.4	3.5	5.6	7.0

<sup>1</sup> : Concentration moyenne retrouvée dans les jus ayant obtenu les meilleures notes pour les attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité » (voir Chapitre 3).

**Tableau 4.2.** Plan d'expériences pour les composés volatils testés de manière individuelle<sup>1</sup>.

Unité	Plan basique					Combinaison
	A	B	C	D	E	
Exp.	hexanal	Ethyl butyrate	<i>d</i> -(+)-carvone	sabinene	3-hydroxy-ethyl hexanoate	
1	- <sup>3</sup>	-	-	-	+	E
2	+	-	-	-	-	A
3	-	+	-	-	-	B
4	+	+	-	-	+	ABE
5	-	-	+	-	-	C
6	+	-	-	-	+	ACE
7	-	+	+	-	-	BCE
8	+	+	+	-	-	ABC
9	-	-	-	+	-	D
10	+	-	-	+	+	ADE
11	-	+	-	+	+	BDE
12	+	+	-	+	-	ABD
13	-	-	-	+	+	CDE
14	+	-	+	+	-	ACD
15	-	+	+	+	-	BCD
16	+	+	+	+	+	ABCDE
17	+	+	+	+	+	Point central <sup>2</sup>

<sup>1</sup>. Dans ce plan, 3 expériences autour du point central ont été ajoutées en tant que répétitions.

<sup>2</sup>. Le point central est représenté par 5 expériences.

<sup>3</sup>. (-) : Aucun ajout ; (+) : Composé ajouté.

**Tableau 4.3.** Profil des composés volatils et profil sensoriel du jus d'orange de base.

Composé volatil	T. R. <sup>1</sup>	Concentration (mg/l)	Variable sensorielle	Note <sup>2</sup>
2-pentanone	5.7	0.05	« Arômes ajoutés »	1
Hexanal	8.3	0.44	« Équilibré »	5
ethyl butyrate	8.4	0.67	« Fraîchement pressé »	7
cis-3-hexen-1-ol	9.8	0.09	« Huileux »	6
1-hexanol	10.1	0.04	« Intensité »	8
$\alpha$ -pinene	11.5	2.41	« Maturité »	5
Sabinene	12.5	0.08	« Odeur »	7
$\beta$ -myrcene	13.0	9.22	« Zesté (Pelure) »	5
Octanal	13.3	0.05	« Oxydé »	0
3-carene	13.5	0.36	Qualité globale	Moyenne
Limonène	14.5	174.7		
$\gamma$ -terpinene	15.0	0.36		
1-octanol	15.3	0.47		
Linalool	16.0	3.68		
Nonanal	16.1	0.05		
3-hydroxy-ethyl hexanoate	16.7	2.03		
(+)-terpinen-4-ol	18.0	1.42		
$\alpha$ -terpineol	18.3	1.01		
Decanal	18.6	1.02		
<i>d</i> -(+)-carvone	19.6	0.41		
perillaldéhyde	20.2	0.22		
Copaene	22.2	0.34		
$\beta$ -elemene	22.4	0.67		
$\beta$ -caryophyllene	23.0	0.47		
$\beta$ -cubebene	23.1	0.21		
$\gamma$ -selinene	24.0	1.68		
valencene	24.2	10.66		
cadinene	24.5	1.85		
nootkatone	28.9	1.13		
Concentration totale	-	215.8		

<sup>1</sup> T. R. : Temps de rétention (min).

<sup>2</sup> Valeur moyenne des notes attribuées par les 5 panélistes entraînés.

**Tableau 4.4.** Pureté et origine des composés volatils utilisés pour l'ajustement de la composition volatile du JONFC.

Composé volatil	Pureté (%)	Origine
2-pentanone	99.70	Sigma-Aldrich
Hexanal	99.42	Firmenich
ethyl butyrate	99.40	Cedarome
3-hexen-1-ol	99.50	Sigma-Aldrich
sabinene	94.15	Cedarome
3-OH-ethyl hexanoate	98.00	Sigma-Aldrich
<i>d</i> -(+)-carvone	99.90	Sigma-Aldrich
$\alpha$ -Pinene	99.70	Sigma-Aldrich
$\beta$ -Myrcene	92.36	Firmenich
3-carene	95.98	Cedarome
limonène	99.26	Firmenich
copaene	95.00	Sigma-Aldrich
$\beta$ -caryophyllene	95.00	Sigma-Aldrich
valencene	79.24	Florida Flavors
nootkatone	97.86	Sigma-Aldrich
octanal	93.50	Sigma-Aldrich
$\gamma$ -terpinene	93.20	Sigma-Aldrich
linalool	99.95	Firmenich
nonanal	99.12	Sigma-Aldrich
(+)-terpinen-4-ol	99.50	Sigma-Aldrich
$\alpha$ -terpineol	96.00	Sigma-Aldrich
decanal	99.07	Sigma-Aldrich
perillaldéhyde	92.00	Sigma-Aldrich

**Tableau 4.5.** Résumé de l'analyse de variance des attributs sensoriels des jus enrichis avec les trois mélanges de composés volatils.

Source	DL	Sommes de carrés							
		Arômes ajoutés	Équilibré	Fraîchement pressé	Huileux	Intensité du goût	Maturité	Odeur	Zeste
Mélange : A	1	92.45 **	0.79 <sup>NS</sup>	36.54 **	27.83 **	37.01 **	15.51 **	45.40 **	6.77 **
Mélange : B	1	89.41 **	0.06 <sup>NS</sup>	6.88 *	15.95 **	2.11 <sup>NS</sup>	2.36 **	17.07 **	20.15 **
Mélange : C	1	4.65 <sup>NS</sup>	0.04 <sup>NS</sup>	0.47 <sup>NS</sup>	0.80 <sup>NS</sup>	4.42 <sup>NS</sup>	1.67 *	7.81 **	0.00 <sup>NS</sup>
A*A	1	64.85 **	0.22 <sup>NS</sup>	29.87 **	32.49 **	28.42 **	14.11 **	30.82 **	4.79 *
A*B	1	13.23 <sup>NS</sup>	0.10 <sup>NS</sup>	4.90 <sup>NS</sup>	7.23 *	8.10 <sup>NS</sup>	3.03 **	2.03 <sup>NS</sup>	3.03 <sup>NS</sup>
A*C	1	11.03 <sup>NS</sup>	0.00 <sup>NS</sup>	0.90 <sup>NS</sup>	4.23 <sup>NS</sup>	10.00 <sup>NS</sup>	2.03 *	13.23 **	3.03 <sup>NS</sup>
B*B	1	3.20 <sup>NS</sup>	0.22 <sup>NS</sup>	5.80 <sup>NS</sup>	0.04 <sup>NS</sup>	2.01 <sup>NS</sup>	0.01 <sup>NS</sup>	1.43 <sup>NS</sup>	0.61 <sup>NS</sup>
B*C	1	11.03 <sup>NS</sup>	0.10 <sup>NS</sup>	1.60 <sup>NS</sup>	5.63 *	3.60 <sup>NS</sup>	0.23 <sup>NS</sup>	4.23 *	9.03 **
C*C	1	23.83 <sup>NS</sup>	0.04 <sup>NS</sup>	8.82 *	1.10 <sup>NS</sup>	13.45 *	0.01 <sup>NS</sup>	0.84 <sup>NS</sup>	0.12 <sup>NS</sup>
Blocks	4	117.49 *	6.07 **	14.38 <sup>NS</sup>	14.89 *	23.00 <sup>NS</sup>	10.44 **	34.49 **	40.56 **
« Manque d'ajustement »	61	299.37 <sup>NS</sup>	8.35 <sup>NS</sup>	70.40 <sup>NS</sup>	78.66 <sup>NS</sup>	86.59 <sup>NS</sup>	26.27 <sup>NS</sup>	125.77 **	72.49 <sup>NS</sup>
Erreur	15	110.00	2.75	19.25	14.00	35.75	3.75	8.00	11.50
Total (corrigé)	89	864.49	18.62	211.60	208.06	266.06	80.22	297.66	172.22
R <sup>2</sup> (%)		77.25	65.49	81.31	77.38	82.19	73.16	85.65	70.82

\*\* :  $p < 0.01$ .

\* :  $0.01 < p \leq 0.05$ .

NS :  $p > 0.05$ .

DL : Degrés de liberté.

« Manque d'ajustement » ou « Lack-of-fit » : Absence d'ajustement du modèle quadratique aux résultats obtenus.

**Tableau 4.6.** Coefficients de régression quadratique des attributs sensoriels des jus enrichis avec les trois mélanges de composés volatils.

Paramètre	Arômes ajoutés	Équilibré	Fraîchement pressé	Huileux	Intensité du goût	Maturité	Odeur	Zeste
Terme constant	3.06	4.59	7.54	5.03	8.76	4.45	8.54	4.35
Mélange A	-0.56	0.00	0.46	-0.47	0.34	0.29	0.23	-0.15
Mélange B	0.00	0.00	-0.01	0.00	0.00	0.00	-0.01	0.00
Mélange C	0.87	0.01	-0.85	0.83	-1.27	-0.15	-0.75	0.67
AA	0.06	0.00	-0.04	0.04	-0.04	-0.03	-0.04	0.02
AB	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
AC	-0.06	0.00	0.02	-0.04	0.06	0.03	0.07	-0.03
BB	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
BC	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
CC	-0.14	0.01	0.09	-0.03	0.11	0.00	0.03	-0.01

**Tableau 4.7.** Concentration de mélanges produisant un optimum pour chaque variable sensorielle (mg/l).

Variable	Optimum*	Mélange A	Mélange B	Mélange C
Arômes ajoutés	0.0	4.4	2.5	6.2
Équilibré	5.0	14.0 <sup>NS</sup>	195.6 <sup>NS</sup>	3.6 <sup>NS</sup>
Fraîchement pressé	8.9	5.6	0.0	0.0
Huileux	5.0	3.5	78.8	1.0 <sup>NS</sup>
Intensité du goût	9.7	5.0	400.0 <sup>NS</sup>	7.0
Maturité	5.0	6.4	204.5	3.7
Odeur	8.6	3.7	17.5	0.0
Zesté	5.0	3.5	78.6	1.0 <sup>NS</sup>

\* Note optimale possible aux conditions de cette épreuve.

NS : Concentrations produisant un effet non significatif.

**Tableau 4.8.** Résumé de l'analyse de variance des attributs sensoriels des jus enrichis avec cinq composés volatils.

Source de variation	D.L.	Sommes de carrés							
		Odeur	Équilibré	Fraîchement pressé	Intensité du goût	Huileux	Zesté	Maturité	Arômes ajoutés
A : hexanal	1	2.01*	0.15 <sup>NS</sup>	5.27*	4.52**	0.31 <sup>NS</sup>	1.20 <sup>NS</sup>	1.09 <sup>NS</sup>	1.09*
B : ethyl butyrate	1	0.98*	0.16 <sup>NS</sup>	0.06 <sup>NS</sup>	0.35 <sup>NS</sup>	0.65 <sup>NS</sup>	0.10 <sup>NS</sup>	0.04 <sup>NS</sup>	0.13 <sup>NS</sup>
C : carvone	1	0.03 <sup>NS</sup>	0.70 <sup>NS</sup>	0.00 <sup>NS</sup>	0.01 <sup>NS</sup>	2.11 <sup>NS</sup>	0.00 <sup>NS</sup>	1.38 <sup>NS</sup>	0.14 <sup>NS</sup>
D : sabinene	1	0.16 <sup>NS</sup>	0.82 <sup>NS</sup>	0.84 <sup>NS</sup>	0.24 <sup>NS</sup>	0.44 <sup>NS</sup>	3.08 <sup>NS</sup>	0.77 <sup>NS</sup>	1.06*
E : 3-hydroxy ethyl hexanoate	1	6.98**	0.15 <sup>NS</sup>	7.62*	6.28**	5.84*	0.10 <sup>NS</sup>	0.12 <sup>NS</sup>	0.53 <sup>NS</sup>
AB	1	0.02 <sup>NS</sup>	0.67 <sup>NS</sup>	0.49 <sup>NS</sup>	3.39*	0.02 <sup>NS</sup>	1.64 <sup>NS</sup>	0.44 <sup>NS</sup>	0.65 <sup>NS</sup>
AC	1	0.63 <sup>NS</sup>	0.06 <sup>NS</sup>	0.14 <sup>NS</sup>	2.14*	0.70 <sup>NS</sup>	1.00 <sup>NS</sup>	3.20*	0.16 <sup>NS</sup>
AD	1	3.02*	0.02 <sup>NS</sup>	5.39*	2.57*	0.12 <sup>NS</sup>	0.15 <sup>NS</sup>	0.07 <sup>NS</sup>	0.35 <sup>NS</sup>
AE	1	6.46**	0.93 <sup>NS</sup>	5.77*	5.02**	1.49 <sup>NS</sup>	0.00 <sup>NS</sup>	0.38 <sup>NS</sup>	0.25 <sup>NS</sup>
BC	1	0.24 <sup>NS</sup>	0.74 <sup>NS</sup>	0.75 <sup>NS</sup>	0.03 <sup>NS</sup>	0.41 <sup>NS</sup>	2.04 <sup>NS</sup>	1.88 <sup>NS</sup>	0.15 <sup>NS</sup>
BD	1	1.36*	0.52 <sup>NS</sup>	1.41 <sup>NS</sup>	0.27 <sup>NS</sup>	1.64 <sup>NS</sup>	0.18 <sup>NS</sup>	0.02 <sup>NS</sup>	0.49 <sup>NS</sup>
BE	1	3.33**	0.02 <sup>NS</sup>	1.95 <sup>NS</sup>	4.53**	0.02 <sup>NS</sup>	0.35 <sup>NS</sup>	0.00 <sup>NS</sup>	0.07 <sup>NS</sup>
CD	1	0.18 <sup>NS</sup>	0.47 <sup>NS</sup>	1.72 <sup>NS</sup>	1.47*	0.04 <sup>NS</sup>	0.14 <sup>NS</sup>	0.56 <sup>NS</sup>	0.61 <sup>NS</sup>
CE	1	3.05*	0.37 <sup>NS</sup>	1.58 <sup>NS</sup>	2.17*	1.80 <sup>NS</sup>	0.49 <sup>NS</sup>	0.22 <sup>NS</sup>	0.00 <sup>NS</sup>
DE	1	0.12 <sup>NS</sup>	0.13 <sup>NS</sup>	0.14 <sup>NS</sup>	2.53*	0.59 <sup>NS</sup>	0.48 <sup>NS</sup>	0.04 <sup>NS</sup>	0.03 <sup>NS</sup>
Erreur totale	8	2.23	3.26	7.93	2.80	13.09	7.93	5.91	2.45
Total (corrigé)	23	21.46	10.31	35.79	27.09	31.92	28.94	12.70	5.63
R <sup>2</sup> (%)		89.6	68.4	77.8	89.7	59.0	72.6	53.5	56.4

\*\* : p &lt; 0.01.

\* : 0.01 &lt; p &lt; 0.1.

NS : p ≥ 0.1.

D.L. : Degrés de liberté.



**Tableau 4.9.** Coefficients de régression des attributs sensoriels des jus enrichis avec cinq composés volatils.

Paramètre	Odeur	Équilibré	Frais pressé	Intensité du goût	Huileux	Zesté	Maturité	Arômes ajoutés
Terme constant	7.87	4.91	7.14	8.08	3.36	4.28	3.10	0.03
A : hexanal	-1.56	-1.13	-1.89	-3.75	0.65	-0.51	1.71	0.86
B : ethyl butyrate	-8.14	1.69	-9.12	-12.84	-3.52	9.86	6.47	5.75
C : carvone	-1.38	-0.10	-1.18	-3.75	1.07	0.54	2.55	1.02
D : sabinene	-2.71	0.76	-3.53	-3.58	-0.35	-0.99	0.00	0.67
E : 3-hydroxy ethyl hexanoate	-0.59	-0.11	-0.41	-0.76	0.09	0.06	0.09	-0.03
AB	1.00	6.53	5.58	14.71	-1.00	-10.24	-5.31	-6.45
AC	-1.62	0.48	-0.76	2.97	1.71	2.04	-3.63	-0.82
AD	3.53	-0.31	4.71	3.25	0.70	-0.78	-0.54	-1.20
AE	1.02	0.39	0.96	0.90	-0.49	0.00	-0.25	-0.20
BC	4.14	-7.28	-7.37	1.47	5.41	-12.11	-11.64	-3.33
BD	10.47	-6.46	10.63	4.63	11.49	-3.84	-1.33	-6.27
BE	2.99	-0.23	2.29	3.49	0.25	0.97	-0.01	-0.42
CD	1.01	-1.66	3.16	2.92	0.45	0.91	-1.79	-1.88
CE	0.68	0.24	0.49	0.58	-0.53	-0.27	-0.19	0.02
DE	0.13	-0.13	0.14	0.58	-0.28	-0.25	0.07	0.06

**Tableau 4.10.** Effets principaux de l'ajout de 5 composés volatils sur le profil sensoriel du JONFC.

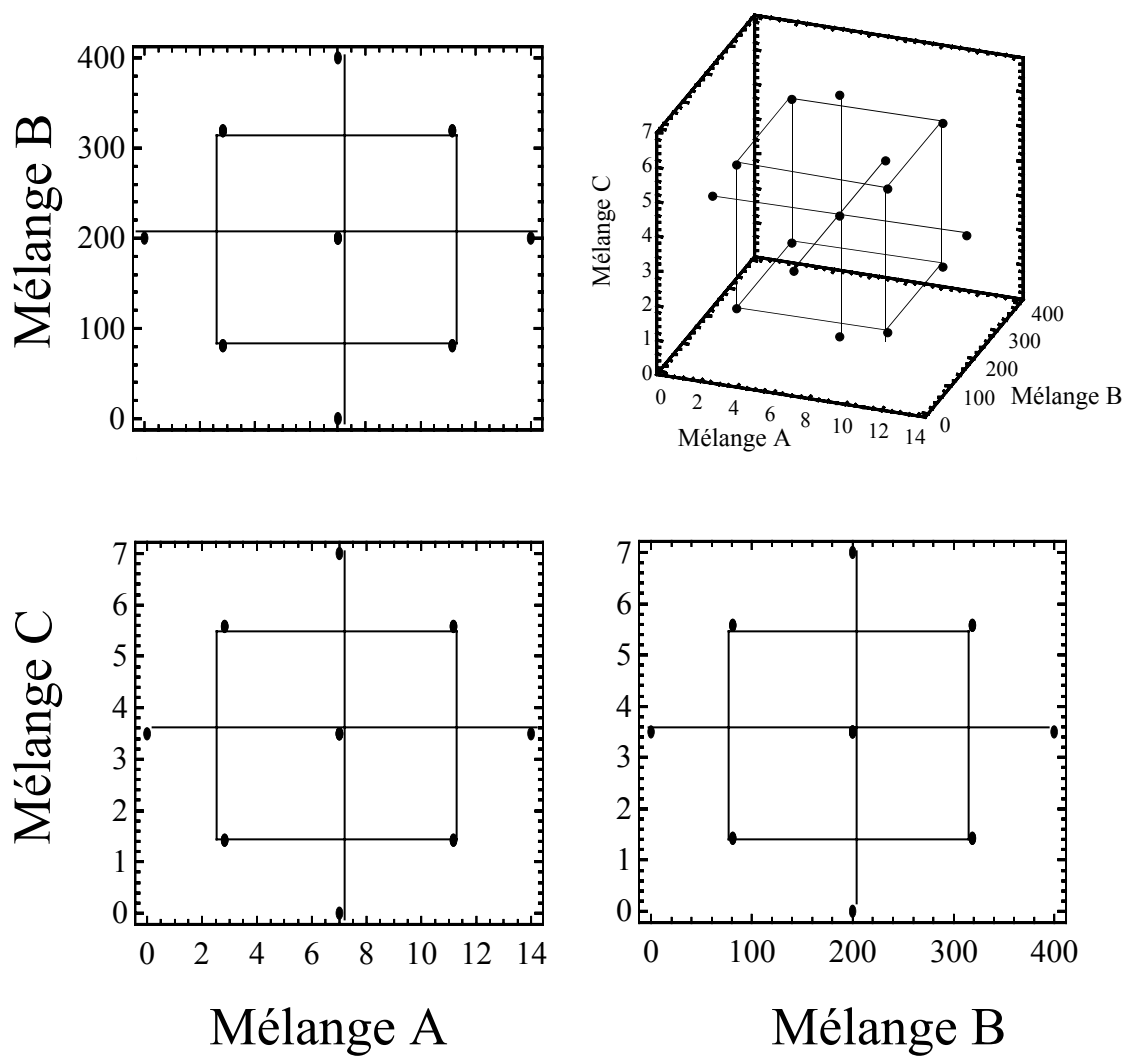
Paramètre	Odeur	Équilibré	Frais pressé	Intensité du goût	Huileux	Zesté	Maturité	Arômes ajoutés
Moyenne	6.77	4.50	5.99	5.49	3.85	4.08	3.65	0.12
A : hexanal	1.07	0.29	1.74	1.61	0.42	-0.83	-0.79	-0.79
B : ethyl butyrate	0.82	-0.33	-0.20	0.49	0.67	0.26	-0.17	-0.30
C : carvone	0.13	-0.65	0.02	-0.07	1.14	-0.03	-0.92	-0.29
D : sabinene	0.33	-0.75	0.77	0.41	0.56	-1.46	-0.73	-0.86
E : 3-hydroxy ethyl hexanoate	1.75	0.25	1.83	1.66	-1.60	-0.21	-0.23	-0.48
AB	0.08	0.52	0.45	1.18	-0.08	-0.82	-0.43	-0.52
AC	-0.52	0.15	-0.24	0.95	0.55	0.65	-1.16	-0.26
AD	1.13	-0.10	1.51	1.04	0.22	-0.25	-0.17	-0.38
AE	1.63	0.62	1.54	1.44	-0.78	-0.01	-0.40	-0.32
BC	0.33	-0.58	-0.59	0.12	0.43	-0.97	-0.93	-0.27
BD	0.84	-0.52	0.85	0.37	0.92	-0.31	-0.11	-0.50
BE	1.20	-0.09	0.92	1.40	0.10	0.39	0.00	-0.17
CD	0.32	-0.53	1.01	0.93	0.14	0.29	-0.57	-0.60
CE	1.10	0.38	0.79	0.92	-0.84	-0.44	-0.30	0.02
DE	0.21	-0.21	0.22	0.93	-0.45	-0.41	0.12	0.09

**Tableau 4.11.** Concentration des 5 composés volatils produisant les notes optimales des attributs sensoriels du JONFC.

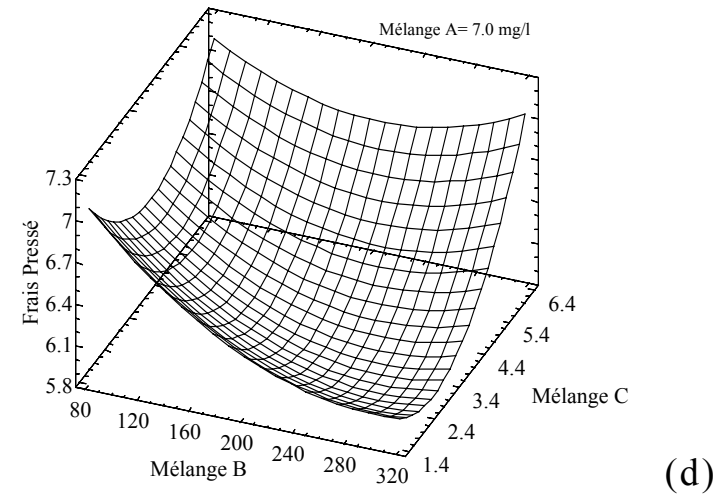
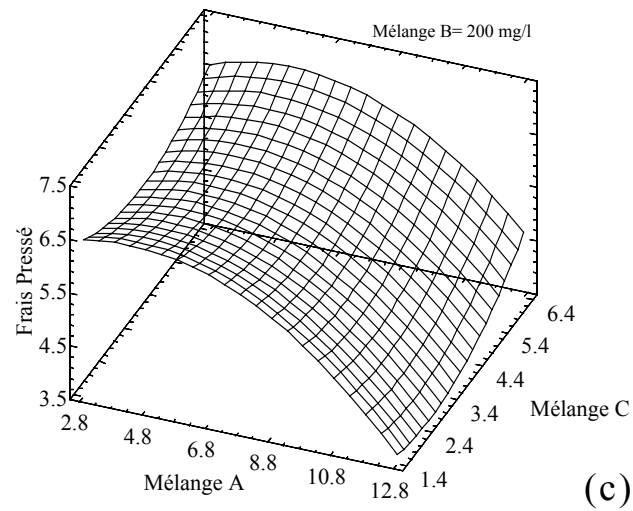
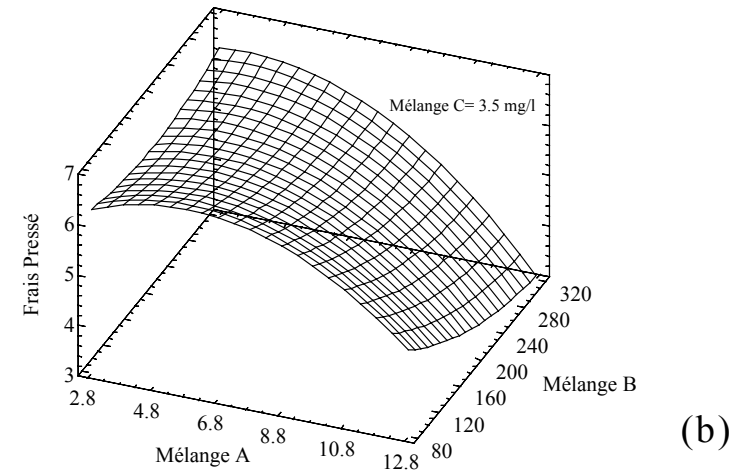
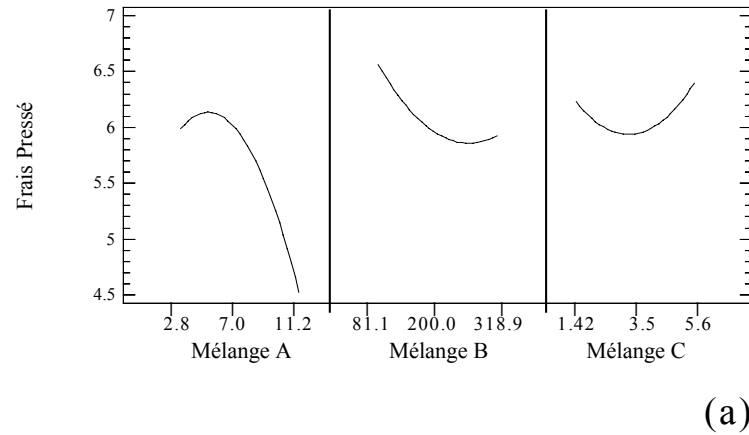
Composé volatil	Odeur	Équilibré	Fraîchement pressé	Intensité du goût	Huileux	Zesté	Maturité	Arômes ajoutés
But	10.0	5.0	10.0	10.0	5.0	5.0	5.0	0.0
Optimum*	8.2	5.0 <sup>NS</sup>	10.0	8.1	5.0	5.0 <sup>NS</sup>	5.0 <sup>NS</sup>	0.0
A : hexanal	0.8	0.6 <sup>NS</sup>	0.7	0.8	0.5	0.4 <sup>NS</sup>	0.0 <sup>NS</sup>	0.8
B : ethyl butyrate	0.1	0.1 <sup>NS</sup>	0.2	0.2	0.0	0.1 <sup>NS</sup>	0.0 <sup>NS</sup>	0.2
C : carvone	0.0	0.4 <sup>NS</sup>	0.1	0.0	0.6	0.4 <sup>NS</sup>	0.8 <sup>NS</sup>	0.0
D : sabinene	0.3	0.1 <sup>NS</sup>	0.8	0.8	0.8	0.0 <sup>NS</sup>	0.0 <sup>NS</sup>	0.0
E : 3-hydroxy ethyl hexanoate	4.0	2.6 <sup>NS</sup>	3.9	2.8	0.2	2.4 <sup>NS</sup>	0.1 <sup>NS</sup>	3.1

\* Note optimale possible aux conditions de cette épreuve.

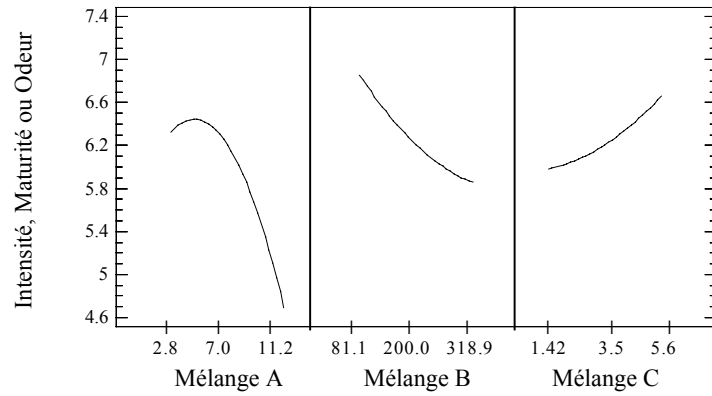
NS : Concentrations produisant un effet non significatif.



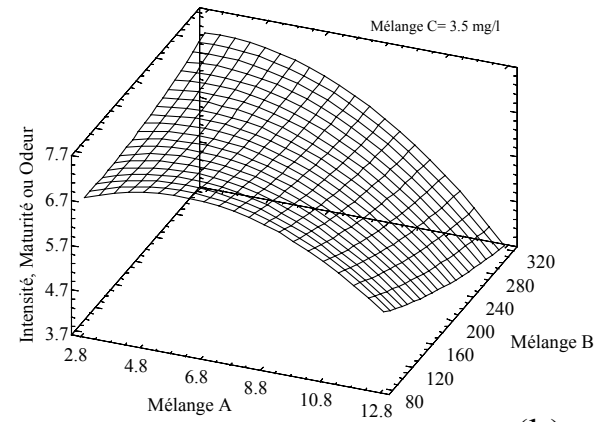
**Figure 4.1.** Plan d'expérience central composite rotatif avec trois facteurs, pour évaluer les effets des mélanges des composés volatils A, B et C (les chiffres indiquent les concentrations testées en mg/l de jus d'orange).



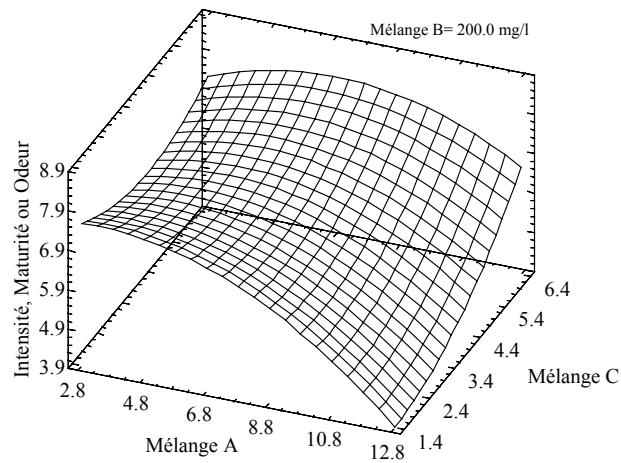
**Figure 4.2.** Surfaces de réponse traduisant l'effet des mélanges de composés volatils A, B et C sur l'attribut sensoriel « Fraîchement pressé ». a) Effet principal. b) Mélanges A et B. c) Mélanges A et C. d) Mélanges B et C (Toutes les concentrations sont en mg/l).



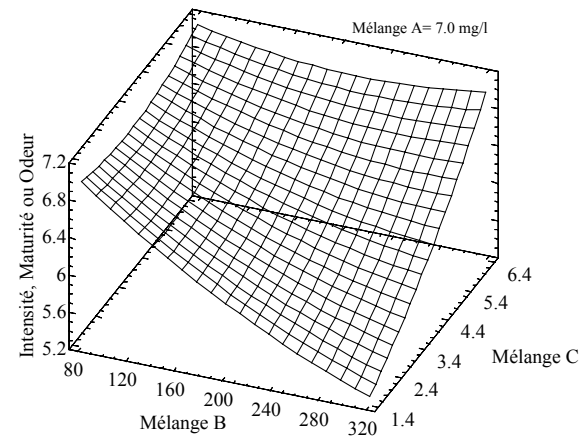
(a)



(b)

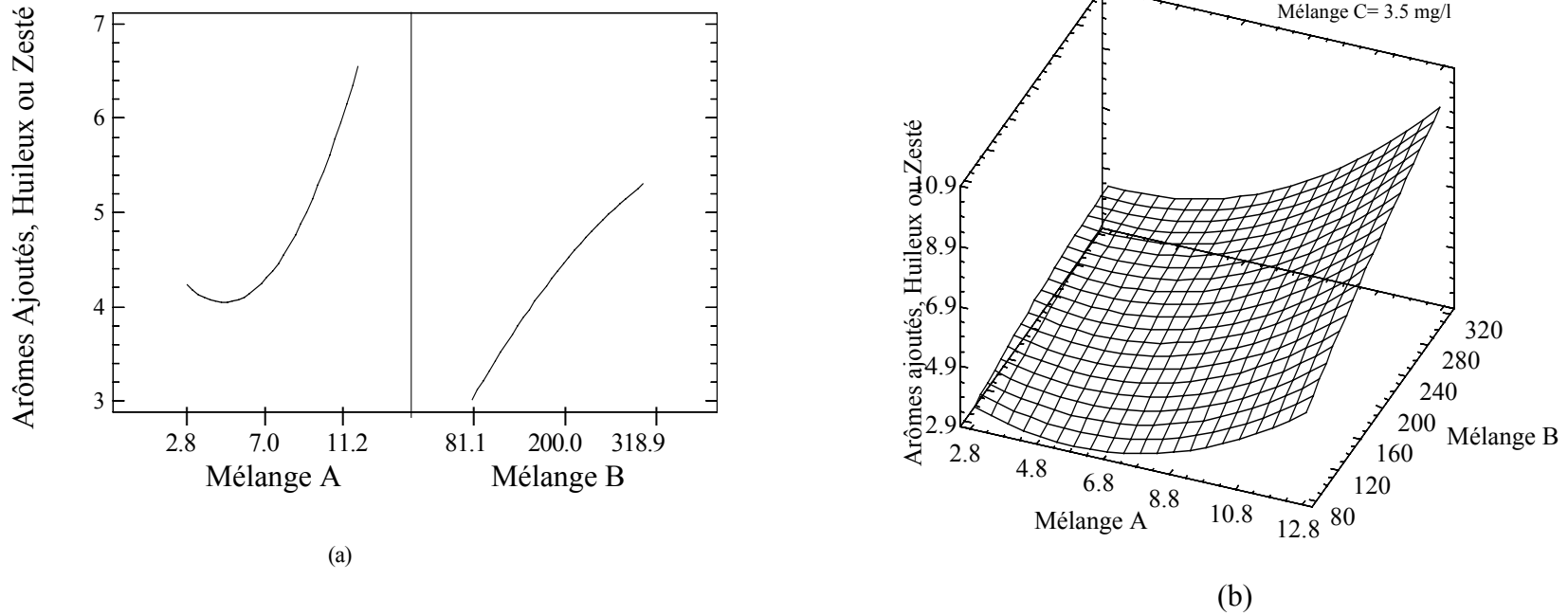


(c)

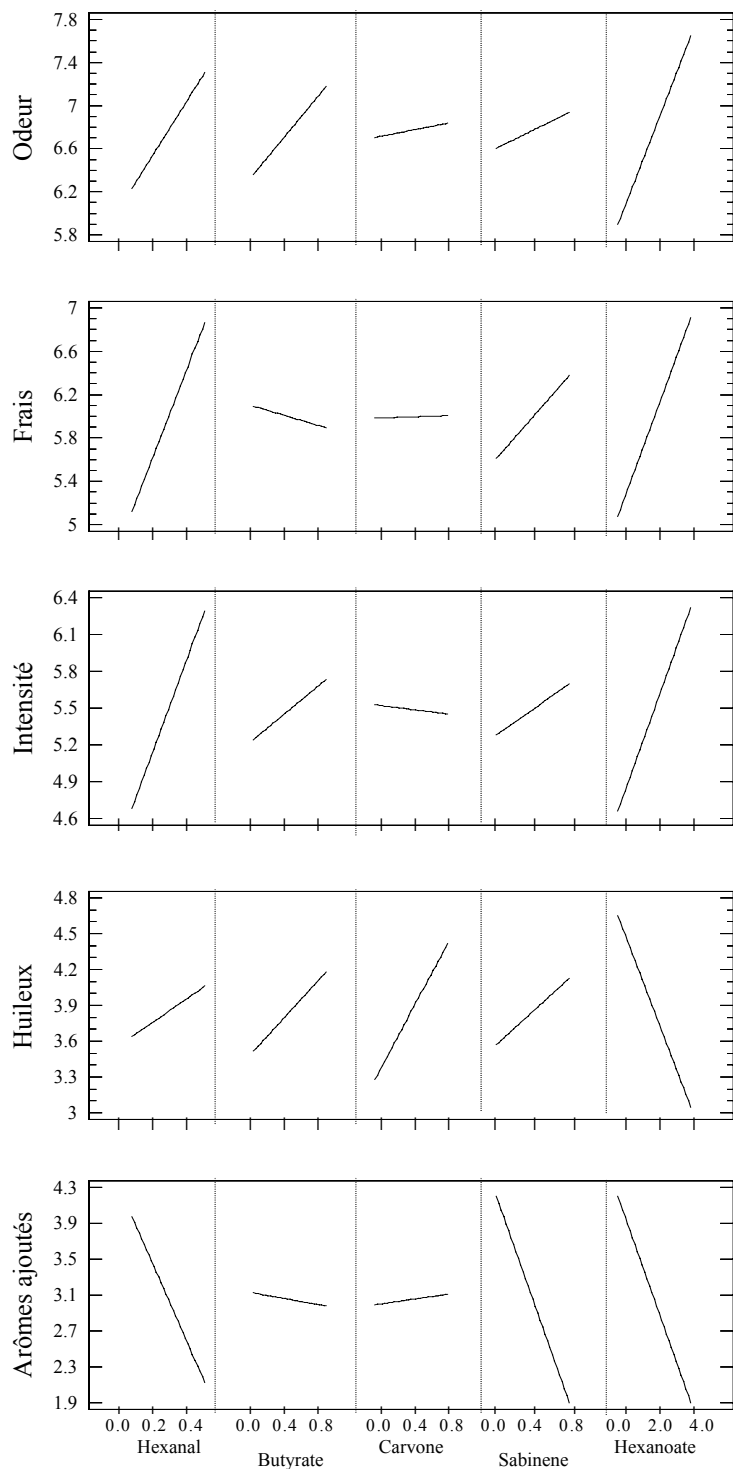


(d)

**Figure 4.3.** Surfaces de réponse traduisant l'effet des mélanges de composés volatils A, B et C sur les attributs sensoriels « Intensité du goût », « Maturité » et « Odeur » a) Effet principal. b) Mélanges A et B. c) Mélanges A et C. d) Mélanges B et C (Toutes les concentrations sont en mg/l).

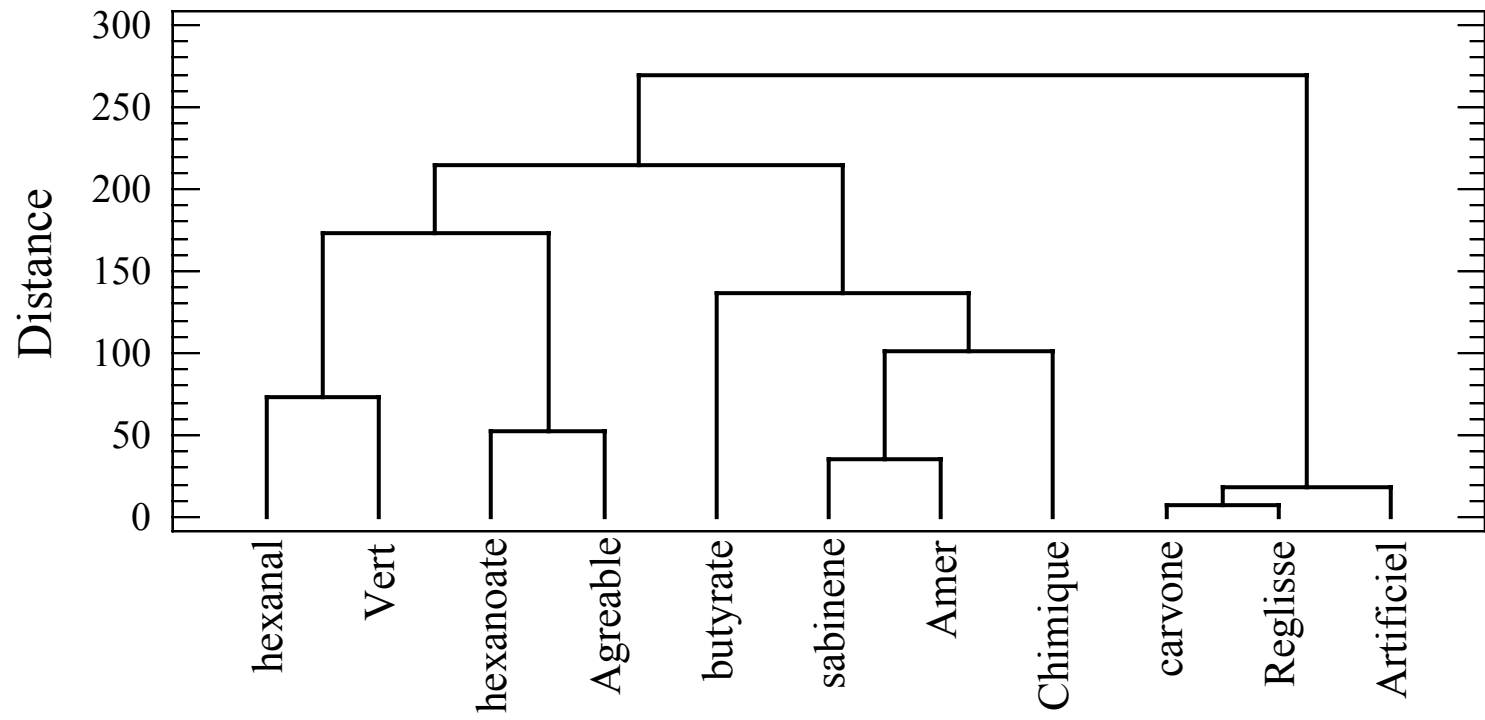


**Figure 4.4.** Surface de réponse traduisant l'effet des mélanges de composés volatils A et B sur les attributs sensoriel « Arômes Ajoutés », « Huileux » et « Zesté ». a) Effets principaux des deux mélanges significatifs. b) Effet des mélanges A et B. (Toutes les concentrations sont en mg/l).



**Figure 4.5.** Effets principaux de l'ajout de 5 composés volatils sur les attributs sensoriels du JONFC. (Toutes les concentrations sont en mg/l).





**Figure 4.6.** Dendrogramme du rapport entre les notes particulières détectées par le panel et les composés volatils individuels ajoutés au JONFC.

## **Conclusion Générale**

Cette thèse avait pour but général de caractériser et optimiser la flaveur du JONFC. Les essais menés dans la phase expérimentale visaient spécifiquement à 1) caractériser la flaveur du JONFC à l'aide de descripteurs sensoriels ; 2) évaluer les fluctuations de la flaveur du JONFC à travers une saison de production ; 3) déterminer, par une approche multivariée, les relations entre la flaveur du JONFC et sa composition chimique et physico-chimique, particulièrement son profil de composés volatils ; 4) analyser le lien entre certaines caractéristiques structurales des composés volatils et leur contribution à la flaveur de ce type de jus d'orange et 5) vérifier l'effet de la modification de la composition volatile d'un JONFC sur son profil sensoriel.

À partir d'une analyse sensorielle descriptive quantitative réalisée par un panel de dégustateurs experts, nous avons démontré que le JONFC se caractérise par huit attributs qui dénotent ses qualités sensorielles : « Fraîchement pressé », « Fruité », « Persistance Globale », « Huileux », « Équilibre Acide-sucré », « Maturité », « Zesté » et « Texture » et par douze attributs qui décrivent ses défauts : « Citron-Lime », « Mandarine », « Pamplemousse », « Artificiel », « Carton », « Chimique », « Chauffé », « Métallique », « Fermenté », « Laminé », « Médicament » et « Oxydé ». Une analyse multivariée des résultats de cette étude nous a permis de démontrer que la flaveur du JONFC peut se résumer en trois qualités sensorielles : l'« Arôme », l'« Arrière-Goût » et la « Saveur ». Ainsi, les attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité » expriment la richesse de l'arôme du JONFC, les attributs « Persistance globale » et « Huileux » dénotent l'intensité des sensations liées à l'arrière-goût, et les attributs « Équilibre » et « Maturité » expriment des qualités qui concernent sa saveur, notamment la relation entre le sucré et l'acidulé.

L'évaluation des variations de la flaveur du JONFC suggère une tendance saisonnière des fluctuations de son « Arôme », caractérisée par des valeurs maximales de cet attribut sensoriel au début de l'année et minimales entre les mois de juin et la mi-novembre. Cette tendance dépendrait de la variété des oranges et du temps d'entreposage du jus. Pour les autres attributs, par contre, la tendance semble être aléatoire. Par conséquent, cette étude démontre que l'« Arôme » est un indice sensoriel satisfaisant pour évaluer la flaveur globale du JONFC.

Parallèlement aux analyses sensorielles, nous avons déterminé le profil des composés volatils, l'acidité, le pourcentage d'huile du flavedo, les solides solubles totaux, la teneur en acides aminés libres et le profil rhéologique des échantillons de JONFC. Nous avons observé une

corrélation positive entre les variations de la « Saveur » du JONFC et les fluctuations de son acidité, de ses solides solubles et de ses acides aminés libres. Les résultats de ces analyses permettent de démontrer que la variable « Saveur » exprime, en effet, les sensations liées aux réactions sensorielles que procurent les sucres et les acides du jus. Il est connu aussi que la teneur en acides aminés augmente avec la maturité des oranges. La « Saveur » étant une résultante des attributs « Équilibre » et « Maturité », cette relation démontre que la perception sensorielle de la maturité concorde avec le degré de maturité des oranges avec lesquelles les jus ont été élaborés.

L'indice de viscosité du JONFC, exprimé par le coefficient  $K_M$  du modèle rhéologique de Mizrahi et Berk, ainsi que le pourcentage d'huile du flavedo ont une corrélation significative avec l'« Arôme » et l'« Arrière-Goût » de ce produit. Cette corrélation nous a permis de déduire qu'un JONFC plus visqueux, à cause de son écoulement plus lent, résidera plus longtemps dans la cavité buccale et la gorge, favorisant ainsi un meilleur contact entre les parois de la bouche et les constituants chimiques du jus. Cela se traduirait par une meilleure diffusion, notamment des composés volatils vers les récepteurs sensoriels de l'épithélium olfactif.

L'analyse par chromatographie gazeuse de la fraction volatile du JONFC, nous a permis de décortiquer la nature complexe du profil des composés volatils de ce produit. Parmi les 29 composés volatils identifiés, un petit nombre se trouve à des concentrations élevées, tandis que la majorité sont présents à de faibles concentrations dans le jus. Cependant, ces derniers jouent un rôle essentiel dans la qualité aromatique du jus d'orange. Nous avons démontré que l'éthyl butyrate ou l'hexanal, dont les concentrations moyennes sont de 0.64 et 0.4 mg/l respectivement, ont une relation positive hautement significative avec l'« Arôme » du JONFC. Par contre, l'enrichissement du jus en limonène qui est le composé volatil le plus abondant atténue la valeur de cet attribut sensoriel.

Nous avons observé qu'il existe un lien entre la structure chimique des composés volatils du JONFC et son « Arôme ». À partir de cette observation, nous avons constaté que la relation entre la composition volatile et l'« Arôme » du JONFC implique quatre catégories de composés dont chacune contient des molécules qui partagent certaines caractéristiques structurales communes, notamment le groupement fonctionnel et la chaîne de groupements

alkyl. Ainsi, cette étude démontre que l'« Arôme » est positivement corrélé avec des composés volatils aliphatiques à courte chaîne pourvus d'un groupement carbonylé (esters, aldéhydes, cétones). Par contre, la catégorie comportant des alcools terpéniques et, en moindre mesure, des aldéhydes à chaîne longue comme l'octanal ou décanal manifeste une corrélation négative avec cet attribut sensoriel. Les sesquiterpènes ainsi que certains terpènes dépourvus de groupement fonctionnel ont des corrélations intermédiaires ou nulles avec l'« Arôme », donc ils auraient une influence non significative sur cet attribut.

Afin d'optimiser la flaveur du JONFC, du jus de qualité gustative moyenne a été enrichi avec des composés volatils appartenant aux catégories identifiées auparavant. Les résultats ont démontré qu'à des concentrations ne dépassant 11 à 13 mg/l, le mélange constitué par des composés aliphatiques pourvus d'un groupement fonctionnel (2-pentanone, hexanal, ethyl butyrate, 3-hexen-1-ol, 3-hydroxy-ethyl hexanoate et *d*-(+)-carvone), améliore le profil sensoriel du JONFC significativement. Parmi ces constituants, l'hexanal, exhibant une odeur herbacée, et le 3-hydroxy ethyl hexanoate, exhibant une odeur fruitée, contribuent à l'augmentation de la flaveur « Fraîchement pressée » du JONFC. Le mélange constitué par des terpènes et sesquiterpènes dépourvus de groupement fonctionnel (limonène, valencene,  $\alpha$ -pinene,  $\beta$ -myrcene, etc.) détériore le profil sensoriel du JONFC en augmentant la note accordée aux attributs « Huileux », « Zesté » et « Arômes ajoutés ». Le mélange constitué par des aldéhydes et des alcools terpéniques (octanal, decanal, linalool,  $\alpha$ -terpineol, etc.) n'améliore pas le profil sensoriel du JONFC, néanmoins, il a la particularité d'atténuer les effets sensoriels indésirables induits par l'excès des autres composés dans le jus à l'étude.

Les résultats obtenus en ce qui concerne l'ajout du 3-hydroxy-ethyl hexanoate et de l'hexanal, nous laissent entrevoir que l'attribut « Fraîchement pressé » serait le résultat d'une combinaison de composés aliphatiques à courte chaîne exhibant une odeur « verte », « herbacée » et « fruitée ». Il serait intéressant d'évaluer de manière individuelle chacun de ces constituants aliphatiques, afin de mesurer leur contribution à cet attribut sensoriel.

Dans les expériences d'optimisation de la flaveur du JONFC, menées dans cette étude, nous n'avons pas réussi à restaurer la note « Fraîchement pressée » du produit. Cependant, les résultats observés, ainsi que les découvertes récentes à ce sujet, rapportées dans la littérature,

nous permettent de suggérer que d'autres composés volatils aliphatiques à courte chaîne, non détectés par nos méthodes d'analyse, seraient impliqués dans l'expression de cet attribut sensoriel du JONFC.

Aux concentrations retrouvées de manière naturelle dans le jus d'orange, la majorité des composés volatils exhibent des odeurs agréables. Cependant, nous avons constaté qu'à des concentrations élevées, leurs propriétés sensorielles deviennent déplaisantes. Jusqu'à maintenant, l'impact d'un composé volatil dans un aliment a été mesuré à partir de la détermination de son seuil de détection sensorielle. Ce paramètre ne tient pas compte du degré de plaisir que provoque ce composé, mais de la concentration minimale dans l'eau ou dans l'air nécessaire pour qu'il soit perçu par un panéliste entraîné. De la même manière que l'on mesure le seuil de détection, il serait très utile de déterminer le « Seuil hédonique » d'un composé volatil dans sa matrice alimentaire. Ce paramètre serait la concentration limite au-delà de laquelle l'odeur de ce composé devient désagréable ou non balancé avec la flaveur globale de l'aliment qui le contient. Cela nous permettrait de connaître l'effet individuel de l'ajout des composés volatils que nous avons identifié comme les plus importants dans le jus d'orange, ainsi que des qualités odorantes que ces composés développent dans ce milieu complexe.

En résumé, cette thèse a contribué à l'avancement des connaissances dans la compréhension des facteurs régissant la flaveur du JONFC et ce, à plusieurs niveaux. En effet, elle a permis d'identifier les attributs sensoriels qui caractérisent cette propriété sensorielle. Parmi ces attributs, les descripteurs « Fraîchement pressé » et « Fruité » expliquent principalement les fluctuations de la flaveur du JONFC. L'originalité de la thèse réside aussi dans l'étude du lien tripartite entre les attributs sensoriels, la concentration des composés volatils et leurs propriétés structurales. Cela a permis de démontrer que les variations de la flaveur s'expliquent par les fluctuations du profil et de la concentration des molécules aliphatiques à courte chaîne faisant partie de la fraction volatile du jus d'orange. L'ajout de ces composés à un jus de qualité moyenne a permis d'améliorer sa note « Fraîchement pressé » jusqu'à une limite hédonique, au-delà de laquelle ces composés volatils produisent un effet contraire.

## **Bibliographie**

1. ABE, H.; KANAYA, S.; KOMUKAY, T.; TAKAHASHI, Y.; SASAKI, S. 1990. **Systematization of Semantic Description of Odors.** *Analytica Chimica Acta.* 239 (1): 73-85.
2. AHMED, E. M.; DENNISON, R. A.; DOUGHERTY, R. H.; SHAW, P. E. 1978a. **Effect of non Volatile Orange Juice Components, Acid, Sugar, and Pectin on the Flavor Threshold of *d*-limonene in Water.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 26 (1): 192-194.
3. AHMED, E. M.; DENNISON, R. A.; DOUGHERTY, R. H.; SHAW, P. E. 1978b. **Flavor and Odor Thresholds in Water of Selected Orange Juice Components.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 26 (1): 187-191.
4. AHMED, E. M.; DENNISON, R. A.; DOUGHERTY, R. H.; SHAW, P. E. 1978c. **Effect of Selected Oil and Essence Volatile Components on Flavor Quality of Pumpout Orange Juice.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 26 (2): 368-372.
5. AISHIMA, T.; NAKAI, S. 1991. **Chemometrics in Flavor Research.** *Food Reviews International* 7 (1) : 33-101.
6. ANDANI, Z.; JAEGER, S. R.; WAKELING, I.; MACFIE, H. J. H. 2001. **Mealiness in Apples: Towards a Multilingual Consumer Vocabulary.** *Journal of Food Science* 66(6): 872-879.
7. ANONYME, 1982. **Orange Juice : Frozen, Refrigerated, Caned.** *Consumer Reports.* 47 (2): 68-73.
8. ANONYME, 1987. **Orange Juice, Frozen, Chilled or Boxed.** *Consumer Reports.* 52 (2): 76-80.
9. ANONYME, 1991. **How Fresh is Your Orange Juice ?.** *Consumer Reports.* 56 (2): 128-131.
10. ANONYME, 1995. **Orange Juice. How Far From Fresh.** *Consumer Reports.* 60 (1): 76-78.
11. ARENA, E.; CAMPISI, S.; FALLICO, B.; MACCARONE, E. 1998. **Fatty Acids of Italian Blood Orange Juices.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 46 (10): 4138-4143.



12. ARISTOY, M. C.; ORLANDO, L.; NAVARRO, J. L.; SENDRA, J. M.; IZQUIERDO, L. 1989. **Characterization of Spanish Orange Juice for Variables Used in Purity Control.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 37 (3): 596-600.
13. ARNOLD, G. M.; WILLIAMS, A. A. 1986. **The use of Generalised Procrustes Techniques in Sensory Analysis.** In: Piggot, J. R. (Ed). 1986. *Statistical Procedures in Food Research*. Elsevier Applied Science, p: 233-253.
14. AUDOUIN, V.; BONNET, F.; VICKERS, Z. M.; REINECCIUS, G. A. 2001. **Limitations in the Use of Odor Activity Values to Determine Important Odorants in Foods.** In: Leland, J. V.; Schieberle, P.; Buettner, A. Acree, T. E. (Eds). 2001. *Gas Chromatography Olfactometry. The State of Art. ACS Symposium Series. No 782.* American Chemical Society, p. 156-171.
15. AUGER, M. 1997. **La Guerre des Jus d'Orange Réfrigérés : Tropicana en Tête au Québec.** *Les Affaires 1<sup>er</sup> février*, p : 34-35.
16. BAZEMORE, R.; GOODNER, K.; ROUSEFF, R. 1999. **Volatiles from Unpasteurized and Excessively Heated Orange Juice Analyzed with Solid Phase Microextraction and GC-Olfactometry.** *Journal of Food Science*. 64 (5): 800-803.
17. BETTINI, M. F. M. ; SHAW, P. E. 1998. **Sensory and Analytical Evaluations of Brazilian Orange Juice and Aromas.** *Fruit Processing* 8 (7): 283-287.
18. BEZNAM, Y.; ROUSEFF, R. L.; NAIM, M. 2001. **2-Methyl-3-furanthiol and Methional are Possible Off-Flavors in Stored Orange Juice: Aroma-Similarity, NIF/SNIF GC-O and GC Analyses.** *Journal of Food Chemistry*. 49 (11): 5425-5432.
19. BOELEN, H.; VAN DER LINDE, L. M.; DE RIJKE, D.; DE VALOIS, P. J.; VAN DORT, J. M.; TAKKEN, H. J. 1978. **Chemistry and Flavour. I : Molecular Structure and Organoleptic Quality.** *Chemical Society Reviews* 7(2):167-176.
20. BOELEN, M. H.; BOELEN, H.; VAN GEMERT, L. J. 1993. **Sensory Properties of Optical Isomers.** *Perfumer and Flavorist* 18 (6): 1-15.
21. BOELEN, M. H.; VAN GEMERT, L. J. 1986. **Physicochemical Parameters Related to Organoleptic Properties of Flavour Components.** In: Bich, G. G.; Lindely, M. G. (Eds.). 1986. *Developments in Food Flavours*. Elsevier Applied Science, p : 23-49.
22. BRESLIN, P. A. S. 1996. **Interactions among Salty, Sour and Bitter Compounds.** *Trends in Food Science and Technology* 7(6) :309-399.

23. BRODY, A. L. 2000. **The When and Why of Aseptic Packaging.** *Food Technology* 54 (9): 101-102.
24. BUCHBAUER, G.; KLEIN C. T.; WAILZER, B. WOLSCHANN, P. 2000. **Threshold-Based Structure-Activity Relationships of Pyrazines with Bell-Pepper Flavor.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 48 (9): 4273-4278.
25. BUETTNER, A. ; SCHIEBERLE, P. 2001a. **Application of a Comparative Aroma Extract Dilution Analysis to Monitor Changes in Orange Juice Aroma Compounds During Processing.** In: Leland, J. V.; Schieberle, P.; Buettner, A.; Acree, T. E. (Eds.) 2001. *Gas Chromatography-Olfactometry. The State of the Art. ACS Symposium Series. No 782. American Chemical Society, p: 33-45.*
26. BUETTNER, A.; SCHIEBERLE, P. 2000. **Influence of Mastication on the Concentrations of Aroma Volatiles - Some Aspects of Flavour Release and Flavour Perception.** *Food Chemistry.* 71 (3): 347-354.
27. BUETTNER, A.; SCHIEBERLE, P. 2001b. **Evaluation of Aroma Differences Between Hand-Squeezed Juices from Valencia Late and Navel Orange by Quantitation of Key Odorants and Flavor Reconstitution Experiments.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 49 (5): 2387-2394.
28. BUETTNER, A.; SCHIEBERLE, P. 2001c. **Aroma Properties of a Homologous Series of 2,3-Epoxyalkanals and *trans*-4,5-Epoxyalk-2-enals.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 49 (8): 3881-3884.
29. CAREY, M.; ASQUITH, T.; LINFOTH, R.S.T.; TAYLOR, A. J. 2002. **Modeling the Partition of Volatile Aroma Compounds from a Cloud Emulsion.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 50 (7): 1985-1990.
30. CARPENTER, R. P.; LYON, D. H.; HASDELL, T. A. 2000. **Guidelines for Sensory Analysis in Food Product Development and Quality Control. 2<sup>nd</sup> Edition.** *Aspen Publishers, Inc. 210 p.*
31. CARTER, R. D.; BARROS, S. M. 1988. **Flavor Evaluations of Florida Frozen Concentrated Orange Juice Blended From Concentrates Produced with Varying Extraction Yields.** *Journal of Food Science* 53 (1):165-167, 184.
32. CHASTRETTE, M.; CRETIN, D.; EL-AIDI, C.1996. **Structure-Odor Relationships : Using Neural Networks in the Estimation of Camphoraceous or Fruity Odors and**

- Olfactory Thresholds of Aliphatic Alcohols.** *Journal of Chemical Information and Computer Sciences* 36(1):108-113.
33. CHIEN, M.; PEPPARD, T. L. 1993. **The Use of Statistical Methods in better Understanding Gas Chromatographic Data Obtained from Complex Flavor Systems.** In : Ho, C. T. ; Manley, C. H. (Eds.). 1993. *Flavor Measurement.* Marcel Dekker, New York, Chapitre 1.
34. COCHRAN, W. G.; COX, G. M. 1992. **Experimental Designs.** John Wiley and Sons, Inc. 611 p.
35. COHEN, E.; SHARON, R.; VOLMAN, L.; HOENING, R.; SAGUY, I. 1984. **Characteristics of Israeli Citrus Peel and Citrus Juice.** *Journal of Food Science.* 49 (2): 987-990.
36. CoSETENG, M. Y.; McLELLAND, M. R.; DOWNING, D. L. 1989. **Influence of Titratable Acidity and pH on Intensity of Sourness of Citric, Malic, Tartaric, Lactic, and Acetic Acids Solutions and on the Overall Acceptability of Imitation Apple Juice.** *Canadian Institute of Food Science and Technology Journal.* 22 (1): 46-51.
37. DE MELLO-CASTANHO-AMBONI, R. D.; DA SILVA-JUNKES, B.; YUNES, R. A.; FONSECA-HEINZEN, V. E. 2000. **Quantitative Structure-Odor Relationships of Aliphatic Esters Using Topological Indices.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 48 (8): 3517-4278.
38. DORÉ, J. C.; GORDON, G.; JAUBERT, J. N. 1984. **Approche Factorielle des Relations entre Structure Chimique et Note Odorante.** *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences. Série II. Paris.* 299 (7): 315-320.
39. DUBOIS, C.; LUBBERS, S.; VOILLEY, A. 1995. **Revue Bibliographique : Interactions Arômes Autres Constituants. Application à l'Aromatisation.** *Industries Alimentaires et Agricoles* 112 (4): 186-193.
40. EBBESEN, A.; RYSSTAD, G.; BAXTER, A. 1998. **Effect of Temperature, Oxygen and Packaging Material on Orange Juice Quality during Storage.** *Fruit Processing* 8 (11): 446-455.
41. FAO, 2000. **Agrumes Frais et Transformés. Statistiques Annuelles.** *Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture.* 38 p.

42. FAO/OMS. 1992. **Codex Alimentarius. Vol 6. Jus de Fruits et Produits Dérivés.** *Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture. Organisation Mondiale de la Santé. Codex Stan. 45-1981, p: 3-5.*
43. FARNWORTH, E. R.; LAGACÉ, M.; COUTURE, R.; YAYLAYAN, V.; STEWART, B. 2001. **Thermal Processing, Storage Conditions, and the Composition and Physical Properties of Orange Juice.** *Food Research International. 34 (1): 25-30.*
44. FELLERS, 1985. **Citrus : Sensory Quality as Related to Rootstock, Cultivar, Maturity, and Season.** *In : Pattee, H. E. (Ed.). 1985. Evaluation of Quality of Fruits and Vegetables. AVI Publishing, Co, p: 83-128.*
45. FELLERS, P. J.; DE JAGER, G.; POOLE, M. J. 1986. **Quality of Retail Florida-Packed Frozen Concentrated Orange Juice as Determined by Consumers and Physical and Chemical Analyses.** *Journal of Food Science. 51 (5): 1187-1190.*
46. FELLERS, P.J. 1980. **Problems in Sensory Evaluation of Citrus Products.** *In: Nagy, S.; Athaway, J. A. (Eds.). 1980. Citrus Nutrition and Quality ACS Symposium Series. Num 143. American Chemical Society, p: 319-340.*
47. FOX, K. 1991. **Status Update of the Worldwide Citrus Industry.** *Transactions of the Citrus Engineering conference. 37: 1-15.*
48. FRY, J.; MARTIN, G. G.; LEES, M. 1995. **Authentication of Orange Juice.** *In: Ashurst, P. R. (Ed.) 1995. Production and Packaging of Non-Carbonated Juices and Fruit Beverages. Blackie Academic & Professional, p: 1-51.*
49. GIOVANNI, M. 1983. **Response Surface Methodology and Product Optimization.** *Food Technology 37(11) : 41-45, 83.*
50. GOVINDARAJAN, V. S. ; RANGANA, S. ; RAMANA, K. V. R. 1984. **Citrus Fruits. Part II: Chemistry, Technology and Quality Evaluation. C: Quality Evaluation.** *Critical Reviews in Food Science and Nutrition. 20 (2): 73-122.*
51. GREENBERG, M.J. 1981. **The Dependence of Odor Intensity on the Hydrophobic Properties of Molecules.** *In: Moskowitz, H. R.; Warren, C. B. (Eds.) 1981. Odor quality and Chemical Structure. ACS symposium Series. No. 148, p: 177-194.*
52. GROSCH, W. 2001. **Evaluation of the Key Odorants of Foods by Dilution Experiments, Aroma Models and Omission.** *Chemical Senses. 26 (5) : 533-545.*

53. GUADAGNI, D. G. ; MAIER, V. P. ; TURNBAUGH, J. G. 1973. **Effect of some Citrus Juice Constituents on Taste Threshold of Limonin and Naringin Bitterness.** *Journal of the Science of Food and Agriculture.* 24 (10) : 1277-
54. GUADAGNI, D. G. ; MAIER, V. P. ; TURNBAUGH, J. G. 1974. **Some Factor Affecting Sensoty Thresholds and Relative Bitterness of Limonin and Naringin.** *Journal of the Science of Food and Agriculture.* 25 (10) : 1199-
55. HAIR, J. F.; ANDERSON, R. E.; TATHAM, R. L.; BLACK, W. C. 1998. **Multivariate Data Analysis.** 5<sup>th</sup> Edition. Prentice - Hall. 730 p.
56. HALEVA-TOLEDO, E.; NAIM, M.; ZEHAVI, U.; ROUSEFF, R. L. 1999. **Formation of  $\alpha$ -terpineol in Citrus Juices, Model and Buffer Solutions.** *Journal of Food Science.* 64 (5): 838-841.
57. HANSSON, A.; ANDERSSON, J.; LEUFVÉN, A.; PENRSON, K. 2001. **Effect of changes in pH on the Release of Flavour Compounds from a Soft Drink-Related Model System.** *Food Chemistry.* 74 (4): 429-435.
58. HARTWIG, P.; McDANIEL, M. R. 1995. **Flavor Characteristics of Lactic, Malic, Citric, and Acetic Acid at Various pH Levels.** *Journal of Food Science.* 60 (2): 384-388.
59. HENDRIX, C. M.; REDD, J. B. 1995. **Chemistry and Technology of Citrus Juices and By-Products.** In: Ashurst, P. R. (Ed.) 1995. *Production and Packaging of Non-Carbonated Juices and Fruit Beverages.* Blackie Academic & Professional, p: 53-87.
60. HENIKA, R. G. 1982. **Use of Response-Surface Methodology in Sensory Evaluation.** *Food Technology* 36(11) : 96-101.
61. HIGGINBOTHAM, J. D.; HOUG, A. M. 1977. **Useful Taste Properties of Aminoacids and Proteins.** In : Birch, G. C.; Brennan, J. G.; Parker, A. M. (Eds.) 1977. *Sensory Properties of Food.* Applied Science Publishers Ltd, p: 129-149.
62. HINTERHOLZER, A.; SCHIEBERLE, P. 1998. **Identification of the Most Odour-active Volatiles in Fresh Hand-extracted Juice of Valencia Late Oranges by Odour Dilution Techniques.** *Flavour and Fragrance Journal.* 13 (1): 49-55.
63. HOUGHTON, H. W. 1977. **Sensory Analysis in the Quality Control of Fruit juices.** In: Simons, H. W.; Wren, J. (Eds.). 1977. *Proceedings of the Symposium of Sensory*

- Quality Control. Practical Approaches in Food and Drink Production. Institute of Food Science and Technology and Food Group. Society of Chemical Industry.*
64. JIA, M.; HOWARD-ZHANG, Q.; MIN, D. B. 1998. **Optimization of Solid Phase Microextraction Analysis for Headspace Flavor Compounds of Orange Juice.** *Journal of Food Chemistry.* 46 (7): 2744-2747.
  65. KAJIWARA, T.; KODAMA, K.; HATANAKA, A.; MATSUI, K. 1993. **Volatile Compounds from Japanese Marine Brown Algae.** *In: Teranishi, R.; Buttery, R. G.; Sugisawa, H. 1993. Bioactive Compoundas from Plants. ACS Symposium Series. American Chemical Society. No. 525, p: 103-120.*
  66. KATZ, F.; GIESE, J. 1998. **Science Gives Specialty Juice a Big Slice of Market.** *Food Technology* 52 (11): 44-48.
  67. KING, C. J. 1983. **Physical and Chemical Properties Governing Volatilization of Flavor and Aroma Components.** *In: Peleg, M.; Bagley, E.B. (Eds.). 1983. Physical Properties of Foods. AVI Pub. Co. p. 399-421.*
  68. KLAVONS, J. A.; BENNET, R. D.; VANNIER, S. H. 1991. **Nature of the Protein Constituent of Commercial Orange Juice Cloud.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 39 (9): 1545-1548.
  69. LACROIX, C. ; CASTAIGNE, F. 1986. **Application des Plans Expérimentaux Factoriels Fractionnés et de la Technique de Surface de Réponse à l'Optimisation d'un Produit ou d'un Procédé dans le Domaine Alimentaire.** *Industries Alimentaires et Agricoles* 103 (3): 105-113.
  70. LAMPARSKY, D. 1992. **Méthodes d'Analyse des Arômes Alimentaires : Chromatographie en Phase Gazeuse.** *In : Richard, H.; Multon, J. L. (Eds.) 1992. Les Arômes Alimentaires. Tec & Doc Lavoisier Apria, p: 277-375.*
  71. LANGRON, S. P.; COLLINS, A. J. 1985. **Perturbation Theory for Generalised Procrustes Analysis.** *Journal of the Royal Statistical Society. Series B.* 47 (2): 277-284.
  72. LASKA, M. ; HUBENER, B. 2001. **Olfactory discrimination ability for homologous series of aliphatic ketones and acetic esters.** *Behavioural Brain Research.* 109 (2): 193-201.
  73. LASKA, M. 2002. **Olfactory Discrimination Ability for Aromatic Odorants as a Function of Oxygen Moiety.** *Chemical Senses* 27 (1): 23-29.

74. LASKA, M.; AYABE-KANAMURA, S.; HUBENER, F.; SAITO, S. 2000. **Olfactory Discrimination Ability for Aliphatic Odorants as a Function of Oxygen Moiety.** *Chemical Senses* 25 (2): 189-197.
75. LELAND, J. V. 1997. **Flavor Interactions: The Great Whole.** *Food Technology* 51 (1): 75-80.
76. LINDSAY, C. W. 1993. **Calculation of Juice Content in a Diluted Fruit Juice Beverage.** *Journal of AOAC International* 76 (2): 424-430.
77. MAARSE, H. (Ed).1991. **Volatile Compounds in Foods and Beverages.** *Marcel Dekker Inc.* 764 p.
78. MACCARONE, E.; CAMPISI, S. ; FALLICO, B. ; RAPISARDA, P. ; SGARLATA. 1998. **Flavor Components of Italian Orange Juices.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 46 (6): 2293-2298.
79. MARCOTTE, M.; STEWART, B.; FUSTIER, P. 1998. **Abused Thermal Treatment Impact on Degradation Products of Chilled Pasteurized Orange Juice.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 46 (5): 1991-1996.
80. MARIN, A. B.; ACREE, T. E.; HOTCHKISS, J. H.; NAGY, S. 1992. **Gas Chromatography-Olfactometry of Orange Juice to Assess the Effects of Plastic Polymers on Aroma Character.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 40 (4): 650-654.
81. MARINI, D. ; BALESTRIERI, F. 1994. **Variability of Some Analytical Characteristics of Orange Juice.** *Italian Journal of Food Science.* 6 (2): 225-235.
82. MARTENS, H.; NÆS, T. 1989. **Multivariate Calibration.** *John Wiley & Sons.* 419 p.
83. MARTIN, P. G. 1979. **Manuals of Food Quality Control. 3. Commodities.** *FAO Food and Nutrition Paper 14/3. Food and Agricultural Organization of the United Nations,* p.217.
84. McALLISTER, J. 1980. **Methods for Determining the Quality of Citrus Juices.** *In: Nagy, S.; Attaway, J. A. (Eds.). 1980. Citrus Nutrition and Quality. ACS Symposium Series. 143 Chapter 13. American Chemical Society.*
85. McFARLIN, G. P. 1997. **Storage and Shipment of NFC-Juice in Aseptic Bag-In-Bin Containers.** *Fruit Processing* 7 (6): 217-221.

86. MERMELSTEIN, N. H. 1999. **High-pressure Pasteurization of Juice.** *Food-Technology* 53 (4): 86-90.
87. MESTERS, T. A. 1998. **Flavors for Juices and Nectars.** *Fruit Processing* 8(8) : 327-331.
88. MIHALIC, Z.; TRINAJSTIC, N.1992. **A Graph Theoretical Approach to Structure – Property Relationships.** *Journal of Chemical Education.* 69 (9): 701-712.
89. MIZRAHI, S. 1979. **A Review of the Physicochemical Approach to the Analysis of the Structural Viscosity of Fluid Fruit Products.** *Journal of Texture Studies* 10 (1): 67-82.
90. MIZRAHI, S. ; BERK, Z. 1970. **Flow Behaviour of Concentrated Orange Juice.** *Journal of Texture Studies.* 1 (3): 342-355.
91. MONDELLO, L.; CATALFAMO, M.; PROTEGGENTE, A. R.; BONACCORSI, I.; DUGO, G. 1998. **Multidimensional Capillary GC-GC for the Analysis of Real Complex. 3. Enantiomeric Distribution Monoterpene Hydroterpene Alcohol of Mandarin Oils.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 46 (1): 54-61.
92. MONTGOMERY, D. C. 2001. **Design and Analysis of Experiments.** 5th Edition John Wiley and Sons, Inc. 684 p.
93. MOSANDL, A. 1995. **Enantioselective Capillary Gas Chromatography and Stable Isotope Ratio Mass Spectrometry in the Authenticity Control of Flavors and Essential Oils.** *Foods Reviews International* 11(4):597-664.
94. MOSHONAS, M. G. ; SHAW, P. E. ; BUSLIG, B. S. 1993. **Retention of Fresh Orange Juice Flavor and Aroma in an Aqueous Distillate from Valencia Orange Juice.** *Journal of Food Quality* 16 (6): 101-108.
95. MOSHONAS, M. G.; SHAW, P. E. 2000. **Changes in Volatile Flavor Constituents in Pasteurized Orange Juice During Storage.** *Jouirnal of Food Quality.* 23 (1): 61-71.
96. MOSHONAS, M. G.; SHAW, P. E. 1989. **Flavor Evaluation and Volatile Flavor Constituents of Stored Aseptically Packaged Orange Juice.** *Journal of Food Science* 54 (1): 82-85.
97. MOSHONAS, M. G.; SHAW, P. E. 1994. **Quantitative Determination of 46 Volatile Constituents in Fresh Unpasteurized Orange Juices using Dynamic Headspace Gas Chromatography.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 42 (7): 1525-1528.



98. MOSHONAS, M. G.; SHAW, P. E. 1995. **Fresh Orange Juice Flavor: a Quantitative and Qualitative Determination of the Volatile Constituents.** *In: Charalambous, G. (Ed), Food Flavors: Generation Analysis and Process Influence. Elsevier Science B, p: 1479-1492.*
99. MOSHONAS, M. G.; SHAW, P. E. 1997. **A Research Note: Flavor and Chemical Comparison of Pasteurized and Fresh Valencia Orange Juices.** *Journal of Food Quality. 20 (1): 31-40.*
100. NAGY, S.; SHAW, P. E. 1990. **Factors Affecting The Flavour of citrus Fruit.** *In: Morton, I. D.; MacLeod, A.J. (Eds.) 1990. Food Flavours. Part C: The Flavour of Fruits. Elsevier. p: 93-124.*
101. NICOD, H. ; CLÉMENT, J. F. ; SAUVAGEOT, F. ; STRIGLER, F. 1998. **L'Organisation Pratique de la Mesure Sensorielle.** *In : Depled, F. ; Strigler, F. (Eds.). 1998. Évaluation Sensorielle, Manuel Méthodologique 2<sup>ème</sup> Édition. Lavoisier. Collection Sciences et Techniques Alimentaires, p : 45-91.*
102. NISPEROS-CARRIEDO, M. O.; SHAW, P. E. 1990a. **Comparison of Volatile Flavor Components in Fresh and Processed Orange Juices.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry. 38 (4): 1048-1052.*
103. NISPEROS-CARRIEDO, M.; SHAW, P. E. 1990b. **Volatile Flavour Components of Fresh and Processed Orange Juices.** *Food Technology. 44 (4): 134-139.*
104. NOBLE, A. C. 1996. **Taste-Aroma Interactions.** *Trends in Food Science and Technology. 7 (12): 444-448.*
105. OHLOFF, G. 1994. **Scent and Fragrances.** *Springer-Verlag. 239 p.*
106. OKAYASU, H.; NAITO, S. 2001. **Sensory Characteristics of Apple Juice by Consumer and Trained Panels.** *Journal of Food Science 66 (7): 1025-1029.*
107. PAO, St.; FELLERS, P. J.; BROWN, G. E.; CHAMBERS, M. W. 1996. **Formulation and Sensory Evaluation of fresh-Squeezed, Unpasteurized Citrus Juice Blends.** *Fruit Processing 6 (7): 268-271.*
108. PARK, G. L.; BYERS, J. L.; PRITZ, C. M.; NELSON, D. B.; NAVARRO, J. L.; SMOLENSKY, D. C.; VANDERCOOK, C. E. 1983. **Characteristics of California Navel Orange Juice and Pulpwash.** *Journal of Food Science. 48 (2): 627-632*

109. PEPPARD, T. L. 1994. **The Use of Chemometrics in Correlating Sensory Judgments with Routine Gas Chromatographic Data.** *Food Quality and Preference* 5 (9) : 17-23.
110. PETERSEN, M. A. ; TONDER, D. POLL, L. 1998. **Comparison of Normal and Accelerated Storage of Commercial Orange Juice. Changes in Flavour and Content of Volatile Compounds.** *Food Quality and Preference* 9(1,2) : 43-51.
111. PICKENHAGEN, W. 1989. **Enantioselectivity in Odor Perception.** In: Teranishi, R.; Buttery, R. G.; Shahidi, F. 1989. (Eds.). *Flavor Chemistry. Trends and Developments. ACS Symposium Series. No 388. American Chemical Society. p. 151-157.*
112. PIEPER, G.; BORGUDD, L.; ACKERMANN, P; FELLERS, P. 1992. **Absorption of Aroma Volatiles of Orange Juice into Laminated Carton Packages did not Affect Sensory Quality.** *Journal of Food Science.* 57 (6): 1408-1411.
113. PUPIN, A. M.; DENNIS, M. J.; TOLEDO, M. C. F. 1998. **Flavanone Glycosides in Brazilian Orange Juice.** *Food Chemistry.* 61 (3): 275-280.
114. RAMANA, K. V. R.; GOVINDARAJAN, V. S.; RANGANA, S. 1981. **Citrus Fruits - Varieties, Chemistry, Technology and Quality Evaluation, Part I: Varieties, Production, Handling and Storage.** *Critical Reviews in Food Science and Nutrition.* 15 (6): 353-431.
115. RANDIC, M. 1992. **Chemical structure – What is « She » ?** *Journal of Chemical Education.* 69 (9): 713-718.
116. RANGANA, S.; GOVINDARAJAN, V. J.; RAMANA, K. V. R. 1983. **Citrus Fruits – Varieties. Chemistry, Technology, and Quality Evaluation. Part II: Chemistry, Technology and Quality Evaluation. A: Chemistry.** *Critical Reviews in Food Science and Nutrition.* 18 (4): 313-386.
117. RANGANA, S.; GOVINDARAJAN, V. S.; RAMANA, K. V. R. 1984. **Citrus Fruits. Part II: Chemistry, Technology and Quality Evaluation. B: Technology.** *Critical Reviews in Food Science and Nutrition.* 19 (1): 1-98.
118. REBECK, H. M. 1995. **Processing of Citrus Fruits.** In: Ashurst, R. R. (Ed). 1995. *Production and Packaging of non-carbonated fruit juices and fruit beverages. Blackie Academic and Professional. p: 221-252.*

119. ROBARDS, K. ; ANTOLOVICH, M, 1995. **Methods for Assessing the Authenticity of Orange Juice.** *Analyst.* 120 (1): 1-28.
120. ROSSITER, K. J. 1996a. **Structure-Odor Relationships.** *Chemical Reviews* 96 (8) : 3201-3240.
121. ROSSITER, K. J. 1996b. **Quantitative Relationships Between structure and the Fruit Odor of Esters.** *Perfumer and Flavorist.* 21 ( ): 33-46.
122. ROUSEFF, R. L. ; MARTIN, S. F. ; YOUTSEY, C. O. 1987. **Quantitative Survey of Narirutin, Naringin, Hesperidin, and Neohesperidin in Citrus.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 35 (6): 1027-1030.
123. ROUSEFF, R.; NAGY, S. 1987. **A Multivariate Pattern Recognition Approach for Identifying Quality Factors in Florida Orange Juice.** In: Martens, M.; Dalen, G. A.; Russwurm, H. (Eds.). 1987. *Flavour Science and Technology.* John Wiley & Sons, p: 481-488.
124. SASS-KISS, A.; SASS, M. 2002. **Distribution of Various Peptides in Citrus Fruits (Grapefruit, Lemon, and Orange).** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 50 (7): 2117-2120.
125. SCHIEBERLE, P.; BUETTNER, A. 2001. **Influence of the Chain Length on the Aroma Properties of Homologous Epoxy-aldehydes, Ketones and Alcohols.** In: Takeoka, G. R.; Gunter, M.; Engel, K-H. 2001. *Arome Active Compounds in Food. Chemistry and Sensory Properties.* ACS Symposium Series. No 794. American Chemical Society. p: 109-118.
126. SELL, C. 2000. **Structure/Odor Correlations : the Mechanism of Olfaction and the Design of Novel Fragrance Ingredients.** *Perfumer and Flavorist.* 25 (1): 67-73.
127. SHAW, P. E. 1986. **The Flavour of Non-Alcoholic Fruit Beverages.** In: Morton, I. D.; MacLead, A. J. (Eds.). 1986. *Food Flavours. Part B. The Flavour of Beverages.* Elsevier Pub. Chap. VII, p: 341-365.
128. SHAW, P. E. 1991. **Fruits II.** In: Maarse, H. (Ed). *Volatile Compounds in Foods and Beverages.* Marcel Dekker Inc. p: 305-327.
129. SHAW, P. E.; BUSLING, B. S.; MOSHONAS, M. G. 1993. **Classification of Commercial Orange Juice Types by Pattern Recognition Involving Volatile**

- Constituents Quantified by Gas Chromatography.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 41 (5): 809-813.
130. SHAW, P. E.; BUSLING, B. S.; MOSHONAS, M. G. 1994. **Classification of Orange and Grape Fruit Juices by Pattern Recognition Techniques.** *Fruit Processing* 4 (2): 45-49.
131. SHAW, P. E.; MOSHONAS, M. G.; BUSLING, B. S.; BARROS, S. M.; WIDMER, W. 1999. **Discriminant and Principal Component Analyses to Classify Commercial Orange Juices Based on Relative Amounts of Volatile Juice Constituents.** *Journal of the Science of Food and Agriculture.* 79 (13): 1949-1953.
132. SHAW, P. E.; MOSHONAS, M. G.; BUSLING, B. S. 1995. **Multivariate Analysis for Classification of Commercial Orange Juice Products by Volatile Constituents Using Headspace Gas Chromatography.** In: Rouseff, R. L.; Leahy, M. M. (Eds.). 1995. *Fruit Flavors: Biogenesis, Characterization and Authentication.* ACS Symposium Series. No 596. American Chemical Society, p. 21-47.
133. SIEBERT, K. J. 1999. **Modeling the Flavor Thresholds of Organic Acids in Beer as a Function of Their Molecular Properties.** *Food Quality and Preference.* 10 (): 129-137.
134. SOLMS, J. 1986. **Interactions of Non-Volatile and Volatile Substances in Foods.** In: Birch, G. G.; Lindley, M. G. (Eds.). 1986. *Interactions of Food Components.* Elsevier Applied Science Pub. p: 189-209.
135. STATCAN, 2001. **Statistiques Sur les Aliments au Canada.** *Statistique Canada.* Division de l'Agriculture. Version CD-ROM.
136. STEPHAN, A.; BUCKING, M.; STEINHART, J. 2000. **Novel Analytical Tools for Food Flavors.** *Food Research International.* 33 (3/4): 199-209.
137. STONE, H.; SIDEL, J. L. 1985. **Sensory Evaluation Practices.** *Food Science and Technology. A Serie of Monographs.* Academic Press Inc. 311 p.
138. STONE, H.; SIDEL, J. L. 1998. **Quantitative Descriptive Analysis: Developments, Applications, and the Future.** *Food Technology* 52 (8): 48-52.
139. STONE, H.; SIDEL, J. L.; OLIVIER, S. M.; WOOLSEY, A.; SINGLETON, R. C. 1974. **Sensory Evaluation by Quantitative Descriptive Analysis.** *Food Technology.* 28 (11): 24-32.

140. TAYLOR, A. J. 1998. **Physical Chemistry of Flavor.** *International Journal of Food Science and Technology.* 33 (1): 53-62.
141. TAYLOR, A. J.; LINFORTH, R. S. T. 2001. **Modelling Flavour Release through Quantitative Structure Property Relationships (QSPR).** *Chimia* 55 (5): 448-452
142. TELIS-ROMERO, J.; TELIS, V. R. N.; YAMASHITA, F. 1999. **Friction Factors and Rheological Properties of Orange Juice.** *Journal of Food Engineering.* 40 (1-2): 101-106.
143. TING, S. V. 1980. **Nutrients and Nutrition of Citrus Fruits.** In: Nagy, S.; Atlaway, J. A. 1980. *Citrus Nutrition and quality ACS Symposium Series. No. 143 American Chemical society.* p: 3-24.
144. TONDER, D.; PETERSEN, M. A.; POLL, L.; OLSEN, C. E. 1998. **Discrimination Between Freshly Made and Stored Reconstituted Orange Juice Using GC Odour Profiling and Aroma Values.** *Food Chemistry* 9(1/2) : 223-229.
145. USFDA. 1993. **Code of Federal Regulations. Title 21, part 146. 140.** *United States Food and Drug Administration.* p: 443-449. Washington, D.C.
146. VIRGILI, R.; PAROLARI, G.; SCHIVAZZAPA, C.; CASIRAGHI, E.; POMPEI, C. 1994. **Sensory Analysis of Italian Dry-Cured Sausage: Checking of Panel Performance.** *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie.* 27 (3): 278-281.
147. VITALI, A. A.; RAO, M. A. 1984a. **Flow Properties of Low-Pulp Concentrated Orange Juice : Effect of Temperature and Concentration.** *Journal of Food Science.* 49 (3): 882-888.
148. VITALI, A. A.; RAO, M. A. 1984b. **Flow Properties of Low-Pulp Concentrated Orange Juice : Serum Viscosity and Effect of Pulp Content.** *Journal of Food Science.* 49 (3): 876-881.
149. WAGNER JR, C. J. ; SHAW, P. E. 1978. **Sensory Evaluations on Tangerine-Grapefruit Juice Blends.** *Journal of Food Science* 43 (1): 267-269.

**ANNEXE 1 : Formation, entraînement et évaluation de la  
performance d'un panel expert dans l'évaluation  
sensorielle du JONFC**

## 1.1. Introduction

La flaveur du jus d'orange est une propriété subjective, associative et multidimensionnelle déterminée par plusieurs attributs sensoriels décrivant les sensations perçues par un dégustateur au niveau nasal (descripteurs de l'arôme), buccal (descripteurs de la saveur) et retro-nasal (descripteurs liés à l'arrière-goût) (Carpenter *et al.*, 2000 ; Sell, 2000). À cause de sa complexité l'évaluation de la flaveur du JONFC nécessite une analyse sensorielle réalisée par un panel expert. En outre, cette analyse représente une source d'information essentielle qui, dans bien de cas, reproduit les attentes et les tendances des consommateurs. Par conséquent, le but du panel expert, en tant qu'« instrument de mesure », est de fournir des données précises et fiables sur l'aliment testé.

La précision et la fiabilité de l'information obtenue à partir d'une analyse sensorielle sont tributaires du processus de formation et d'entraînement des membres du panel de dégustation. Cette mise au point implique, d'une part, la formation et l'entraînement des panélistes, ou en d'autres termes, l'affinage de leurs sens, et d'autre part, la définition claire et précise de l'ensemble des attributs qui constitueront le profil sensoriel du produit alimentaire à tester (Virgili *et al.*, 1994).

Un outil permettant de définir ce profil sensoriel et de former le panel expert est l'analyse descriptive quantitative (ADQ), qui est une série systématisée de recommandations pour caractériser de manière précise la flaveur des aliments (Stone *et al.*, 1974 ; Stone et Sidel, 1998). Dans le domaine des jus de fruits, Okayasu et Naito (2001) ont utilisé récemment cette méthode pour évaluer les caractéristiques sensorielles du jus de pomme opalescent. D'après leurs résultats, la flaveur de ce type de jus se caractérise par un attribut décrivant son apparence : « la couleur » ; sept attributs caractérisant son arôme : « frais », « herbacé », « pomme », « ester », « caramel », « miel », « sirop » et quatre attributs qui décrivent sa saveur : « sucré », « acidulé », « métallique » et « astringent ».

Le profil sensoriel de l'aliment contient des informations plus précises et fiables dans la mesure où le panel expert est de plus en plus performant. Une manière d'évaluer la performance des panélistes consiste à analyser leurs réponses à l'aide de l'APG (Langron et Collins, 1985). Avec ce type d'analyse mathématique, il est possible de comparer les profils

sensoriels de plusieurs produits (ou échantillons), obtenus par deux ou plusieurs panélistes et donc, d'évaluer la performance de l'un d'entre eux par rapport aux autres.

Dans cet annexe, nous détaillons le processus de formation et d'entraînement du panel expert pour la dégustation du JONFC par l'entremise de la méthode suggérée par l'ADQ, ainsi que l'évaluation de la performance des panélistes à partir de l'analyse procrustéenne Ggénéralisée.

## **1.2. Rappels théoriques**

### **1.2.1. L'analyse descriptive quantitative**

L'analyse descriptive quantitative (ADQ) est composée de deux étapes. La première est purement qualitative et permet de verbaliser les perceptions des panélistes et de développer un ensemble de termes dont le but est d'identifier et de définir les attributs sensoriels de l'aliment à tester. Les panélistes réalisent cette étape collectivement afin de générer une série de descripteurs de l'odeur, la flaveur, la texture et l'arrière-goût de l'aliment. La liste des descripteurs proposée par eux est ensuite révisée, organisée et dépurée par le coordinateur, pour qu'elle soit l'objet d'une discussion supplémentaire et d'épuration au sein du panel. À chaque descripteur sélectionné, les panélistes attribuent finalement une définition, une estimation de son intensité avec des composés ou produits de référence et une échelle avec ses valeurs limites. Plusieurs modalités d'échelle sont possibles, mais la plus fiable se compose d'une ligne continue munie de bornes aux extrémités. Pour éviter les confusions, la limite inférieure est toujours à gauche, tandis que la limite supérieure est à droite. Le but ultime de cette étape est de préparer un ensemble normalisé d'attributs sensoriels familiers à tous les membres du panel pour qu'ils puissent l'utiliser de manière consistante dans la deuxième étape (Stone et Sidel, 1985). La deuxième étape est l'évaluation sensorielle proprement dite. Par conséquent, c'est une phase quantitative où les panélistes, de manière individuelle et, après avoir dégusté un échantillon de l'aliment en évaluation, attribuent une note à chaque attribut sensoriel dans une échelle prédéterminée. L'ensemble des données obtenu lors de cette étape, une fois organisé et dépuré, constitue le profil sensoriel de cet aliment (Carpenter et al., 2000 ; Stone et Sidel, 1985).



### 1.2.2. L'analyse procrustéenne généralisée

L'analyse procrustéenne généralisée (APG) est une méthode d'analyse mathématique permettant d'évaluer la performance des panélistes. Avec ce type d'analyse, il est possible de comparer les profils sensoriels de plusieurs produits (ou échantillons), obtenus par deux ou plusieurs panélistes et donc d'évaluer la performance de l'un d'entre eux par rapport aux autres.

Supposons par exemple qu'un panel composé par trois juges choisit, dans la première étape de l'ADQ, deux attributs (1 et 2) pour obtenir le profil sensoriel des produits X, Y et Z. Les notes attribuées à chacun des trois produits par un juge constituent ce qu'on appelle une configuration, dans ce cas, un triangle XYZ (Figure 5.2). Bien que les attributs sensoriels soient différents, on peut constater dans la Figure 5.2 que les juges 1 et 2 les évaluent de la même manière : tous les deux considèrent que les produits Y et Z se ressemblent et s'opposent au produit X, alors qu'au contraire le juge 3 considère que ce sont les produits X et Z qui sont les plus proches et le produit Y différent. Le principe de l'APG consiste à faire coïncider au mieux les triangles XYZ des trois juges avec un triangle moyen qui représente la configuration consensus. À cet effet, on utilise des transformations géométriques (homothéties, translations, rotations et réflexions) qui ne modifient pas les positions relatives des produits. De cette manière, on élimine une partie de l'erreur inhérente au processus de perception et d'interprétation des attributs sensoriels du produit évalué. D'ailleurs, il existe différents types d'erreur d'interprétation des *stimuli* perçus par les juges :

- a) Les panélistes peuvent utiliser les échelles différemment. Par exemple, un juge peut utiliser seulement la partie centrale, gauche ou droite de l'échelle servant à évaluer un attribut sensoriel donné, tandis qu'un autre en utilise la totalité.
- b) Les panélistes peuvent interpréter le même attribut sensoriel différemment, c'est-à-dire, ils peuvent confondre plusieurs attributs. Par exemple, un juge peut confondre les descripteurs « Astringence » et « Amertume » s'ils ne sont pas suffisamment clairs pour lui.
- c) Chaque panéliste peut juger le même produit différemment. Par exemple, un panéliste peut être beaucoup plus stricte dans ses jugements que les autres. Pour ce panéliste, la

borne supérieure de l'échelle servant à évaluer un attribut sensoriel du produit est rarement atteinte.

- d) Chaque panéliste peut interpréter un stimulus de manière différente et ce, pour un même produit.
- e) Les panélistes peuvent confondre, d'une dégustation à l'autre, tant les attributs que les échelles.

L'APG comporte trois transformations géométriques des configurations qui permettent d'éliminer les sources d'erreur a, b et c : la translation de chaque configuration à une origine commune (transformation réalisée par le centrage des données), sa rotation/réflexion par rapport à un consensus et sa mise à l'échelle par contraction ou expansion (soit la réduction des données), respectivement. Numériquement, l'effet de chaque transformation effectuée est mesuré comme suit : supposons qu'un panéliste évalue N échantillons à l'aide de V attributs. Les résultats de cette évaluation peuvent être ordonnés sous forme d'une matrice N·V où chaque ligne indique un échantillon et chaque colonne un attribut. Les données de cette matrice représentent une configuration de N points ou vertex dans un espace à V dimensions. Dans la Figure 5.2, on peut observer 3 configurations (une configuration pour chacun des juges) avec N=3 et V=2 et le consensus (triangle ABC), c'est-à-dire la configuration qui représente les valeurs moyennes des trois configurations (les vertex A, B et C sont les valeurs moyennes des notes attribuées aux produits X, Y et Z, respectivement). La proximité d'une configuration au consensus est mesurée par l'estimateur procrustes, qui est la somme des distances euclidiennes au carré entre les échantillons constituant cette configuration et le consensus. La valeur de l'estimateur procrustes est donc pour chaque juge :

$$EP = (\overline{AX})^2 + (\overline{BY})^2 + (\overline{CZ})^2$$

L'effet d'une transformation menée par l'APG est plus significatif dans la mesure où l'écart entre la valeur de l'estimateur procrustes avant et après cette transformation est plus élevé. Dans le même sens, la performance d'un panéliste, par rapport au panel, est supérieure dans la mesure où l'écart entre la configuration qui représente sa perception sensorielle des produits et le consensus est faible. Les configurations transformées reflètent donc la performance du panel. En effet, une fois éliminées les sources d'erreur a, b, et c par l'APG, le profil sensoriel

ne contient que l'erreur inhérente à l'entraînement des juges et à leur maîtrise des attributs analysés, entre autres, les sources d'erreur d et e (Andani *et al.*, 2001 ; Virgili *et al.*, 1994 ; Arnold et Williams, 1986).

## 1.3. Matériel et méthodes

### 1.3.1. Processus de formation et d'entraînement du panel expert

Le groupe de candidats à constituer le panel expert spécialisé dans la dégustation de JONFC était composé de 11 membres (10 femmes et un homme âgés de 25 à 39 ans) appartenant au personnel de base de A. Lassonde, Inc., à Rougemont, Québec, Canada (entreprise spécialisée dans l'élaboration de jus de fruits). Ce groupe a subi un processus de formation et d'entraînement composé de trois phases ayant pour but l'apprentissage de la caractérisation sensorielle du JONFC.

**Phase 1 : Évaluation des aptitudes des candidats à constituer le panel expert.** Cette étape d'initiation à la détection et à la reconnaissance d'odeurs et de saveurs s'est composée de trois tests ayant pour objectif l'éveil des candidats à la sensibilité gustative. Il s'agit d'une étape d'entraînement sommaire visant à faire prendre conscience aux candidats de ce qu'est l'évaluation sensorielle, du rôle des sens et des différentes caractéristiques sensorielles des jus de fruits telles que l'odeur, la saveur et la flaveur (Nicod *et al.*, 1998).

1. **Test de la solution verte :** Ce test avait pour objectif de montrer aux candidats le rôle et l'influence mutuelle des sens de la vue, de l'odorat et du goût. Une solution acide de couleur verte et aromatisée à la vanille a été présentée aux candidats, qui ont exprimé une opinion sur sa nature en fonction de chacun des trois sens énoncés ci-dessus. La solution était composée de : 1.5 g d'acide citrique, 4 ml de vanille (« Métarom » MC-2997), environ 5 ml de colorant vert (0.5% tartrazine et 0.05% bleu brillant « Dyeco » AF 8347 dans l'eau) et une quantité suffisante d'eau pour obtenir un litre de solution.
2. **Apprentissage des saveurs de base :** Ce test avait pour objectif d'entraîner les candidats à reconnaître et à mémoriser les quatre saveurs de base (sucré, salé, acide et amer) ainsi que deux sensations gustatives qui sont l'astringence et le goût métallique dans des solutions aqueuses. Ces solutions ont été présentées aux candidats dans des gobelets en plastique transparent et identifiés selon leur saveur. L'apprentissage a

consisté à différencier de manière gustative et à exprimer verbalement les sensations procurées par chacune des solutions. Les solutions ont été les suivantes : pour la saveur sucrée, 20 g de sucre granulé par litre ; pour la saveur acide, 1.5 g d'acide citrique par litre ; pour la saveur salée, 2 g de sel de table (NaCl) par litre ; pour la saveur amère, 0.005 g de sulfate de quinine par litre ; pour la saveur métallique, 0.005 g de sulfate ferreux et pour la saveur astringente, 1.0 g d'acide tannique par litre.

3. **Test de reconnaissance des saveurs :** l'objectif de ce test était de vérifier la mémorisation et la différenciation des saveurs par les candidats. Pour cela, dix échantillons codés, contenant 30 ml des solutions présentées dans le test 2 et un gobelet témoin contenant de l'eau, ont été présentés aux candidats. Les solutions salée, acide et amère ont été présentées chacune deux fois. Les solutions sucrée, astringente et métallique ont été présentées chacune une fois. Il a été demandé aux candidats d'associer les codes des gobelets aux descripteurs de saveur fournis sur une liste. Les réponses ont été communiquées à la fin du test afin de permettre aux candidats ayant commis des erreurs, de goûter à nouveau les solutions afin de pouvoir mémoriser la sensation correspondante.

**Phase 2 : Étape qualitative de l'ADQ :** Cette étape avait pour objectif d'entraîner les panélistes à caractériser le JONFC au niveau sensoriel. Elle a comporté deux séries de séances de travail : la première était destinée à développer chez les membres du groupe une mémoire olfactive et gustative, ainsi qu'à reconnaître des notes spécifiques dans les produits étudiés et à développer le langage descriptif des propriétés gustatives du JONFC. La deuxième série de séances a été consacrée à fournir une échelle continue pour chaque descripteur apprivoisé par les candidats.

Dans la première série de séances, le coordinateur du groupe a présenté aux candidats une gamme de produits commerciaux avec des caractéristiques différentes, afin de leur permettre d'apprendre à décrire des sensations différentes et à les nommer (génération de vocabulaire). Les produits commerciaux présentés au groupe ont été les suivants :

<i>Produit</i>	<i>Caractéristiques</i>
Oranges pressées	Fruits frais.
« Oasis Premium »	JONFC.
« Tropicana »	JONFC.
« Métro »	JONFC.
« Minute Maid »	Jus d'orange fait de concentré (FC) et réfrigéré.
« Sealtest »	Jus d'orange FC et réfrigéré.
« Chagnon »	Jus d'orange FC et réfrigéré.
« Oasis »	Jus d'orange FC conditionné dans des contenants en plastique et réfrigéré.
« Oasis »	Jus d'orange FC emballé dans des contenants en carton laminé (Tablette).
« Lieder Mont-Rouge »	Jus d'orange FC et reconstitué (Tablette).
« Mont-Rouge »	Jus d'orange FC emballé en cannette de 48 onces.
« Mont-Rouge »	Jus d'orange FC emballé dans des contenants en verre.

Trois séances de travail ont été nécessaires pour mettre en commun le vocabulaire, discuter les termes et mettre au point les définitions, en accord avec le groupe (regroupement des termes ayant la même signification, élimination des termes peu ou pas précis et des termes ayant une signification différente parmi les candidats). La liste des termes descriptifs conservés a été aussi exhaustive et précise que possible. Chaque terme, conservé et défini (verbalement) en accord avec l'ensemble des candidats, a fait l'objet d'une description olfactive et gustative (avec une solution de jus d'orange contenant un arôme représentant au mieux un descripteur). Finalement, au cours de deux séances de travail, l'adéquation, la définition et la description de chaque descripteur retenu ont été vérifiées par le groupe.

Les descripteurs retenus ont été ensuite mémorisés à l'aide d'un test de reconnaissance des descripteurs ou d'odeurs familières. Pour cela, des solutions-référence, accompagnées de la liste de vocabulaire prédéfinie et codées avec un nombre au hasard, ont été présentées au groupe. L'objet de ce test a été d'associer un terme descriptif à chaque solution. Le Tableau 2.1 (rapporté dans le Chapitre 2) montre une définition sommaire de certains descripteurs sensoriels.

Au cours de la deuxième série de séances de travail, une fois que les termes descriptifs ont été acquis et bien reconnus, le groupe a commencé l'apprentissage de noter l'intensité des descripteurs particuliers, d'abord en solution aqueuse, puis dans un JONFC. Les candidats ont appris à noter les différences d'intensité sur une échelle continue. Une échelle a été utilisée par

chaque descripteur. La borne supérieure de chaque échelle a été représentée par l'intensité maximale de ce descripteur, rencontrée dans la gamme des produits étudiés.

Pour apprendre l'usage des échelles d'intensité, des tests de classement ont été utilisés : des solutions-référence ont été présentées aux candidats à 3, 4 ou 5 concentrations et le coordinateur leur a demandé de classer ces solutions en fonction de l'intensité croissante de la note de référence.

**Phase 3 : Étape quantitative de l'ADQ :** Après la deuxième étape de formation et d'entraînement du groupe, les candidats ont été soumis à la partie quantitative de l'ADQ. Cette troisième étape concerne l'obtention d'un profil sensoriel des jus d'orange commerciaux et l'évaluation de la performance des candidats retenus.

Six séances de travail ont été consacrées à l'obtention du Profil Descriptif Quantitatif des produits commerciaux dont on voulait avoir une description précise. À partir de l'analyse préliminaire de la performance des 11 candidats, cinq panélistes ont été choisis comme panel expert pour caractériser au niveau sensoriel les JONFC qui ont été l'objet de cette étude. Ce panel expert a été composé par 5 femmes âgées de 25 à 39 ans. À partir de la liste de termes descriptifs proposée par les 11 candidats durant l'étape 2 d'entraînement, le panel expert a caractérisé la saveur du JONFC. À l'aide d'une méthodologie similaire à celle qu'on a utilisée dans cette étape (dégustation des produits divers - discussion des termes descriptifs de leurs caractéristiques sensorielles - dégustation permettant de confirmer les termes acceptés par le panel), le panel a simplifié et validé cette série de termes. Le résultat obtenu constitue l'ensemble d'attributs caractérisant la saveur du JONFC.

Pour évaluer les capacités du panel expert, le coordinateur a proposé aux panélistes de déguster trois JONFC d'origine commerciale similaire. Des échantillons de chacun de ces JONFC ont été présentés de façon monadique (un par un) et dans un ordre différent pour chaque panéliste au cours d'une séance et également dans un ordre différent pour un même panéliste au cours de différentes séances. Chaque jus a été dégusté quatre fois afin de tester la répétitivité des panélistes. Les deux premières répétitions ont permis aux dégustateurs de se familiariser avec la notation sur échelles et de s'ajuster à celles-ci en fonction des intensités

perçues dans les produits. Cette étape a permis d'obtenir une base de données nécessaire pour déterminer la performance des panélistes, laquelle a été réalisée à l'aide de l'APG.

Pour l'analyse sensorielle des trois JONFC commerciaux, huit attributs ont été retenus, à savoir : « Fraîchement pressé », « Fruité », « Persistance globale », « Huileux », « Zesté / Pelure », « Maturité », « Équilibre acide-sucré » et « Texture ». Chacun de ces attributs a été coté avec une échelle de 11 points. Pour les cinq premiers attributs, l'échelle était munie de deux bornes extrêmes : 0 (médiocre) et 10 (excellente). Pour les deux derniers attributs, une troisième borne représentant la note optimale a été ajoutée au milieu de l'échelle. Cette note optimale représentait l'équilibre entre l'acide et le sucré pour l'attribut « Équilibré » et entre le goût d'orange verte et d'orange mûre pour l'attribut « Maturité ». En outre, 12 descripteurs ont été retenus pour identifier les défauts du JONFC. Chaque échantillon, identifié par un nombre au hasard a été présenté aux panélistes à une température de 10° C, sous une lumière rouge. Après cette troisième étape, le panel était considéré prêt à réaliser l'évaluation sensorielle du JONFC.

### **1.3.2. Évaluation sensorielle du JONFC à travers une saison de production**

Le panel a analysé un échantillon chaque semaine, régulièrement en duplicata et pendant deux sessions (le matin et le soir de la journée de dégustation). Pour chaque échantillon, les sept attributs retenus et les 12 descripteurs des défauts ont été analysés de la même manière que dans la phase 3 d'entraînement et d'évaluation de la performance des panélistes. L'évolution de la performance du panel expert a été étudiée tout au long de la période d'évaluation sensorielle des 55 échantillons de JONFC. À cet effet, nous avons composés huit groupes de trois jus d'orange qui ont été dégustés par les cinq panélistes. Dans le but d'évaluer numériquement la performance du panel, les résultats de l'analyse sensorielle de chaque groupe de jus ont été évalués à l'aide de l'APG.

## 1.4. Résultats et discussion

### 1.4.1. Évaluation de la performance générale du panel de dégustation

La Figure 5.3 montre les résultats de l'APG effectuée sur les profils sensoriels des trois JONFC analysés lors de la phase 3 de formation et d'entraînement du panel expert. Elle représente les Estimateurs Procrustes obtenus après chaque transformation des configurations proposées par chacun des panélistes. Les transformations effectuées par cette analyse sont significatives. Chacune d'entre elles fait diminuer d'environ deux tiers la valeur de l'estimateur procrustes. Ceci signifie que, mis à part les caractéristiques sensorielles intrinsèques des trois jus d'orange et le nombre de dégustations réalisées, la note accordée à un attribut déterminé varie d'un panéliste à l'autre. Cette variation est causée par la façon dont chaque panéliste perçoit cet attribut et se sert des échelles limitant son intensité. Cependant, la valeur de l'estimateur procrustes des configurations non transformées (Figure 5.3a) indique que les juges 2 à 5 perçoivent de manière similaire les propriétés sensorielles du jus d'orange, seul le juge 1 montre un éloignement par rapport au groupe de panélistes. Après les transformations procrustéennes, les valeurs des Estimateurs Procrustes des juges deviennent très faibles ( $< 6.0$ ), ce qui montre que tous les panélistes sont constants dans la manière d'exprimer leurs jugements d'une dégustation à l'autre et d'un jus à l'autre (Figure 5.3d).

La Figure 5.3 montre aussi l'évolution de la performance du panel tout au long des dégustations réalisées aux 3 échantillons de JONFC. Dans la Figure 5.3a nous pouvons constater l'amélioration du jugement du panéliste 1 d'une dégustation à l'autre. Ce panéliste démontre un apprentissage significatif de l'utilisation des échelles à mesure que les dégustations se répètent. Les transformations par translation (centrage) et rotation améliorent significativement sa performance et la rendent à la hauteur du reste des panélistes et ceci à partir de la deuxième dégustation (Figure 5.3b et 5.3c). Ceci indique que chez ce juge en particulier, il y avait une utilisation partielle des échelles et une certaine confusion dans la compréhension du sens des attributs sensoriels. Par exemple, une note « excellente » attribuée par ce juge, pour les descripteurs « Équilibré » et « Maturité » à un échantillon déterminé, est toujours numériquement inférieure à celle attribuée par le reste des panélistes. Quant aux juges



2 à 5, ils ont des jugements homogènes et proches des notes consensus ce qui démontre leur haute performance.

Après la quatrième dégustation, les jugements des panélistes sont devenus pratiquement homogènes. En effet, la valeur des Estimateurs Procrustes avant et après les transformations réalisées par l'APG est la plus faible après la dégustation 4 (voir Figure 5.3d). Ceci démontre la capacité d'apprentissage du panel et son haut degré de performance à la fin de sa formation et entraînement.

L'effet des transformations menées par l'APG peut s'observer graphiquement dans la Figure 5.4 où l'axe des abscisses indique l'« Arôme » (somme des attributs « Fraîchement pressé » et « Fruité ») et l'axe des ordonnées la « Saveur » (somme des attributs « Équilibré » et « Maturité »).

#### **1.4.2. Évolution de la performance des juges pendant la durée de l'étude**

La Figure 5.5 montre l'évolution de la performance du panel à travers la dégustation des 55 échantillons de JONFC. Cette figure représente les Estimateurs Procrustes moyens des configurations non transformées (Figure 5.5a) et transformées (Figure 5.5b) de l'APG. Tout au long de cette période d'analyse la valeur de cet estimateur est restée à peu près constante pour tous les juges, sauf pour le numéro 1, pour qui l'amélioration de la performance est significative à travers le temps (Figure 5.5a) et pour le numéro 4 qui a manifesté, durant le mois de mai, un écart par rapport au panel. Par conséquent, la valeur moyenne de l'estimateur procrustes montre une légère diminution à travers le temps. Ceci indique que le panel devient plus homogène et donc plus performant dans ses jugements, au fur et à mesure de la pratique des dégustations. Ainsi, les échelles ont été peu à peu utilisées de la même manière par les panélistes, notamment par le panéliste 1, et les termes décrivant les attributs sensoriels du JONFC ont été progressivement apprivoisés dans le même sens.

Les transformations effectuées par l'APG étaient significatives. En effet, avant les transformations, la valeur de l'estimateur procrustes du panel a oscillé entre 9 et 19 (Figure 5.5a), tandis qu'après les transformations, elle a varié entre 0.5 et 1 (Figure 5.5b). Bien que le panel est devenu peu à peu homogène, le traitement individuel des attributs et l'emploi des

échelles pour chacun d'entre eux ont été toujours des caractéristiques particuliers à chaque panéliste. Néanmoins, comme la performance du panel est restée approximativement constante à travers le temps, on peut considérer que la moyenne des réponses de l'ensemble des juges est hautement représentative des caractéristiques sensorielles des JONFC analysés.

Projet Jus d'orange non fait de concentrés (Analyse sensorielle sur produit fini)

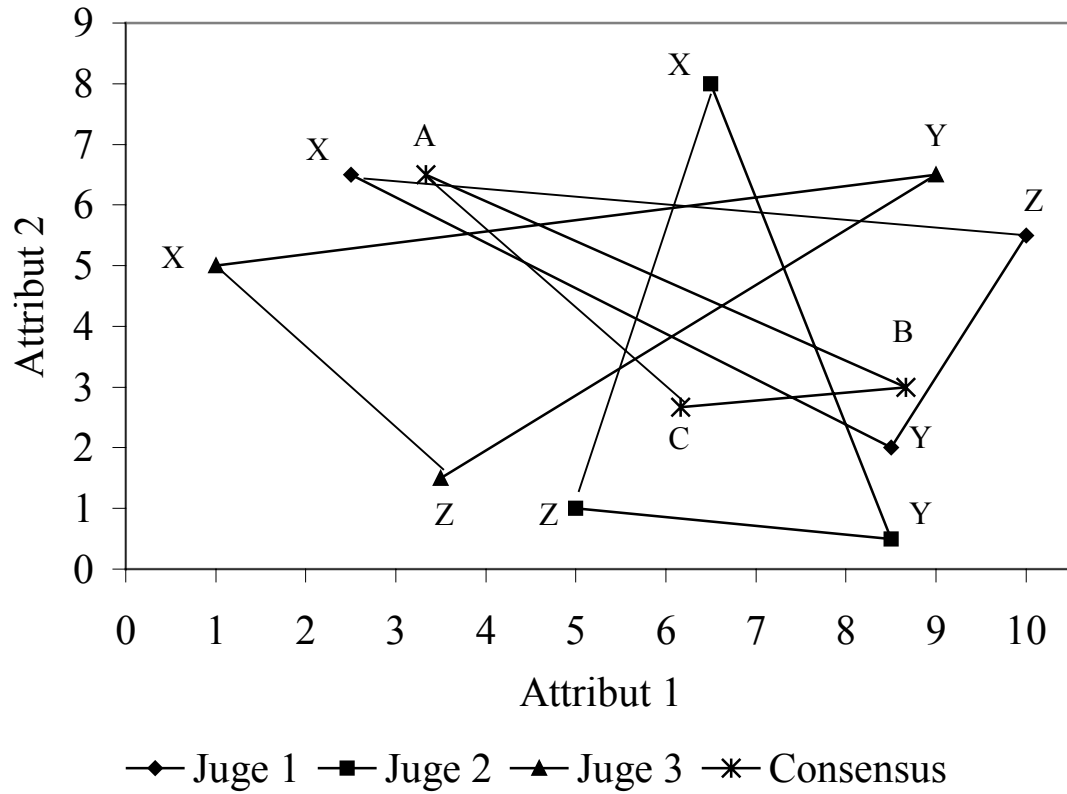
Date de l'Analyse : \_\_\_\_\_ Code de l'échantillon : \_\_\_\_\_

Nom du juge : \_\_\_\_\_

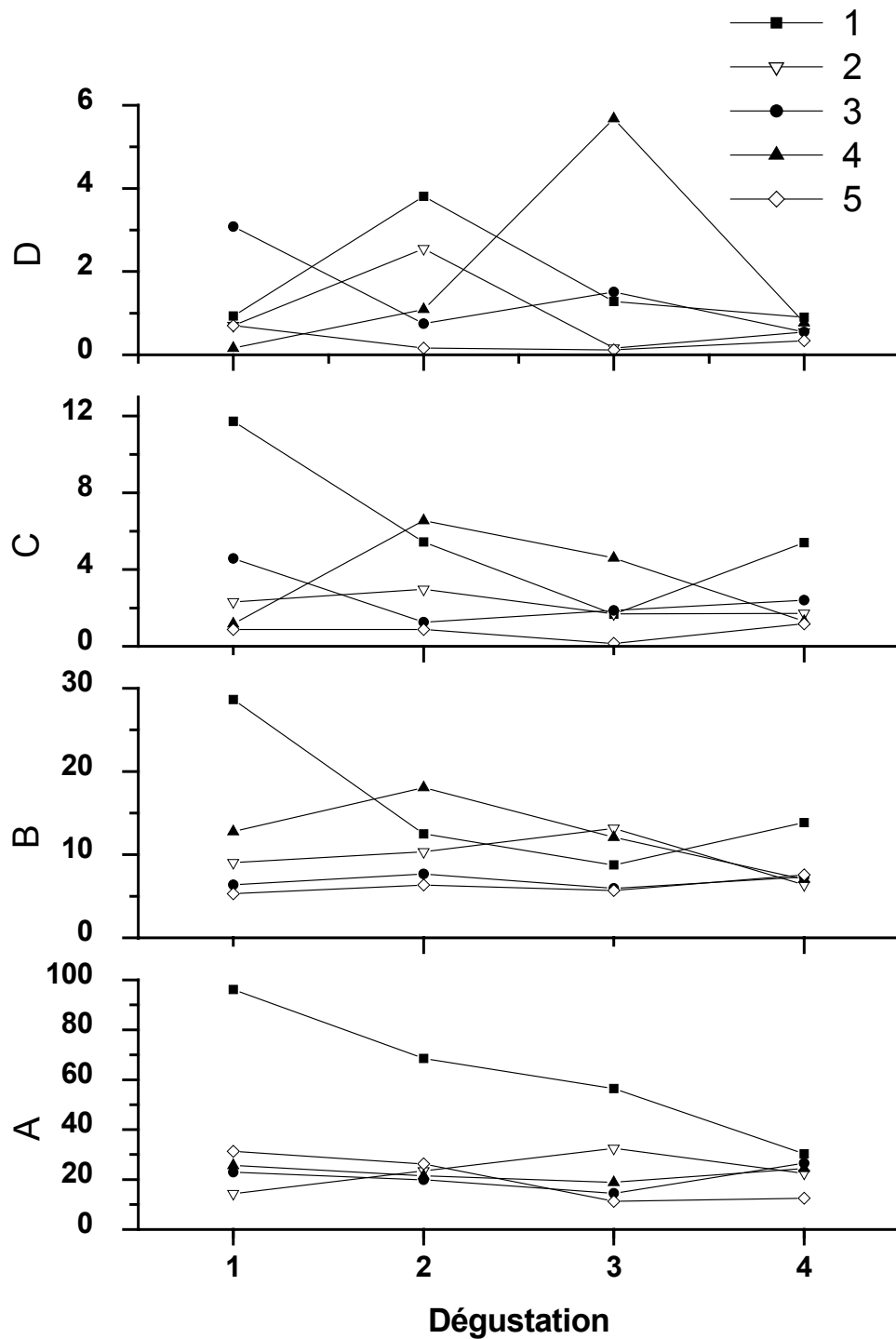
**Instructions** : Notez tous les descripteurs de façon indépendante pour chacun d'entre eux.

<b>DESCRIPTEUR SENSORIEL</b>	<b>0</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
ODEUR/PARFUM (d'orange fraîchement pressée)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
ÉQUILIBRÉ (rapport acide/sucré)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
FRAIS PRESSÉ (Goût fraîchement pressé)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
INTENSITÉ DU GOÛT (Goût d'orange global)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
HUILEUX (Reste sur la langue, persistant, très prononcé)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
ZESTÉ / PELURE (N'enrobe pas la bouche, fort, mais non persistant, moins saturant que huileux)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
MATURITÉ / ORANGE MÛRE	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
ARÔMES AJOUTÉS (arômes non balancés avec le reste du jus)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
OXYDÉ	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
AUTRE (PRÉCISER)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Commentaires :											

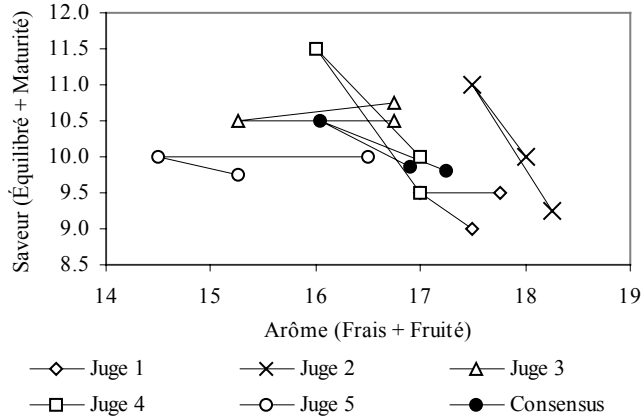
**Figure 5.1.** Grille d'évaluation de l'analyse sensorielle du JONFC.



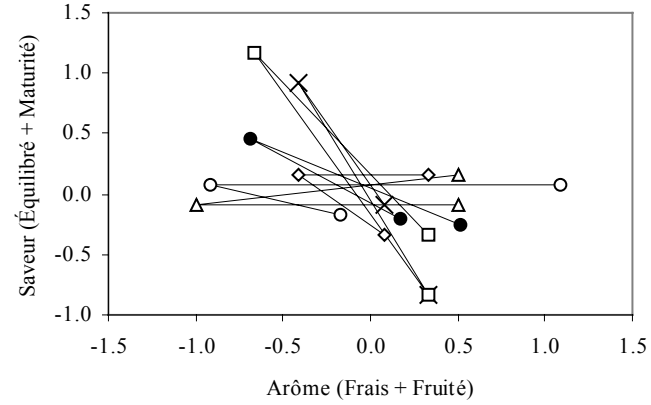
**Figure 5.2.** Représentation graphique des résultats de l'évaluation sensorielle de trois produits (x, y, et z) réalisée par trois juges et configuration consensus (triangle ABC).



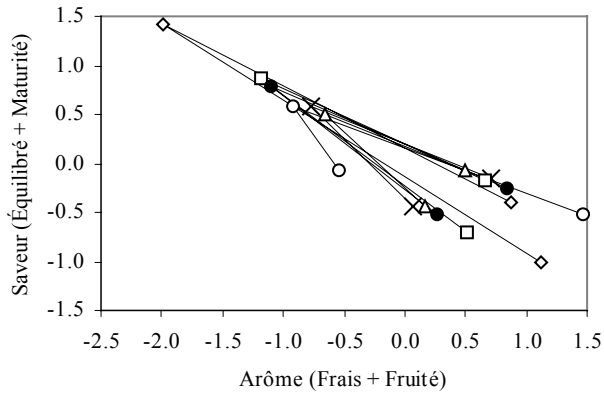
**Figure 5.3.** Résultats de l'évaluation de la performance des panélistes. Valeur des estimateurs procrustes après les transformations réalisées par l'APG. A : Sans transformation B : Après translation C : Après rotation D : Après mise à l'échelle.



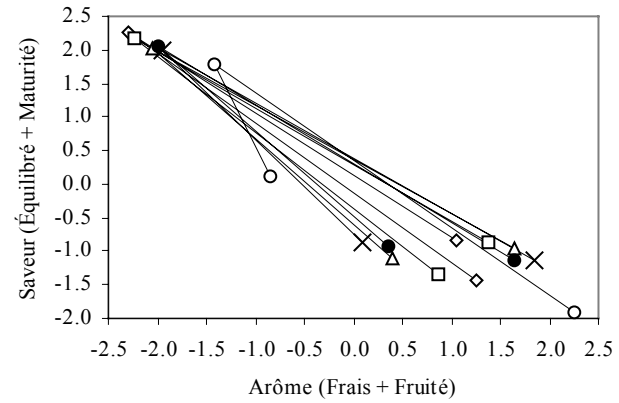
a) Sans transformation



b) Après translation

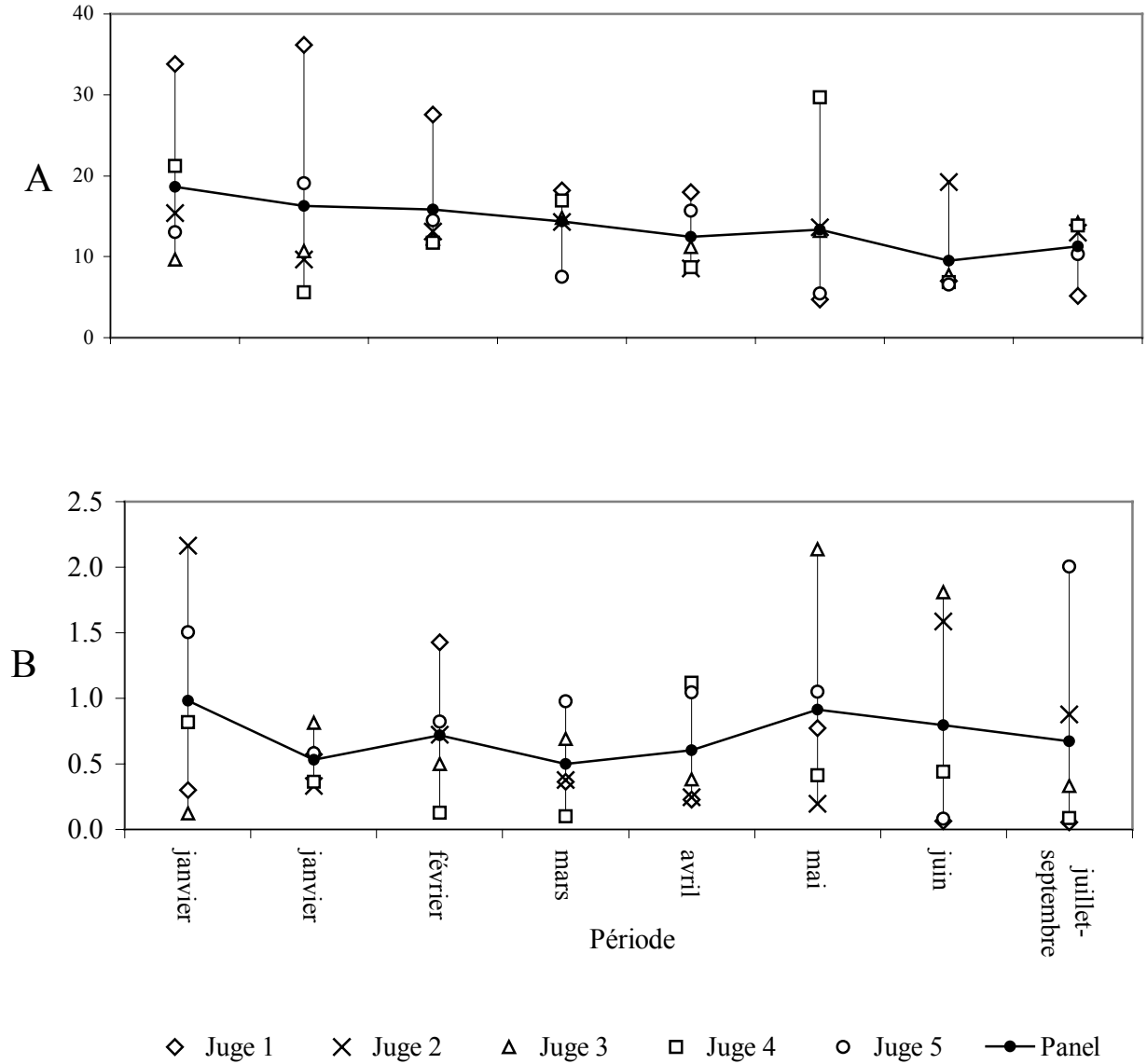


c) Après rotation



d) Après mis à l'échelle

**Figure 5.4.** Transformations effectuées par l'APG. Configurations sensorielles de trois JONFC.



**Figure 5.5.** Évolution de la performance moyenne du panel expert à travers le temps (période du 7 décembre 1998 au 14 février 2000). A : Estimateurs procrustes sans aucune transformation. B : Estimateurs procrustes après transformations.