

Caractérisation de la fraction volatile du lait de jument

Par :

- S. Pochet, INRA, UR 342 Technologie et Analyses Laitières BP20089, F-39801, Poligny
- J.C. Salmon, INRA, UR 342 Technologie et Analyses Laitières BP20089, F-39801, Poligny
- S. Buchin, INRA, UR 342 Technologie et Analyses Laitières BP20089, F-39801, Poligny

Résumé

La fraction volatile du lait de jument a été caractérisée pour identifier des molécules candidates pour expliquer le goût « herbe » caractéristique de ces laits qui peut dans certaines circonstances s'accroître et devenir un défaut pouvant en limiter la consommation. Neuf laits de jument Comtoise provenant de 3 élevages et 2 laits de vache de grand mélange ont été analysés par *purge and trap* / chromatographie en phase gazeuse / spectrométrie de masse. 233 composés volatils ont été identifiés dans les laits de jument : 32 cétones, 31 alcènes, 28 alcools, 26 aldéhydes, 26 alcanes, 25 esters, 19 composés benzéniques, 17 terpènes, 12 furanes, 7 composés chlorés, 6 soufrés et 3 azotés et 1 éther. 85% sont systématiquement présents. L'essentiel de la variabilité entre juments est apporté par la majorité des terpènes, des dérivés soufrés et des esters, tandis que la plupart des composés azotés, des cétones et des alcanes sont peu variables et semblent constituer l'essentiel du profil de base caractéristique de l'espèce. 25 composés sont proposés comme candidats pour des études ultérieures sur l'origine de la saveur « herbe ». 15 de ces composés sont plus abondants ou spécifiques du lait de jument (vs lait de vache).

Mots clés : lait de jument, fraction volatile, saveur « herbe »

Summary

The volatile fraction of mare milk was characterized in order to find candidate molecules to explain the "green grassy" specific flavour of this milk which becomes a defect when too sharp and consequently could limit its consumption. Nine Comtoise mare milks from 3 farms and 2 different blends of cow milk were analysed by *purge and trap* / gas chromatography / mass spectrometry. 233 volatile compounds were identified in mare milks : 32 ketones, 31 alkenes, 28 alcohols, 26 aldehydes, 26 alkanes, 25 esters, 19 benzenic compounds, 17 terpenes, 12 furans, 7 chloride, 6 sulfur and 3 nitrogenous compounds and diethyl ether. 85% were systematically present in all milks. Main part of the variability between mares was due to most of the terpenes, sulphur compounds and esters, whereas the more stable compounds which constitute the characteristic of mare milk were most of the ketones, nitrogenous compounds and alkanes. 25 compounds were found as candidates for a future work to explain the "green grassy" flavour. 15 of these compounds were found more abundant in or specific of mare milks (vs cow milks).

Key-words : mare milk, volatile compounds, « grassy » flavour

Introduction

A notre connaissance, le profil des composés volatils du lait de jument n'a encore fait l'objet d'aucune publication détaillée. Ce profil peut expliquer certaines des caractéristiques olfacto-gustatives du lait de cette espèce, en particulier les notes « herbe » ou « verte » [1], qui peuvent, dans certaines circonstances, s'accroître et devenir un défaut pouvant limiter la consommation du lait et celle des produits qui en sont issus.

1. Matériels et méthodes

Neuf échantillons de lait de juments Comtoise (3 élevages x 3 juments), nourries à base d'herbe pâturée, de foin et de concentré ont été prélevés le même jour à l'automne, conservés 1 nuit à + 5°C et congelés à -40°C jusqu'à analyse. 10 mL de lait ont été extraits par *purge and trap* (Tekmar, purge 45 min à 45°C), séparés par chromatographie en phase gazeuse (HP6890, colonne Restek RTX5, 60m x32 mm x 1µm, 6 min à 40°C puis +3°C/min jusqu'à 230°C, He=83kPa cste) et détectés par spectrométrie de masse (HP5973, scan de 29 à 206 amu). Une semi-quantification a été faite sur la base de la surface des pics. Les résultats pour un composé ont été exprimés en pourcentage de la quantité maximum observée pour la série d'échantillons analysés consécutivement. Deux laits de vache (lait de grand mélange) obtenus dans des conditions assez différentes ont également été analysés.

2. Résultats

2.1. Nature des composés et variabilité

233 composés volatils ont été identifiés dans les laits de juments (cf. liste dans le poster) : 32 cétones, 31 alcènes, 28 alcools, 26 aldéhydes et 26 alcanes, 25 esters, 19 composés benzéniques et 17 terpènes, 12 furanes, 7 composés chlorés, 6 composés soufrés, 3 composés azotés, 1 éther. 85% des composés ont été détectés dans tous les laits, 11% dans plus de la moitié des laits et 4% dans moins de la moitié. Certaines molécules sont soit non détectées soit à la limite de détection (2.4 nonadiène, 2-nonanol, méthyl pentanoate, méthyl nonanoate, méthyl décanoate, méthyl 3-méthyl-butanoate, méthanthiol, 2-butène). Certaines molécules n'ont été détectées que dans un seul lait sur les 9 (2-undécanone, méthyl 3-méthyl-butanoate, éthyl octanoate, hexyl acétate).

Parmi les 70 molécules dont la concentration est la plus variable entre juments (c.v.>100%), on trouve la majorité des terpènes (76%), des dérivés soufrés (67%) et des esters (64%) et parmi les molécules les plus constantes (cv< 50%), qui constituent la caractéristique de l'espèce, on trouve la majorité des composés azotés (67%), des cétones (53%), des alcanes (50%), des dérivés chlorés, des furanes et des alcools (40%).

19 molécules permettent de tracer l'origine des élevages. Certaines peuvent n'exister que dans un élevage (isomère particulier d'octène et tricyclène) et d'autres sont présentes dans tous les élevages mais en proportion très différente : alcène RC11, alcène RC12 (les 2 isomères), un isomère d'octène, dodécane, 2-méthyl octane, 3,8-diméthyl décane, alcane RC11, 2-nonène, éthyl butanoate, éthyl hexanoate, 2-pentène, dichlorométhane, α-pinène, ocimène, α-terpinène, 1-pentène-3-one et 2,3 pentanedione. Il n'y a par contre pas d'effet élevage sur les alcools, les furanes, l'éther, les molécules benzéniques et les molécules soufrées.

2.2. Comparaison avec le lait de vache

Une centaine de composés sont apparus systématiquement différents en nature ou en concentration dans les 9 laits de juments par rapport aux 2 laits de vache. Les différences les plus importantes se situent au niveau des cétones, des dérivés benzéniques, des dérivés soufrés, des alcanes, des dérivés furaniques, des alcools et des esters. Sont en concentration supérieure dans les laits de jument : plus de la moitié des cétones, des dérivés benzéniques et des dérivés soufrés, entre 20 et 40% des alcanes, des dérivés furaniques, des alcènes et des alcools et seulement un aldéhyde, deux terpènes et deux esters.

Huit composés sont apparus systématiquement moins concentrés dans les laits de jument que dans les laits de vache. Aucune différence systématique n'a été observée pour les composés azotés ni l'éther.

Seize composés sont absents des laits de vache mais présents dans tous les laits de jument (1 aldéhyde, 5 alcools, 1 cétone, 3 esters, 3 alcanes, 2 alcènes, 1 furane et 1 terpène) ou 15 sont présents dans quelques laits seulement. 50% des esters présents dans le lait de jument sont absents des laits de vache.

Inversement, les laits de vache contiennent 18 composés non identifiés dans les laits de jument. Ces observations préliminaires doivent être confirmées par l'analyse quantitative d'une plus grande population d'échantillons dans les deux espèces.

2.3. Molécules candidates pour expliquer la flaveur « herbe »

Le lait de jument peut présenter une flaveur caractéristique d'«herbe» [2], qui peut exister aussi dans le lait de vache (associée au nonanal) [3]. D'après notre expérience, cette note est beaucoup plus marquée dans le lait de jument, allant parfois jusqu'au défaut pour certains laits, ce qui est susceptible d'en limiter la consommation ou celle de produits issus de ces laits. Les laits que nous avons analysés contiennent 25 molécules odorantes citées au moins une fois dans la littérature comme ayant parmi leurs descripteurs une note « herbe » [3-7] :

- 5 aldéhydes à 6, 7, 8, 9 carbones (hexanal, heptanal, nonanal, 2-octenal, 2-nonanal),
- 7 alcools à 6, 7, 8 carbones (1-hexanol, 1-heptanol, 1-octen-3-ol, 3-heptanol, 2-heptanol, 3-octanol, 2-octanol),
- 5 cétones à 8 et 9 carbones (2-heptanone, 3-octanone, 2-octanone, 2-nonanone, 6-méthyl-5-heptène-2-one), 1 ester (hexyl-acétate)
- 7 terpènes (camphène, phellandrène, α -terpinène, dl-limonène [1], ocimène, γ -terpinène [1], α -terpinolène).

Parmi les 25 composés « herbe », 3 sont absents des laits de vache (2-nonanal, ocimène, phellandrène) et 11 sont présents quasi-systématiquement et en concentration bien supérieures dans les laits de jument que dans les laits de vache (2-heptanone, 3-octanone, la 2-octanone, 3-heptanol, 2-heptanol, 3-octanol, 2-octanol, nonanal, 6-méthyl-5-heptène-2-one, γ -terpinène et le α -terpinolène).

Cinq composés (3-heptanol, 2-heptanone, 2-octanone, 3-octanone, 6-méthyl 5 heptène-2-one) sont présents dans tous les laits de jument en concentration peu variable (<50%) et supérieure à celle des laits de vache, ce qui laisse supposer qu'ils peuvent contribuer à une note « herbe » de base caractéristique de l'espèce. Pour deux de ces composés (3-heptanol et 3-octanone) le descripteur unique et confirmé dans 2 sources est *powerful herbal* (fortement herbe) et *fresh herbal* (herbe fraîche)[4, 5] qui correspondent parfaitement au descripteur « herbe fraîchement coupée » utilisée pour le lait.

Quatre composés, tous des terpènes (phellandrène, ocimène, γ -terpinène, α -terpinolène), sont à la fois présents dans tous les laits mais en concentration très variable (>100%) et supérieure aux laits de vache ce qui laisse supposer qu'ils peuvent expliquer une variation de la note « herbe » entre juments. Le γ -terpinène a été cité comme source possible du goût herbe dans le lait d'ânesse [1] et l' α -terpinolène comme premier descripteur *fresh herbal* [4].

Vingt-trois autres composés détectés dans les laits de jument sont par ailleurs décrits comme ayant une note «verte» susceptible de renforcer la perception globale «végétal» du lait : la quasi-totalité des aldéhydes restants (13), 5 alcools (1-octanol, 1-nonanol, 1-pentèn-3-ol, 2-pentanol, 2-nonanol), 2 cétones (3-heptanone, 2,3-octanedione) et 2 esters (méthyl-heptanoate, méthyl-octanoate) et le 2-pentyl-furane. Neuf de ces composés ont été trouvés dans les laits de jument mais pas de vache (2-pentenal, octanal, undécanal, 2,4 nonadienal, 2-pentanol, 2-nonanol, 3-heptanone, méthyl-heptanoate, méthyl-octanoate) ou sont en concentration supérieure dans le lait de jument (1-pentèn-3-ol).

Conclusion

Le profil des composés volatils du lait de jument peut-être très variable d'un animal à l'autre en particulier en ce qui concerne les terpènes probablement liés à la composition des fourrages et aux choix alimentaires particulier des animaux dans les herbages. Nous avons montré que la fraction volatile du lait de jument était véritablement spécifique par rapport à celle du lait de vache ce qui peut expliquer sa flaveur particulière. En particulier, le descripteur « herbe » fréquemment employé pour décrire la flaveur du lait de jument pourrait provenir d'une ou d'une combinaison de 25 molécules particulières identifiées dans les laits de juments, candidates en raison de leur caractère « herbe » décrit dans la littérature. Vingt-trois autres molécules connues pour leur note « verte » pourraient contribuer aussi à renforcer cette sensation. Ces hypothèses doivent toutefois être étudiées en vérifiant par *sniffing* en sortie de colonne chromatographique le caractère « herbe » des composés volatils candidats identifiés dans les laits et en mettant en relation la quantité de ces composés avec les résultats d'analyse sensorielle d'un grand nombre de laits à flaveur « herbe » plus ou moins prononcée. A terme, on peut imaginer pouvoir mettre en parallèle certaines pratiques d'élevage avec l'apparition d'un excès de goût « herbe ».

Références bibliographiques

1. Chiofalo, B., Polidori, M., Costa, R., and Salimei, E., 2005. Fresh forage in dairy ass's ration: effect on milk fatty acid composition and flavours. *Italian Journal of Animal Science* 4, 433-435.
2. D'Alessandro, A.G., De Petro, R., Claps, S., Pizzillo, M., and Martemucci, G., 2009. Yield and quality of milk and udder health in Martina Franca ass: effects of daily interval and time of machine milking. *Italian Journal of Animal Science* 8, 697-699.
3. Moio, L., Langlois, D., Etievant, P., and Addeo, F., 1993. Powerful Odorants in Bovine, Ovine, Caprine and Water-Buffalo Milk Determined by Means of Gas-Chromatography Olfactometry. *Journal of Dairy Research* 60, 215-222.
4. Anonyme, 2009. The Good Scent Company. <http://www.thegoodscentcompany.com>.
5. Sigma-Aldrich, 2009. Flavor and Fragrances. <http://www.sigmaaldrich.com>.
6. Acree, T. and Arn, H., 2004. Flavornet and human odor space. <http://www.flavornet.org/>.
7. Mallia, S., Escher, F., Dubois, S., Schieberle, P., and Schlichtherle-Cerny, H., 2009. Characterization and Quantification of Odor-Active Compounds in Unsaturated Fatty Acid/Conjugated Linoleic Acid (UFA/CLA)-Enriched Butter and in Conventional Butter during Storage and Induced Oxidation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 57, 7464-7472.