

# Recherche et maîtrise des composés volatils d'intérêt aromatique dans les produits cidricoles (AromaCidre)

Une étude conduite entre 2008 et 2011 (Projet Casdar sur les préférences des consommateurs) a montré l'intérêt de pouvoir commercialiser des cidres ayant des caractéristiques fruitées plébiscitées par une partie importante des consommateurs. Atteindre cet objectif nécessite de mieux comprendre la constitution de l'arôme des produits cidricoles afin de travailler sur les facteurs de modulation et de conservation de ces caractéristiques.

L'arôme des produits fermentés est un mélange complexe de molécules de classes chimiques variées. Les caractéristiques fruitées de ces produits sont principalement véhiculées par les esters. D'autres types de composés volatils, tels que les composés soufrés volatils ou les phénols volatils, sont susceptibles d'agir sur l'arôme global du produit.

Cet enjeu a nécessité la mise en place d'outils adaptés : extraction des arômes, olfactométrie, dosage par chromatographie en phase gazeuse, jury interne d'évaluation sensorielle. En premier lieu, une collecte ciblée a permis de définir un panel de produits intéressants, cartographiés sensoriellement. Les résultats d'analyses de profils aromatiques, complétées par des analyses chimiques classiques, sont présentés et discutés en mettant en évidence des compositions caractéristiques de groupes de cidres.

## 1 - Matériels et méthodes

### 1.1 - Collecte de cidres d'intérêt

Une collecte de produits a été réalisée dans tout le grand ouest (Bretagne, Normandie, Pays de la Loire) afin de récupérer des cidres ayant des caractéristiques particulières : cidres fruités, neutres, phénolés et soufrés. Cette première sélection a été effectuée sur la base de dégustations réalisées avec les producteurs.

Le tableau 1 compile les origines des cidres collectés et ceux retenus dans le cadre de cette étude. Ainsi, sur les 2 années 2012 et 2013, 110 produits ont été collectés pour retenir au final 66 cidres caractérisés finement afin de constituer une base de données exploitable.

**Tableau 1 - Origine des cidres collectés pour l'étude des composés volatils reliés aux caractéristiques fruitées des produits**

Région	Département	Nombre de producteurs contactés	Nombre de produits sélectionnés	Nombre de produits retenus
Bretagne	22	10	18	7
	29	7	11	9
	35	6	21	11
	56	5	12	8
Normandie	14	13	19	15
	27	4	5	5
	50	6	11	8
	61	2	2	0
	76	1	4	2
Pays de Loire	44	1	4	1
	53	1	0	0
	72	1	0	0
Autre	73	1	3	0
<b>Total</b>		<b>58</b>	<b>110</b>	<b>66</b>

### 1.2 - Evaluation sensorielle

Les produits ont été dégustés par un jury interne constitué de 13 personnes entraînées et habituées à l'univers des produits cidricoles. Les dégustations sont réalisées dans des verres INAO et sous lumière rouge afin de s'affranchir des variations de couleur d'un produit à l'autre pouvant influencer le jugement. Six produits au maximum ont été présentés par séance avec une présentation aléatoire. Les notations sont réalisées pour chaque descripteur, regroupés et présentés dans le tableau 2, sur une échelle à 10 points en mode monadique

**Tableau 2 - Familles et sous-familles de descripteurs sensoriels utilisés pour l'évaluation des cidres**

Famille	Sous-famille	Famille	Sous-famille
<b>Arômes</b>		<b>Fruits élaborés</b>	
<b>Soufré- Phénolé</b>			
Soufré	Croupi, serpillière	Compoté	
	Etable-lisier	Caramel Beurre	
	Œuf pourri	Pruneau	
	Chou	Fruits secs	
Phénolé	Cuir-écurie	Fruits confits	
	Médicamenteux	<b>Sous-bois</b>	
	Gouache	<b>Végétal</b>	
<b>Fruité-Floral</b>		<b>Saveurs et sensations</b>	
Fruité	Pomme	Sucré	
	Banane-Poire	Amer	
	Fruits rouges	Acide	
	Fruits exotiques	Astringent	
	Agrumes		
Floral			

## 2 - Résultats-discussion

### 2.1 - Evaluation sensorielle des 66 cidres de la base

Des analyses statistiques sur les familles de descripteurs permettent de classer les produits en 4 grandes familles sensorielles de cidres : cidres fruités, cidres fruités compotés, cidres neutres et cidres soufrés et/ou phénolés (figure 1).

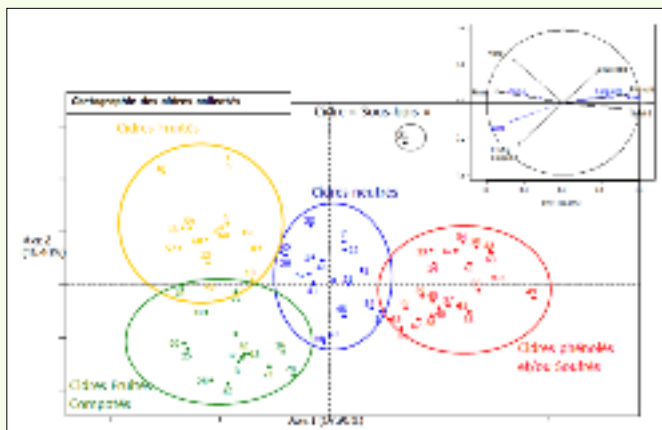
- Cidres soufrés et/ou phénolés : ils se situent sur la droite du graphique et sont caractérisés par des notes soufrées (odeur de réduction) de type : œuf pourri, chou, croupi ou étable ; et/ou par des notes animales (dues probablement à *Brettanomyces*) de type : cuir, gouache, médicammenteuse, étable, écurie.

- Cidres neutres : cidres sans défauts marqués mais ne comportant pas de caractère aromatique très puissant. Ils se situent au centre du graphique et ne comportent pas de caractéristiques organoleptiques très marquées.

- Cidres fruités : ils se situent en haut à gauche du graphique et sont caractérisés par des notes fruitées, florales : pomme, banane, poire, fruits rouges, fruits exotiques, agrumes...

- Cidres fruités compotés : cidres comportant des notes aromatiques caractéristiques en lien avec la pasteurisation ou l'oxydation. Ils se situent en bas à gauche du graphique et sont caractérisés par des notes de fruits "élaborés" c'est-à-dire ayant subi un pro-

**Figure 1 - Plan des axes 1 et 2 de l'analyse en composante principale des données obtenues lors des dégustations des 66 cidres collectés en 2012 et 2013**



céde de transformation telle que la pasteurisation. Ces notes sont de type : pomme cuite, compote, caramel au beurre, pruneau, fruits confits...

Il est à noter que cette cartographie confirme les résultats obtenus par Le Quéré et al. en 2006 montrant une bipolarité de l'espace cidre. Nous ajoutons ici une dimension en discriminant les cidres fruités des cidres fruités compotés.

## 2.2 - Caractérisation chimique

Une caractérisation chimique des 66 cidres (résultats présentés dans le tableau 3) permet, d'une façon générale, de montrer que les cidres fruités sont plutôt des cidres sucrés avec des masses volumiques assez élevées (1 029 pour les fruités compotés, 1 025 pour les fruités) voir acidulés (pH moyen 3,6) pour certains. Les cidres marqués par des notes phénolées et/ou soufrées sont plutôt des cidres amers et astringents. Ceci peut notamment s'expliquer par le fait que ces derniers sont des cidres plus évolués avec une fermentation plus avancée ; ce sont des cidres plutôt bruts avec des masses volumiques plus faibles (1015) et des degrés alcoolométriques les plus forts (moyenne de 4,3 % vol). L'absence de sucre va révéler la saveur amère et la perception de l'astringence.

**Tableau 3 - Moyenne des données d'analyse chimique sur les 66 cidres, par catégorie sensorielle déterminée par le jury entraîné**

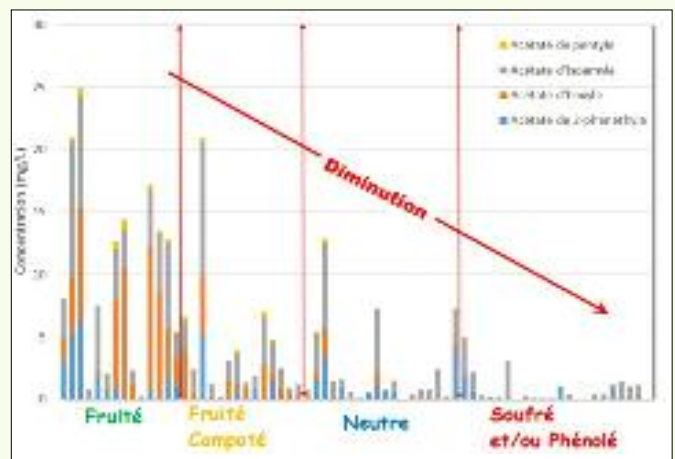
	Soufré Phénolé	Neutre	Fruité compoté	Fruité
Acidité totale (g/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	3,2	3,3	4,0	4,6
Acidité volatile (g/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	0,2	0,2	0,1	0,1
Titre Alcoométrique Acquis (% vol)	4,3	3,6	2,7	3,5
pH	3,9	3,8	3,7	3,6
Masse volumique	1015	1021	1029	1025
Sucres totaux (g/L)	40	48	55	53

## 2.3 - Dosage des composés volatils

Afin de mettre en évidence des relations entre caractéristiques sensorielles et compositions physico-chimiques des cidres mais aussi de déterminer les composés clés de l'arôme, nous avons dosé différents composés volatils.

La figure 2 présente les esters majoritaires dosés dans les différents cidres de l'étude. Ces analyses montrent des concentrations en esters d'acétate conséquentes pour les cidres fruités et légèrement moindres pour les cidres fruités compotés. Les cidres neutres ont des concentrations très faibles en esters d'acétate tandis que les cidres soufrés/phénolés sont en général quasiment dépourvus de

**Figure 2 - Dosage des esters d'acétate (mg/L) dans les 66 cidres de l'étude**



ces composés. On peut néanmoins observer quelques exceptions pour chaque catégorie.

L'absence d'esters d'acétate dans certains produits fruités peut s'expliquer par la probable présence dans ces produits de marqueurs non dosés par les méthodes actuelles. Ceci est également le cas pour les cidres compotés puisque nous n'avons pas analysé les composés reliés à des phénomènes d'oxydation ou de pasteurisation (furfural, HMF, ...).

Pour les produits neutres et soufrés/phénolés, la présence d'esters d'acétate et le classement des cidres des catégories autres que "cidres fruités", peuvent s'expliquer soit par des concentrations trop faibles pour permettre une expression aromatique, soit par la présence de molécules masquant leurs odeurs.

Il est à noter que les esters éthyliques également dosés dans cette étude (données non présentées) ne montrent pas de différences très marquées par catégorie sensorielle (outre le décanoate d'éthyle). Ceci s'expliquerait par le fait que ces composés sont directement issus de la fermentation alcoolique par les levures de type *Saccharomyces* et seraient formés dans tous les produits dès qu'une fermentation se déroule.

Les phénols volatils ont également été dosés car responsables d'un défaut animal relié à une contamination par la levure de type *Brettanomyces*. Les précurseurs, polyphénols des pommes, peuvent être dégradés lorsque les pommes présentent des moisissures ou si les enzymes de défécation comportent des activités enzymatiques secondaires trop importantes.

Les résultats présentés dans la figure 3 montrent des quantités

**Figure 3 - Dosage des esters d'acétate (mg/L) dans les 66 cidres de l'étude**

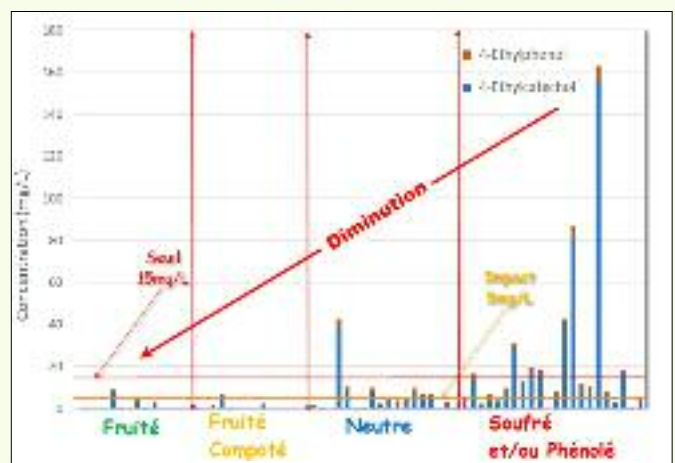
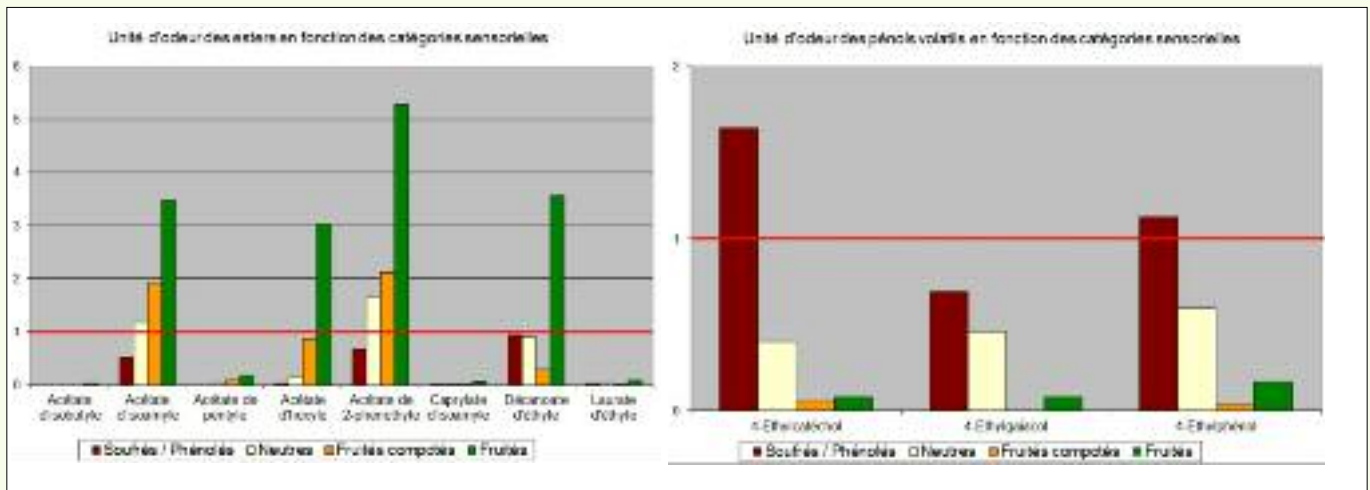


Figure 4 - Nombre d'unité d'odeur des esters et des éthylphénols dosés dans les 66 cidres collectés, en fonction de la catégorie sensorielle



importantes de ces composés dans les cidres soufrés/phénolés. Leur présence est moindre dans les produits neutres tandis qu'ils sont quasiment absents des produits fruités et fruités composés. La non-expression dans ces derniers produits lorsqu'ils sont présents peut provenir du fait qu'ils sont très largement en dessous de leurs seuils de perception (ligne rouge) ou de la concentration impactant l'arôme (ligne orange) et/ou que les quantités d'esters présents sont largement suffisantes pour conserver l'arôme fruité des produits.

En exprimant les données en nombre d'unité d'odeur (concentration/seuil de perception) (figure 4), il est possible d'obtenir une information sur la participation directe d'un composé sur l'arôme du produit.

Ainsi, quatre molécules sont très spécifiques des cidres fruités : acétate d'isoamyle, acétate d'hexyle, acétate de 2-phényléthyle et décanoate d'éthyle. Il semble que ces esters soient nécessaires à une expression du fruité dans les produits. Ce ne sont probablement pas les seuls mais ils sont de première importance. D'un autre côté, les éthylphénols ont un impact prépondérant dans les cidres soufrés/phénolés.

tiques telle *Hanseniaspora* et devrait donc être plus spécifique des cidres fruités. Il serait intéressant à ce niveau d'étudier l'impact de ces composés sur l'arôme global du produit afin de vérifier l'effet réel que ceux-ci ont sur le produit.

La composition des cidres semble rendre compte de la qualité sensorielle des cidres. Les cidres fruités, riches en esters d'acétate et pauvres en phénols volatils de manière générale et plutôt des cidres doux, s'opposent aux cidres soufrés et/ou phénolés, pauvres en esters d'acétate et riches en phénols volatils, principalement des cidres bruts. Au vu de ces résultats, on peut penser que la levure *Brettanomyces* est largement impliquée dans l'orientation du profil aromatique des cidres. Cette levure est clairement impliquée dans la formation des phénols volatils mais son rôle dans la diminution des concentrations en esters reste à préciser. Des expérimentations sont en cours afin de comprendre l'origine de cette dichotomie. En tout état de cause, ces constatations confirment l'importance à donner à l'hygiène des ateliers en vue de diminuer le risque de contamination par *Brettanomyces*. Pour rappel, cet aspect a été traité lors d'une journée technique sur l'hygiène organisée par l'IFPC le 2 juillet 2015.

HUGUES GUICHARD - PASCAL POUPARD - RÉMI BAUDUIN (IFPC)

### 3 - Conclusion

Le projet au cours duquel les données présentées ont été recueillies est toujours en cours. Les conclusions ne sont que partielles et des essais complémentaires se poursuivent. Cependant, différents éléments se dégagent.

Les esters d'acétate sont principalement formés par les levures, notamment les levures apiculées agissant en début de fermentation telle que *Hanseniaspora*. Les concentrations trouvées dans les produits dits fruités sont significativement plus importantes que dans les autres classes de produits (cidres fruités composés, cidres neutres et cidres phénolés et/ou soufrés). D'après nos données, ces composés sont très importants dans l'expression du fruité. Malgré tout, il semble que d'autres types de composés sont impliqués dans cette perception puisque tous les cidres fruités n'ont pas nécessairement des concentrations élevées en esters d'acétate.

Les esters éthyliques semblent peu nécessairement reliés aux notes fruitées dans les cidres. Par exemple dans les vins rosés, l'hexanoate d'éthyle est responsable des notes de type fruité, anisé, mais ce composé n'a pas été relié aux cidres fruités. Or ce composé serait généré plutôt par des flores levuriennes aroma-

Le projet Aromacide est conduit dans le cadre de l'UMT Novacide formée entre l'IFPC et l'INRA BIA PRP Le Rheu et financé avec le soutien financier de FranceAgriMer, du Ministère de l'Agriculture (CASDAR) et de l'Unicid, en partenariat avec l'ARAC, la CRA Bretagne et le SPCFHN.

