

Avoir du nez...

par Maurice SCHWING et Monique SCHWOB
Lycée G. de la Tour, 57000 Metz

Les sections techniques du lycée G. de la Tour comprennent des sections F7 et F7' où la chimie et le laboratoire revêtent une grande importance, des sections F8 où le programme de physiologie est conséquent, et un BTS-ESF (Économie Sociale et Familiale) où le volet «Alimentation» (consommation alimentaire, comportements alimentaires, problèmes actuels de l'alimentation...) est l'un des grands thèmes du programme et où la chimie intervient pour un horaire non négligeable.

C'est autour de ces trois sections que nous avons construit un P.A.E. à caractère scientifique centré sur le thème des Arômes.

Les objectifs généraux de ce P.A.E. étaient tout d'abord de motiver les élèves en leur proposant de travailler sur un thème à la fois très scientifique et directement lié à la vie quotidienne. Nous souhaitons également par ce biais amener les élèves à réfléchir sur les notions «naturel / artificiel» : la chimie est souvent très mal considérée (même auprès d'élèves se destinant à des carrières scientifiques) et le domaine de l'alimentation est particulièrement riche à étudier sous cet angle.

D'autre part, les premières lectures que nous avons faites à ce sujet nous ont fait prendre conscience de l'importance de l'aspect sensoriel de ce thème. Or, l'apprentissage du goût et de l'odorat ne font l'objet d'aucun apprentissage dans notre système éducatif (sauf quelques sections spécialisées). Il existe toutefois quelques expériences ponctuelles*. Il nous a donc semblé intéressant de mener une ébauche d'initiation à l'analyse sensorielle.

Nous allons dans la suite de cet article décrire les deux principaux volets de ce P.A.E., d'une part l'étude chimique de quelques arômes et de leurs propriétés, d'autre part l'approche sensorielle qui en a été faite.

* menées en particulier par J. PUISAIS, Institut Français du Goût, Tours.

Nous évoquerons sans les détailler quelques uns des autres aspects du travail réalisé : physiologie, législation, cuisine...

1. ANALYSE SENSORIELLE

La première étape de notre travail a consisté à rechercher des éléments précis concernant cette activité. En effet, si la littérature classique et les diverses revues de vulgarisation évoquent parfois les problèmes sensoriels [1 à 4], nous n'avions aucune idée de la manière concrète dont nous pouvions mener cet apprentissage. Or nous souhaitons avant tout ne pas faire «n'importe quoi», mais mettre en œuvre, dans la mesure du possible, des méthodes rigoureuses.

Nos recherches nous ont mis en contact avec des spécialistes de ce domaine* grâce auxquels nous avons pu élaborer quelques protocoles adaptés aux élèves et à la situation particulière de l'enseignement.

1.1. Les conditions de travail

Nous avons travaillé avec six groupes de 8 à 12 élèves volontaires de niveaux différents (de la seconde au BTS) encadrés à chaque fois par un ou deux enseignants de disciplines diverses (chimie, physiologie, cuisine). L'ensemble des enseignants testaient chaque protocole qui était ensuite proposé la semaine suivante aux élèves.

L'idéal aurait été que ces séances de «dégustation» puissent avoir lieu entre 11 h et 13 h, mais nous avons été obligés de fixer les horaires selon les libertés de chacun ce qui fait que certaines séances ont lieu en fin d'après-midi (le matin de bonne heure et après le déjeuner sont des créneaux à éviter).

Il est souhaitable de disposer d'une salle aérée, sans odeurs, avec évier et eau courante. Les salles de TP de chimie ne sont pas recommandées étant donné l'atmosphère qui y règne souvent. Ne pas fumer pendant les heures qui précèdent la dégustation semble relever du simple bon sens... mais il vaut mieux le préciser aux élèves.

* Monsieur et Madame Moll, Société CERVAC-EST (Centre de Recherche et de valorisation des produits de consommation), Nancy et Université de Nancy I.

1.2. Le déroulement des séances

En nous appuyant sur divers documents [5, 6, 7], nous avons mis au point quatre séances. Avec plus de temps il serait parfaitement possible de multiplier ces séances pour approfondir l'apprentissage.

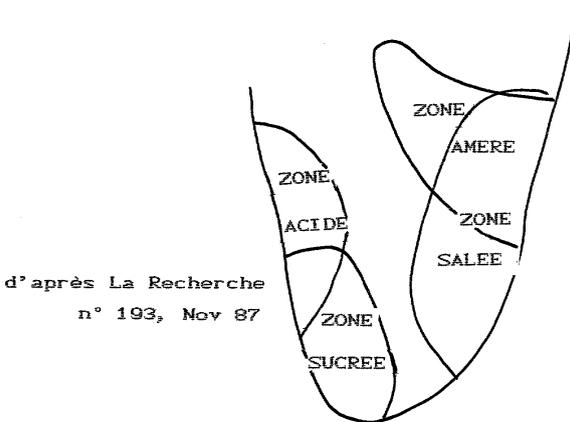
- 1) Apprentissage des goût fondamentaux.
- 2) Reconnaissance de quelques saveurs usuelles.
- 3) Mesure du seuil de sensibilité.
- 4) Reconnaissance d'odeurs.

Toutes les solutions (à préparer au dernier moment) ont été préparées avec de l'eau de Volvic qui, en raison de sa faible minéralisation, est considérée comme «neutre» du point de vue goût. Il faut disposer d'un grand nombre de verres «en verre» (et non en plastique, carton... qui donneront toujours un goût) : certaines séances nécessitent 18 verres par personne !... La bonne volonté des élèves pour la vaisselle n'a jamais été en défaut !

1.2.1. Apprentissage des goûts fondamentaux

On distingue traditionnellement quatre saveurs élémentaires : sucré, salé, amer, acide qui correspondraient à quatre zones de saveur au niveau de la langue.

Certaines professions y ajoutent, sur le plan des standards de goût, l'astringent et le métallique que nous avons inclus dans notre expérience.



Les solutions utilisées sont les suivantes :

Salé	chlorure de sodium	5 g/l	(épicerie)
Sucré	saccharose	20 g/l	(épicerie)
Amer	caféine	1,5 g/l	(pharmacie)
Acide	acide tartrique	0,5 g/l	(laboratoire)
Astringent	acide tannique	1 g/l	(pharmacie)
Métallique	sulfate de fer II (7H ₂ O)	0,01 g/l	(laboratoire)
(solution qui ne se conserve absolument pas)			

On présente aux «goûteurs» les différentes solutions, codées mais non identifiées (A à F par exemple) et dans un ordre quelconque. On présente ensuite une autre série de verres numérotés, dans un ordre quelconque, contenant les mêmes solutions. Il s'agit alors « d'apparier» la deuxième série de verres avec la première (dans la deuxième série, il peut y avoir des échantillons absents ou en double).

Avec certains groupes, nous avons commencé par une identification guidée des six goûts de bases avant de procéder à l'essai d'appariement.

Il ne faut pas oublier de prévoir des verres supplémentaires et une abondante quantité d'eau de Volvic pure pour se rincer la bouche régulièrement (on n'est pas obligé d'avalier) car certains goûts sont peu agréables et d'autres franchement désagréables : nous avons parfois regretté de ne pas avoir d'appareil photo ! Il est intéressant toutefois de noter que l'appréciation des «bons» et «mauvais» goûts est très variable d'un sujet à l'autre.

Il est également intéressant de faire noter aux élèves le vocabulaire que leur inspire chaque goût en cours d'identification : les associations d'idées mériteraient d'être analysées et un travail approfondi sur ce vocabulaire pourrait être mené avec un enseignant de lettre ou de psycho.

A titre d'exemple : le goût amer suscite : pamplemousse, médicament, amande mauvaise, café trop fort, frissonnant, crispant, très désagréable...

On peut également faire analyser en détail par chaque participant sa propre perception : zone de la langue mise en jeu (très net dans certains cas - acide sur le coté de la langue - et pour certains individus),

perception immédiate (acide, salé ou métallique) ou différée (sucre, amer ou astringent)...

Les goûts sucré, salé et le plus souvent acide sont perçus et reconnus assez facilement ; les goûts amer, astringent et métallique font l'objet de confusions plus nombreuses et mériteraient pour certains une poursuite de l'apprentissage.

1.2.2. Reconnaissance de saveurs usuelles

On appelle «flaveur» l'ensemble des sensations olfactives (odeur) et gustatives (saveurs) produites par l'arôme et perçues pendant la consommation du produit.

Parmi un ensemble de composés utilisés comme témoins de référence, nous avons retenu les suivants que l'on peut se procurer relativement facilement et qui ne nécessitent pas, à notre niveau, de purification particulière. Nous avons utilisé des produits de qualité alimentaire. (catalogue ALDRICH «Flavours & Fragrances»).

Éthanol	(vodka de bonne qualité, type Smirnoff) (voir en deuxième partie l'analyse par chromatographie en phase gazeuse de ce produit)	17 g/l
Vanille	(Vanilline)	40 µg/l
Diacétyl ou butan-2-3-dione	odeur de beurre	0,20 mg /l
Acétate d'isoamyle	odeur de banane	1 mg/l
Benzaldéhyde	odeur d'ananas	1 mg/l
On peut également utiliser :		
Acétaldéhyde	odeur de pomme	20 mg/l
Acétate d'éthyle	odeur de vernis	30 mg/l
Eugénol	odeur épicée	40 µg/l

Les concentrations proposées correspondent à des seuils moyens de perception. On ne peut utiliser plus de quatre à cinq produits dans une même séance car on atteint très vite une saturation qui rend toute perception impossible.

On procède de la même façon que précédemment en commençant par analyser, et si possible identifier, chaque goût individuellement (il est important de ne pas parler pour ne pas influencer les voisins). Puis

on fait un essai d'appariement avec une nouvelle série de verres contenant les mêmes substances.

Nous avons également essayé de décrire chaque flaveur grâce à des mots issus d'une liste de 140 mots prévus à cet effet* ; l'exercice est prématuré à ce stade de l'apprentissage. Il pourrait être repris si l'on avait le temps de faire plusieurs séances de reconnaissance de flaveurs différentes et à condition de se familiariser au préalable avec la liste de mots.

Extrait de la liste de mots :

1 parfum	72 cuir	122 égout
2 sueur	73 poire	123 sucré
3 amande	74 tabac froid	124 herbe écrasée
4 brûlé, fumé	77 souris	126 pain frais
...

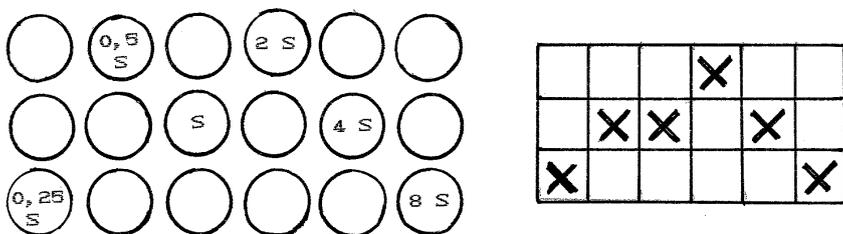
On pourrait alors, si on disposait d'un «panel» suffisant de «goûteurs», établir une fiche pour chaque flaveur : on retient les descriptions qui sont proposés par plus de 50 % des participants.

1.2.3. Détermination du seuil de sensibilité

La notion du seuil sensoriel n'est pas évidente à définir (seuil de perception, seuil d'identification...). Nous nous sommes contentés d'une notion approximative en cherchant à déterminer la plus faible concentration d'une substance pouvant être détectée à l'odeur ou au goût.

On présente à chaque candidat un plateau de 15 à 18 verres (nous y voilà...) rangés par lot de 3 (voir figure) dans chaque lot, deux verres contiennent de l'eau pure et le troisième la substance à détecter. La concentration de cette substance double d'un lot au suivant. La concentration du troisième lot correspond au seuil approximatif moyen de sensibilité S pour cette substance.

* Atlas of odor character profiles.



Chacun goûte les verres par lot de trois et de gauche à droite et note d'une croix dans un tableau le verre dans lequel il pense détecter la substance recherchée et inconnue. On considère que la sensibilité correspond au premier lot à partir duquel le sujet ne se trompe plus. Dans l'exemple du tableau ci-dessus, la sensibilité du sujet correspond à la sensibilité moyenne S.

Nous avons réalisé ce test avec l'éthanol (vodka) en prenant comme seuil de sensibilité 17 g/l ce qui correspond environ à 2° d'alcool (on ne proposera aux élèves que les quatre ou cinq premiers lots et en très petite quantité - quelques cm³). Il serait intéressant de tester de la même façon d'autres substances.

Les résultats sont très caractéristiques. D'une part le goût de l'alcool pur n'est pas toujours identifié (même auprès des adultes), car il est habituellement masqué par d'autres saveurs. D'autre part la sensibilité individuelle est très variable : certains détectent la plus petite trace d'alcool (lot n° 1 soit 0,5° d'alcool) ; la moyenne se situe effectivement autour du lot n° 3 mais pour certains il faut atteindre le lot n° 4 (soit environ 4° d'alcool) pour avoir des réponses systématiquement fiables.

1.2.4. Reconnaissance d'odeurs

Nous avons utilisé des échantillons fournis par la maison GAZAN et des «bandelettes» de parfumeur (on pourra à défaut utiliser des bandelettes découpées dans du papier filtre suffisamment épais).

- Les échantillons dont nous disposions comprenaient le plus souvent
- un arôme naturel,
 - l'arôme artificiel correspondant,
 - l'huile essentielle correspondante.

Il s'agissait essentiellement d'arômes de fruits (pamplemousse, citron, fraise, cerise...).

On verse une goutte de substance sur l'extrémité de la bandelette, on laisse évaporer quelques instants en agitant légèrement, puis on approche (pas trop près...) la bandelette du nez en agitant légèrement. Il faut là aussi disposer d'une grande salle aérée et éloigner au maximum les bandelettes dès que l'essai est terminé. On ne peut de toutes façons analyser plus de 4 à 5 odeurs différentes en une même séance, l'odorat et la salle étant très vite saturés.

Ici encore il est intéressant que chacun note (en silence) tous les mots qui lui viennent à l'esprit : on constate à nouveau des associations d'idées, des réminiscences de situations qui mettent bien en évidence la complexité du mécanisme de mémorisation des odeurs [1].

On notera également la difficulté que rencontrent certains à associer un nom à l'odeur qui pourtant est bien identifiée. Par contre, dès que le nom a été prononcé, les «ah oui, c'est vrai...» fusent de partout. Toutes ces remarques peuvent être commentées en liaison avec le cours de physiologie.

2. EXPÉRIENCES RÉALISÉES AU LABORATOIRE DE CHIMIE

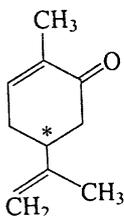
2.1. Introduction

Nous avons choisi d'étudier deux huiles essentielles contenant principalement du limonène et de la carvone :

- l'huile essentielle de menthe spearmint,
- l'huile essentielle de semence de carvi.

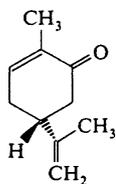
2.2. Structure des molécules de limonène et de carvone

2.2.1. La carvone

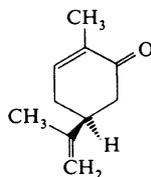


$$M = 150.22 \text{ g/mol}$$

$$\theta_{eb} = 227-230^\circ\text{C}$$



(R) - (-) - carvone

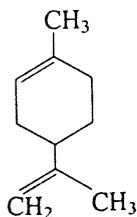


(S) - (+) - carvone

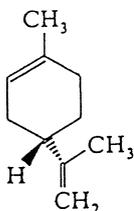
Les deux énantiomères ont des odeurs différentes :

- odeur épicée pour la (S) - (+) - carvone,
- odeur de menthe pour la (R) - (-) - carvone.

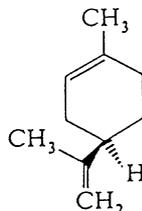
2.2.2. Le limonène



M = 136.24 g/mol
 θ_{eb} = 175-177°C



(S) - (-) - limonène



(R) - (+) - limonène

2.3. Analyse des huiles essentielles par chromatographie en phase gazeuse

Les conditions opératoires sont résumées dans le tableau ci-après :

Colonne inox.	
Support	: CHROMOSORB W AW 80/100
Phase stationnaire	: CARBOWAX 20M 10%
Longueur	: 2.5 m
Diamètre ext.	: 1/8 pouce = 3.2 mm
Débit du Gaz vecteur : 26 ml/min	
DéTECTEUR : Ionisation de flamme	
Température du four	: 200 °C
Température du détecteur	: 240 °C
Température de l'injecteur	: 240 °C
Quantité injectée : 1 µl	
Electromètre.	
Sensibilité	: 100
Atténuation	: /
Sortie enregistreur <input type="checkbox"/> intégrateur <input checked="" type="checkbox"/>	
Enregistreur :	
Sensibilité	: 0,02 v/cm
Vitesse de défilement du papier	: 25 mm/min

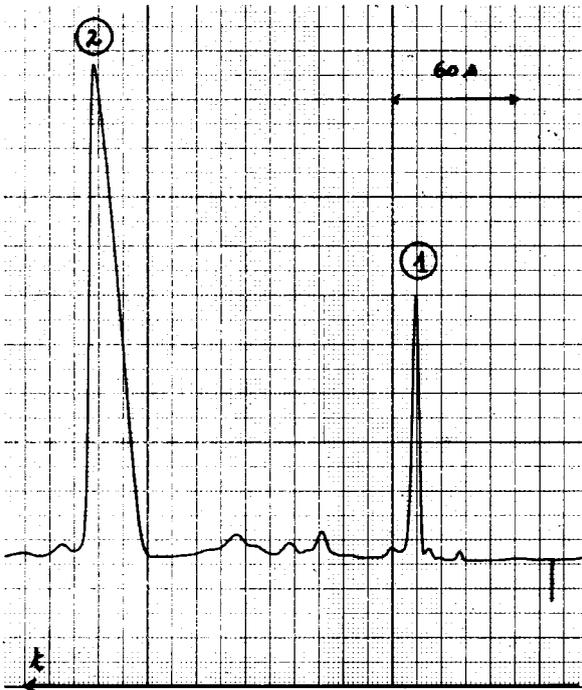


Figure 1 : Chromatogramme de l'huile essentielle de menthe spearmint.

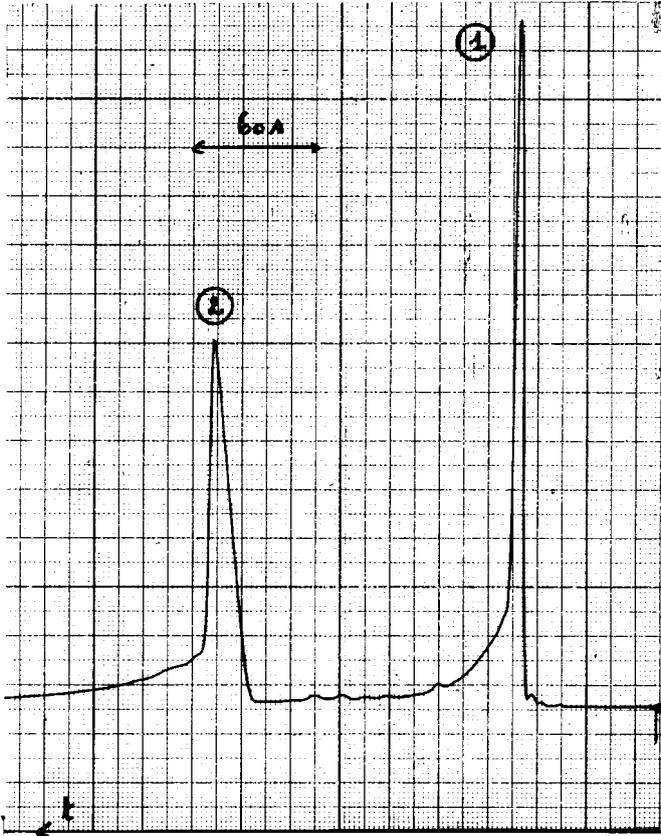


Figure 2 : Chromatogramme de l'huile essentielle de semence de carvi.

Dans les deux cas le pic n° 1 correspond au limonène et le pic n° 2 à la carvone.

La colonne utilisée ne permet pas de distinguer les énantiomères.

2.4. Distillation fractionnée des huiles essentielles

Elle est réalisée sous pression réduite. Pour chaque huile, on recueille deux fractions : la première constituée essentiellement de limonène et la deuxième constituée essentiellement de carvone.

La deuxième fraction sera étudiée par :

- chromatographie en phase gazeuse (pour s'assurer de la présence majoritaire de carvone),
- polarimétrie pour identifier l'énantiomère de la carvone.

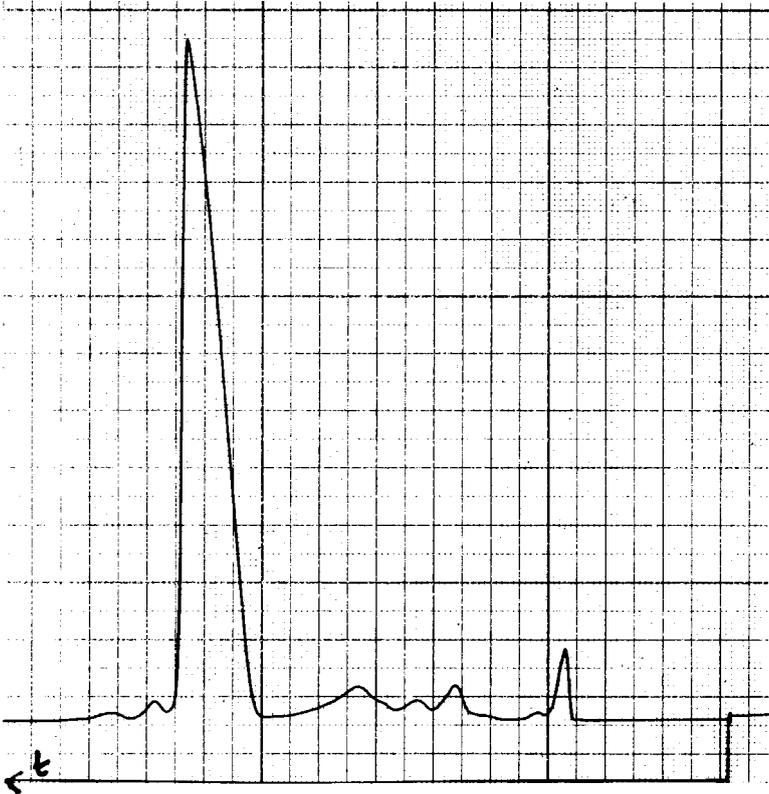


Figure 3 : Chromatogramme de la deuxième fraction.
Huile essentielle de menthe spearmint.
Fraction recueillie à 118°C. Pression : 25 mm Hg.
Cette fraction contient essentiellement de la carvone.



Figure 4 : Chromatogramme de la deuxième fraction.
Huile essentielle de semence de carvi.
Fraction recueillie à 120-125°C sous une pression de 24 mm Hg.

Les résultats des mesures effectuées au polarimètre sont rassemblés dans le tableau de la page 1038. Les solutions sont préparées de la façon suivante : une masse de 1.6 g de substance à étudier est introduite dans une fiole jaugée de 20 ml. On complète jusqu'au trait de jauge avec de l'éthanol.

Substance	α	$[\alpha]_D^{20}$	$[\alpha]_D^{20}$ catalogue Aldrich
(R) – (–) carvone (Aldrich)	– 8°20'	– 52.1°	– 61° *
(S) – (+) carvone (Aldrich)	+ 8°22'	+ 52.3° *	+ 58 ± 2° *
Deuxième fraction H.E. menthe spearmint	– 8°25'	– 52.5°	
Deuxième fraction H.E. carvi semence	+ 8°8'	+ 50.8°	

H.E. : huile essentielle.

$[\alpha]$: pouvoir rotatoire spécifique exprimé en «°» $\text{dm}^{-1} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{cm}^3$.

* : mesures effectuées sur la substance pure (sans solvant).

Conclusion

L'huile essentielle de menthe spearmint contient de la (R) – (–) – carvone.

L'huile essentielle de semence de carvi contient de la (S) – (+) – carvone.

2.5. Extraction de l'huile essentielle de semence de carvi

La semence de carvi est commercialisée dans les épiceries (DUCROS).

On réalise un entraînement à la vapeur direct avec 30 g de semence de carvi et 100 ml d'eau dans le ballon (en faisant l'appoint au fur et à mesure de l'entraînement).

On recueille environ 75 ml de distillat que l'on extrait à l'éthoxy-éthane. La phase organique est séchée sur du sulfate de sodium anhydre.

Après avoir chassé l'éthoxyéthane, on obtient une centaine de mg d'huile essentielle dont l'analyse par chromatographie en phase gazeuse confirme la présence d'éthoxy-éthane, de limonène et de carvone.

2.6. Recherche de la présence de carvone dans la CHARTREUSE JAUNE

Bien que la recette de préparation de la Chartreuse Jaune soit gardée secrète, un article - paru dans la presse locale (Le Républicain Lorrain) - indiquant une recette de préparation d'une imitation de la Chartreuse Jaune nous a amenés à nous intéresser à cette liqueur. La semence de carvi fait partie des ingrédients utilisés.

La chartreuse jaune ne peut pas être injectée directement dans le chromatographe à cause du sucre qu'elle contient.

Nous avons utilisé la méthode suivante :

- extraction des substances organiques contenues dans 20 ml de chartreuse avec 2 fois 20 ml d'éthoxyéthane,
- lavage de la phase étherée à l'eau (20 ml),
- séchage de la phase étherée (sulfate de sodium anhydre),
- élimination de l'éthoxyéthane par distillation (bain marie).

Le mélange obtenu a été étudié par chromatographie en phase gazeuse.

Les conditions opératoires des expériences décrites dans ce paragraphe sont résumées dans le tableau suivant :

Colonne inox.	
Support	: CHROMOSORB W AW 80/100
Phase stationnaire	: CARBOWAX 20M 10%
Longueur	: 2.5 m
Diamètre ext.	: 1/8 pouce = 3.2 mm
Débit du Gaz vecteur : 26 ml/min	
Détecteur : Ionisation de flamme	
Température du four	: 200 °C
Température du détecteur	: 240 °C
Température de l'injecteur	: 240 °C
Quantité injectée : 1 µl	
Electromètre.	
Sensibilité	: 0,1
Atténuation	:
Sortie enregistreur <input type="checkbox"/> intégrateur <input checked="" type="checkbox"/>	
Enregistreur :	
Sensibilité	: 0,02 v / Cm
Vitesse de défilement du papier	: 25 mm/min

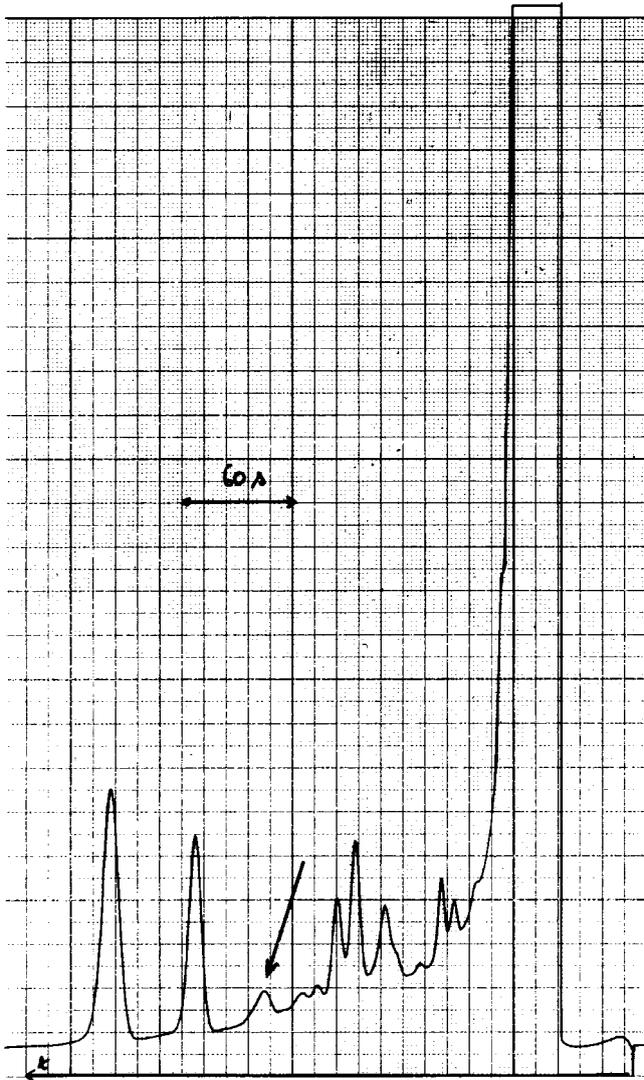


Figure 6 : Chromatogramme de l'extrait de Chartreuse Jaune. Le pic présumé de la carvone est indiqué par une flèche.

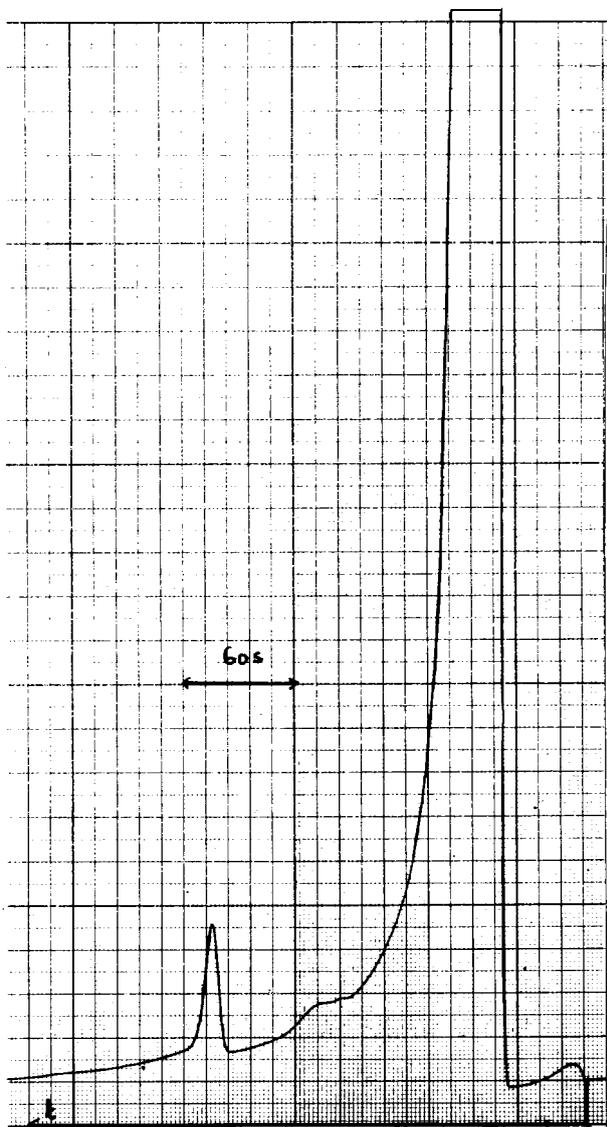


Figure 7 : Chromatogramme d'une solution de carvone dans l'éthanol.

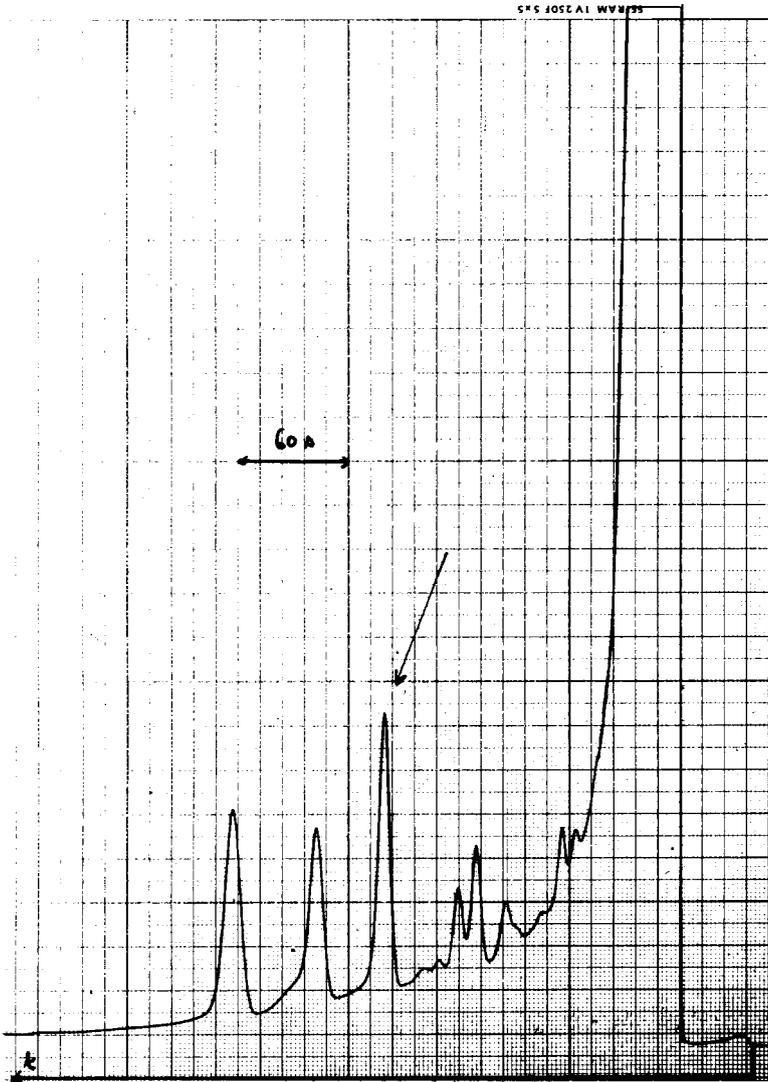


Figure 8 : Chromatogramme de l'extrait de Chartreuse auquel on a ajouté un peu de charvone.

Conclusion

La Chartreuse jaune semble contenir de la charvone.

2.7. Expériences complémentaire (mêmes conditions qu'au § 2.6.)

La vodka SMIRNOFF utilisée lors des séances d'analyse sensorielle a été analysée par chromatographie en phase gazeuse.

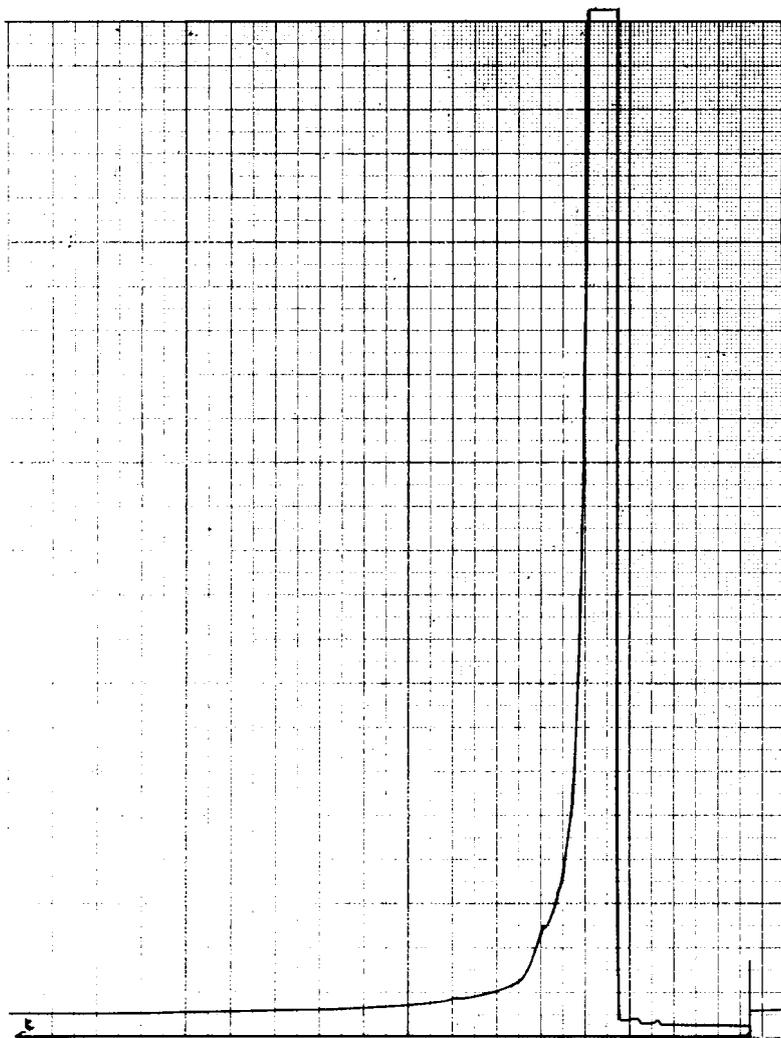


Figure 9 : Chromatogramme de la vodka SMIRNOFF.

Ce chromatogramme fait apparaître que cet «alcool» est constitué essentiellement d'éthanol et d'eau. L'eau n'est pas détectée.

A titre de comparaison une eau de vie (marc - production locale)
fait apparaître une composition beaucoup plus complexe :



Figure 10 : Chromatogramme d'eau de vie (marc).

CONCLUSION

Outre les deux volets principaux que nous venons de décrire, d'autres travaux ont été conduits dans différentes classes : structure de quelques molécules aromatiques de la vie quotidienne [8], aspect physiologique de la gustation et de l'olfaction, recherche sur l'alimentation de 1900 à 2000, législation concernant les arômes alimentaires...

Ces différents travaux ont fait l'objet de dossiers ou de panneaux d'exposition. Une exposition, assortie de démonstrations d'expériences, de dégustation et d'une conférence sur l'analyse sensorielle sera d'ailleurs l'aboutissement de ce P.A.E.

Nous tenons à remercier :

M. et Mme CHASTRETTE de l'Université C. Bernard à Lyon qui nous ont envoyé de nombreux TP de chimie sur les produits naturels,

M. et Mme MOLL, société CERVAC-EST et Université de Nancy 1,

La section romande de la Commission Suisse de Chimie qui nous a accueillis au cours d'un stage sur les Arômes et Parfums organisé par la société Firmenich (Genève). Nous y avons trouvé une mine de documents, d'idées et de pistes de travail.

La société GAZAN qui nous a fourni des échantillons de substances variées.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Le goût du vin, La Recherche, n° 193, novembre 1987.
- [2] L'amer et le sucré, Pour la Science, n° 150, avril 1990.
- [3] Le goût sucré, un sens énigmatique, La Recherche, n° 200, juin 1988.
- [4] La mémoire des odeurs, La Recherche n° 207, février 1989.
- [5] F. SAUVAGEOT, L'évaluation sensorielle des données alimentaires, Tec. et Doc., Paris 1982.
- [6] Analytica IV, European Brewery Convention - Brauerei Rundschau, Zurich, Suisse 1987.
- [7] Contrôle de la qualité des produits alimentaires : analyse sensorielle - AFNOR.
- [8] P. ATKINS, Molécules au quotidien, Interédition, 1989.

- [9] ROBERTS-GILBERT-RODEWALD-WINGROVE : Modern Experimental Organic Chemistry.
- [10] PAVIA-LAMPMAN-KRIZ : Organic Laboratory Techniques.

RENSEIGNEMENTS PRATIQUES

Les huiles essentielles sont vendues par les établissements ADRIAN - 15, rue de Cassis - 13008 Marseille.

Les produits chimiques (carvone, limonène) sont disponibles chez ALDRICH - 27, Fossé des Treize - 67000 Strasbourg.