

## UN AROME A SUCCES



### "QUE TON ALIMENTATION SOIT TA PREMIERE MEDECINE" (Hippocrate)

Les additifs alimentaires sont une pratique très ancienne: sel, vinaigre, miel, safran, gélatine, présure... Or ces substances traditionnellement utilisées pour leurs fonctions technologiques ne sont pas classées parmi les additifs. Ainsi le sel, qui est à la fois un **conservateur** et un agent de sapidité (seul agent de conservation dès la haute antiquité et durant des milliers d'années) ou la gélatine (dont l'intérêt en cuisine ne relève que de ses propriétés technologiques) comme texturant, sont considérés comme des ingrédients habituels de l'alimentation. De ce fait, ils ne sont pas des additifs dans le sens réglementaire du terme.

D'autres produits; comme les **enzymes** telle que la présure ou chymosine (extrait d'estomac de veau) découverte par les Grecs pour cailler le lait ou telles que les **amylases** de blé pour dégrader l'amidon de la farine pour que les **ferments** du levain puissent s'en nourrir et faire monter la pâte, ne sont plus présents dans le produit fini. Ils sont considérés comme des auxiliaires technologiques.

Un additif alimentaire est une substance qui n'est pas consommée habituellement comme aliment ou ingrédient de l'alimentation. Utilisé pour son intérêt technologique, il possède ou non une valeur nutritive, peut être ajouté à n'importe quel stade de la préparation, et reste présent dans le produit fini.

Certains ingrédients peuvent être ajoutés dans un but purement nutritionnel, comme les **minéraux**, les **vitamines** ou les **fibres**. Ils ne modifient ni l'aspect, ni la conservation et n'interviennent pas dans la fabrication d'un produit: ce ne sont pas des additifs aux yeux de la réglementation, mais des **ingrédients** nutritionnels (généralement désignés par "**fonctionnels**").

En fait parmi les ingrédients ou additifs qui améliorent l'aspect, la texture, ou la saveur des aliments, citons les **texturants**, les **colorants**, les **acidifiants**, les **stabilisants**, les **exhausteurs de goût** & les **arômes**. L'usage de ces produits ne doit en aucun cas masquer des défauts, mais uniquement contribuer à mettre en valeur les qualités réelles d'un produit consommable compte tenu des procédés de fabrication modernes.

## L'AMOUR DE LA BONNE CUISINE

Il y va de la cuisine comme de l'amour: le premier plaisir, qui annonce tous les autres, est celui des yeux. La couleur d'un aliment met en appétit, elle devance le goût, elle stimule les sens.

L'utilisation d'ingrédients qui rehaussent **la couleur** d'une recette est très ancienne (l'emploi d'**épices** tel que le safran par exemple pas seulement utilisé pour la saveur). Certains végétaux, comme les épinards. Selon une recette de Paul Bocuse, on en extrait le jus dont on sépare ensuite la partie solide à l'étamine. Elle sera utilisée pour apporter une touche verte dans diverses recettes: ce n'est en fait que de la chlorophylle !

Et parmi les grands classiques, fort prisé par Carême, l'un des pères fondateurs de la cuisine française, le **caramel** colore les desserts.

Par contre, parmi les critères déterminant la qualité d'une crème glacée, **le goût** est le premier par ordre d'importance: car une glace peut être très belle d'aspect, de texture et de corps parfaits, si elle a un goût manquant de finesse, de fraîcheur, de parfum ou trop parfumé, à la limite elle ne sera pas agréable à consommer.

Dans une crème glacée à la vanille, le goût caractéristique de bons produits laitiers ne devra pas être masqué par l'arôme. Mais un excès d'arôme vanille nuirait autant que s'il était trop faible, d'où l'expertise des aromaticiens et la variété du choix des arômes vanille proposé.

## LES AROMES SONT-ILS DES ADDITIFS ALIMENTAIRES ?

Si les exhausteurs de goût sont des additifs alimentaires, **les arômes n'en sont pas** du point de vue de la réglementation.

Cela ne signifie pas que tous les ingrédients peuvent être utilisés librement par les industriels ou les artisans: auxiliaires technologiques, **arômes** et ingrédients fonctionnels sont encadrés par des réglementations spécifiques, même si certains sont utilisés depuis des temps anciens.

La réglementation des arômes a été élaborée de manière à garantir les conditions d'échanges commerciaux loyaux. La Directive "Arômes" (Directive 88/388/CEE) est un texte cadre visant:

- à réserver certains termes: sont ainsi définis le terme "arômes" et les six catégories d'agents d'aromatisation
- à sauvegarder la loyauté des échanges en établissant des règles d'étiquetage des arômes (d'où la Directive 91/71/CEE)
- à garantir la sécurité du consommateur en établissant des règles de sécurité pour l'emploi des arômes.

La réglementation des arômes s'inscrit dans le cadre général du droit alimentaire et de nombreux textes non spécifiques aux arômes ont des conséquences directes ou indirectes pour la fabrication ou la commercialisation des arômes alimentaires.

Ainsi le Règlement CE n° 178/2002 englobe les arômes dans le concept de "denrées alimentaires", si bien que les obligations générales fixées par ce texte sont applicables notamment en ce qui concerne la **traçabilité** des produits

L'emploi des "additifs" dans les arômes alimentaires est depuis peu harmonisé au niveau communautaire avec l'entrée en vigueur de la 5<sup>ème</sup> modification de la Directive 95/2/CE "Additifs divers".

Car il est loisible au fabricant d'arômes d'ajouter à l'arôme diverses denrées alimentaires, notamment sapides (sel, sucre, ..), ou des ingrédients "pondéreux" servant de support solide (lactose, maltodextrine, amidon, ..).

D'autre part, l'emploi de divers additifs est rendu nécessaire dans les arômes par les contraintes technologiques spécifiques, au niveau de la fabrication, du conditionnement, de la conservation et de la dispersion. Dans la Directive 2003/114/CE modifiant pour la 5<sup>ème</sup> fois la Directive 95/2/CE "Additifs divers" figure une liste européenne d'additifs (dont des solvants – supports) autorisés à ce jour dans les arômes.

## HISTOIRE DE LA VANILLE FRUIT DE L'ORCHIDEE

Au début du 16<sup>ème</sup> siècle, à l'époque des grandes découvertes, les galions espagnols sillonnent le monde à la recherche d'épices et d'arômes.

La légende raconte que Fernand Cortes, le conquérant du Mexique, goûte pour la première fois une boisson au cacao parfumée à la vanille offerte par l'Empereur Moctezuma servie dans des gobelets d'or. Car déjà depuis longtemps les Aztèques se servaient de cette plante sous le nom de "**Tilxochilt**" (**gousse noire**).

Séduit, le Conquistador découvre alors 3 bonnes pour piller le pays: **le cacao, la vanille** mais surtout l'or et l'argent: il ramène un plan de vanillier et ces gousses noires en Espagne vers 1510 et bien que très rare en Europe, le principe du parfum de ce breuvage de cacao gagne la France où il deviendra très consommé en 1604.

La première indication relative à la vanille se trouverait dans un ouvrage publié en 1570 par Bernardino de Sahagun, religieux franciscain, arrivé à Mexico en 1529, qui en indique l'emploi en mélange avec le cacao. C'est au célèbre botaniste français Charles de l'Ecluse (1526-1609) plus connu sous le nom de 'Clusius' qu'on doit les premières notes d'intérêt botanique se rapportant au vanillier.

En 1658, sous la plume de Piso on trouve pour la première fois le terme de **vaynilla** ou **petite gousse**, terme employé par les espagnols et c'est en 1703 que le père Plumier utilisa le nom de **vanilla**.

En 1762, un médecin allemand, B. Zimmermann, la déclare aphrodisiaque lui assurant dès lors une renommée certaine.

La plante fut introduite définitivement en Europe par le jardinier nommé Philippe Millier. Les premières boutures arrivèrent à Paris en 1812 via La Guyane, se développèrent mais ne donnèrent aucun fruit. En 1836, le botaniste belge Morren s'inspirant des travaux sur la fructification des orchidées réussit à obtenir la pollinisation du vanillier dans les serres du jardin botanique de Liège.

Il faudra attendre que la précieuse orchidacée soit essaimée vers des contrées au climat plus favorable, Ile Bourbon, l'actuelle Réunion, pour sa culture. En effet, le vanillier présent dans l'île de la Réunion dès juin 1819 n'est pas exploité, la fécondation naturelle de sa fleur étant rendue difficile à cause de sa morphologie naturelle. Les organes sexuels de la plante sont séparés l'un de l'autre par une large membrane qui s'oppose à leur rapprochement.

En Amérique du Sud, au Mexique, on a noté des abeilles qui jouent le rôle de médiation, mais cette abeille appelée Mélipone, qui butine les fleurs, n'existe nulle part ailleurs.

Un jeune esclave noir de la Réunion, Edmond Albius, qui travaillait comme jardinier dans une plantation où il aurait appris de son maître Bellier la fécondation artificielle des citrouilles (Joffiat), eut l'idée en 1841 de féconder la fleur hermaphrodite du vanillier en mettant en rapport les organes mâle et femelle de la plante. Il venait d'enrichir, sans jamais être récompensé, une partie des colons de la Réunion et par la suite, les colons créoles de Madagascar et des Comores.

Ce sont en effet les îles de l'Océan Indien et surtout Madagascar, qui de nos jours assurent encore près de ¾ de la production mondiale de vanille.

Toutefois, le vanillier (*vanilla plantifolia* A) est cultivé aussi au Mexique (qualité la plus fine et la plus parfaite), à Tahiti (plus ordinaire) ainsi qu'en Indonésie.

Des 110 espèces de vanille, poussant principalement à l'état sauvage, seulement 3 sont cultivables ayant une valeur marchande:

⇒ *Vanilla Fragans* (autrefois appelée *Planifolia*)

Mexique (aussi à l'état sauvage), La Réunion (depuis 1819), Madagascar (depuis 1870), Les Comores (depuis 1873), Nossi-Bé (depuis 1873), Les Seychelles (depuis 1866), L'Ile Maurice, L'Uganda (depuis 1880), L'Indonésie (depuis 1919)

=> *Vanilla Pompona*

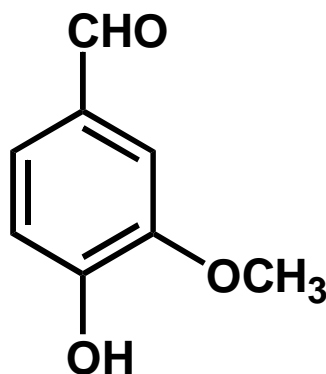
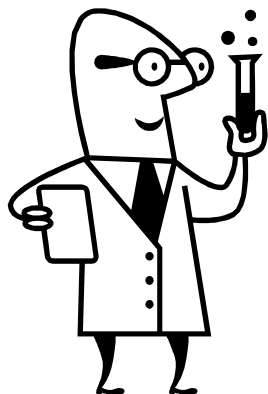
Martinique, Guadeloupe (depuis 1701)

⇒ *Vailla Tahitensis*

Tahiti, Mooréa (depuis 1848)

## DECOUVERTE DE LA MOLECULE DE VANILLINE DE LA GOUSSE DE VANILLE

Où qu'il passe, l'arôme de vanille charme le goût: les hommes de science chercheront très vite à en découvrir la composition alors même que la culture du vanillier n'en était qu'à ses débuts (en 1857 les exportations de vanille de la Réunion atteindront une tonne, puis 30 tonnes en 1884).



Dès 1816, mention est faite par Bucholtz des cristaux qui se forment sur la gousse comme sièges des principes aromatiques. Quelques années plus tard, Bley analyse ces cristaux et les dénomme: camphre de vanille.

Mais c'est en 1872, après Gobley en 1858, que Carles précise la composition exacte de ces **cristaux de vanille**: C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub> et en détermine le point de fusion: 81°C.

En 1874, les chimistes allemands Tiemann & Harrmann découvrent la structure chimique du principe aromatique appelé **vanilline** et précisent sa formule chimique: 3-methoxy-4-hydroxy-benzaldéhyde, ou aldéhyde paraméthoxybenzoïque.

Deux ans plus tard, Reimer réalise la première synthèse à partir de la coniférine, glucoside naturel de la sève de pin.

Depuis, nous savons que la vanille ne renferme pas d'essence: son parfum est dû à une substance solide cristalline, la vanilline, produit naturel présent dans les gousses sous forme de glucoside (glucovanilline) à une concentration voisine de 1,5 à 2%.

Si jusqu'à 250 substances balsamiques et résineuses ont été identifiées dans la vanille naturelle, en fait, seulement 26 sont présentes à des concentrations supérieures à 30 ppm pour être rapportées à la finesse de la vanille !

C'est dire qu'il est difficile d'expliquer comment l'équilibre entre ces différents composants détermine la délicate saveur des gousses de vanille propre à chaque origine géographique (voir ci-dessus).

La vanilline n'apparaît dans la vanille que lors de la "préparation" du fruit.

D'après Lecomte, il se produirait une fermentation spéciale complexe, un ferment hydratant transformant l'amidon en glucose qui donnerait un glucoside, la coniférine, qui hydrolysée donnerait de l'alcool coniférylique qui, par action oxydasique, formerait la vanilline.

## LA SYNTHÈSE CHIMIQUE DE LA VANILLINE

**Depuis 1876** et jusqu'à nos jours, des dizaines de procédés ont été testés à partir de diverses matières premières naturelles ou de molécules chimiques simples pour produire de la vanilline.

Dès 1894, des chercheurs du groupe actuel Rhodia mettent au point un procédé original à partir de l'eugénol d'essence de girofle.

Ensuite bon nombre de procédés verront le jour ici et là dont un procédé à partir d'ortho nitro-chloro benzène (ONCB) issu du benzène et utilisant le benzène comme solvant d'extraction à diverses étapes.

Actuellement, la vanilline la plus pure est synthétisée à partir du gaïacol ou de liqueurs bisulfiteuses, co-produits de l'industrie papetière.

Mais quelque soit le procédé chimique mis en œuvre (filière bois ou filière phénol) la molécule de vanilline est strictement identique à la vanilline naturelle, la pureté en plus.

La **voie ex-lignine** était exploitée dès les années 1970 au Canada, aux USA et en Norvège.

Fin 1986 Rhône-Poulenc avait racheté à Monsanto l'unité de fabrication de vanilline ex-lignine basée à Seattle aux États-Unis. Mais, tout comme les autres fabricants (Ontario Canada, ITT USA), Rhodia Inc, USA a dû arrêter l'usine de Seattle au début des années 1990 par suite du changement de technologie de l'industrie papetière du continent américain conservant les liqueurs résiduelles dans la fabrication de la pâte à papier pour améliorer la qualité de leurs produits.

Le procédé consistait en effet à traiter des liqueurs bisulfiteuses, 'co-produits' de la fabrication de la pâte à papier à partir du bois pour en extraire les quelques 2% de vanilline qu'elles contenaient.

Par contre aucun changement n'est survenu en Norvège où subsiste la seule usine de **vanilline ex-lignine**.

L'obtention de cette qualité de vanilline par synthèse est décrite dans un nombre important de brevets expliquant les différents procédés chimiques d'extraction ainsi que les étapes de purification.

Bien que décrite parfois à tort comme étant issue d'une matière première d'origine naturelle (filière bois), cette vanilline est bien **de synthèse chimique**.

La **voie ex-gaïacol** domine car, hormis la niche de marché basée sur la valorisation de la lignine, tous les procédés actuels de synthèse de la vanilline sont issus du gaïacol.

Cependant, le profil analytique du gaïacol employé varie significativement suivant le procédé d'obtention qui peut être **soit ex-catéchol** (issu du phénol) **soit ex-ortho nitro chloro benzène (ONCB)**.

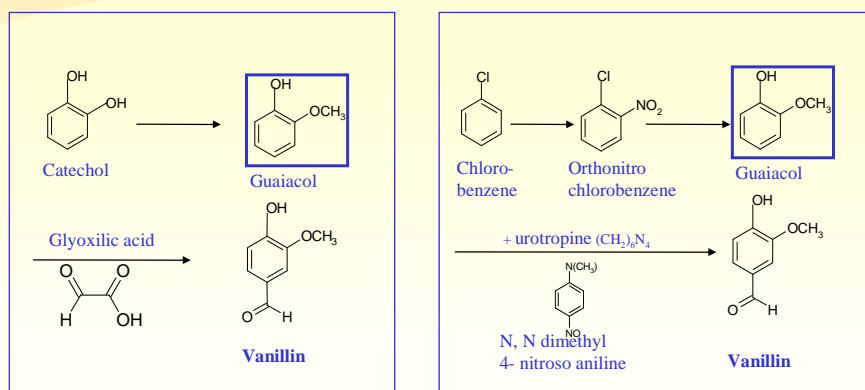
Rhodia met en œuvre depuis 1978 à Saint-Fons près de Lyon en France la **voie de synthèse "royale" ex-gaïacol ex-catéchol** lui permettant d'obtenir la qualité de gaïacol nécessaire à la synthèse d'une vanilline extra pure appelée **Rhovanil®**.

La synthèse de la vanilline se fait ensuite par condensation de l'acide glyoxylique sur le gaïacol suivi d'une oxydation. Rhodia est intégré sur la chaîne **catéchol – gaïacol – vanilline** sur deux sites de fabrication (dès 1978 à Saint-Fons en France et depuis 1992 à Bâton Rouge en Louisiane aux États-Unis) pour une production en continu de **vanilline cristallisée ex-gaïacol ex-catéchol**.

Un **procédé alternatif**, pour produire le gaïacol commence par l'ortho nitro chloro benzène (ONCB). La condensation du **gaïacol ex-ONCB** par l'urotropine en présence de N,N-diméthyl-4-nitroso aniline suivi d'une hydrolyse permet alors de synthétiser en batch la **vanilline cristallisée ex-ONCB**.

## RHOVANIL® Extra Pure : Purity and safety of use

### Comparison of different Vanillin processes



#### Synthesis ex-catechol

Rhovani®



D. Giannotta / G. Dupuis

#### Synthesis ex-ONCB

Vanillin



Ce procédé ex-ONCB est **un procédé des plus polluants** - comprenant une étape de diazotation et de nitrosation toutes deux très polluantes - que des Russes ont vendu à des Chinois dans les années 1985/1990 car confronté à de sévères difficultés:

- emploi de benzène comme solvant d'extraction à plusieurs stades du procédé
- nombreuses impuretés dans la vanilline dont certaines "douteuses" au niveau toxicologie
- contrainte croissante liée à l'environnement du fait d'importantes quantités de déchets gazeux ou solides (80 tonnes de PDMA pour 100 tonnes de vanilline produite).

C'est dire que la législation ne peut que durcir dans certains pays lorsqu'un fabricant a quelques milliers de tonnes de co-produits chimiques à "balancer" tous les ans dans la nature (carrières, décharges, lacs, ..).

Pour s'implanter en Chine, Rhodia a acquis en 2000 une société aux bords de la faillite exploitant une telle usine récente de faible capacité mais a su apporter aussitôt de nombreuses modifications c'est-à-dire suppression du benzène comme solvant d'extraction, fabrication du gäiacol en Chine à partir de catéchol importé de ses sites de France et des USA (pour éliminer l'emploi de gäiacol issu de l'ONCB), tout en devant maintenir évidemment l'étape de condensation du gäiacol ex-catéchol par la voie chinoise pour obtenir une **vanilline pure cristallisée ex-'green' gäiacol**.

De plus Rhodia a su investir rapidement dans une station d'épuration des eaux résiduaires et dans une unité de traitement des déchets solides par incinération pour faire cesser la pratique antérieure de dispersion de déchets dans la nature.

## LA BIOSYNTHESE DE LA VANILLINE AU XXI<sup>ème</sup> SIECLE

Une **voie biotechnologique** a été récemment développée permettant d'obtenir de la vanilline pouvant répondre à l'appellation "naturelle".

**Plusieurs procédés** ont été développés à ce jour dont quelques uns ne répondant pas à la définition de "naturel" car faisant appel à des procédés de chimie douce (par exemple l'oxydation de l'eugénol ou du curcumin) ou utilisant des matières premières obtenues par synthèse chimique et non naturellement (acide férulique synthétique, comme exemple).

Or les arômes naturels sont devenus le champ de bataille des groupes F&F internationaux dont certains pourraient avoir influencé la législation américaine en faisant reconnaître comme molécules naturelles celles obtenues certes par extraction - distillation ou par biotransformation de matières premières naturelles mais aussi par "**soft chemistry**".

Ce qui explique que des vanillines dites naturelles, produites aux USA ou en Chine, rencontrent un grand succès auprès de nombreux aromaticiens internationaux, qui se contentent de **certificats de qualité** du producteur attestant de la naturalité de la matière première pour utiliser le produit dans leurs compositions d'arômes **dits naturels**.

Bien entendu le niveau de prix proposé pour un tel produit avec appellation "naturel" est attractif mais impossible à challenger par voie biochimique.

Et de noter que 60% des produits alimentaires industriels américains porteraient sur leur étiquette le terme "natural flavor" contre 10 à 15% seulement en Europe, bien que la demande en arômes naturels progresse.

Comme **procédé vraiment naturel**, l'un deux consiste à mettre en présence des champignons filamenteux microscopiques avec des co-produits agricoles, comme de la pulpe de betterave.

Dans un premier temps, ils vont liquéfier la pulpe sur laquelle ils poussent pour la convertir en monomères, parmi lesquels l'acide férulique: sa bioconversion permet ensuite d'obtenir de la vanilline.

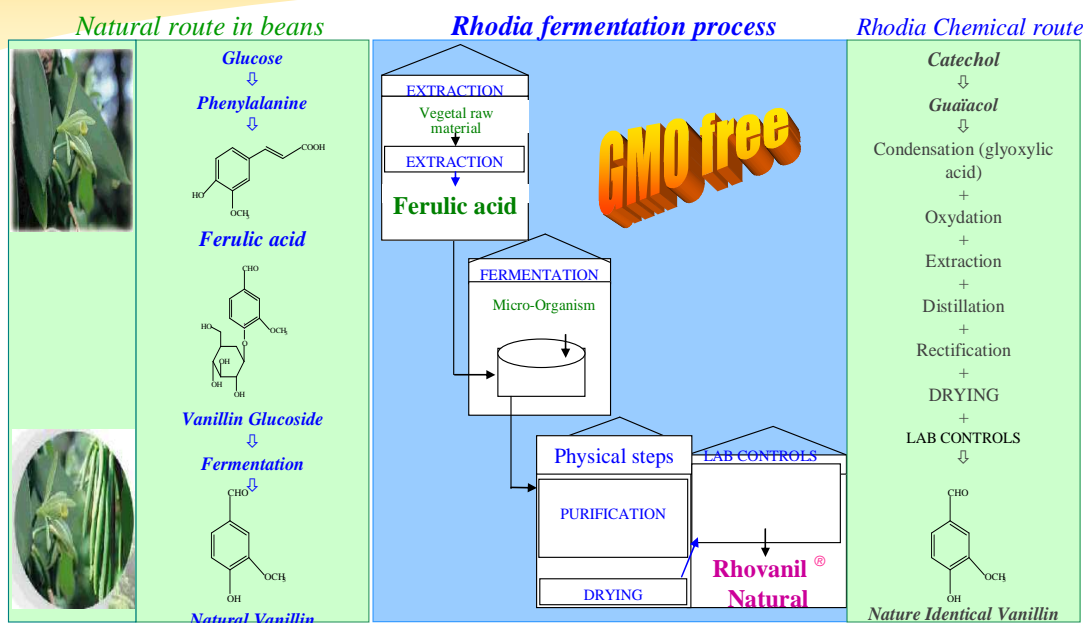
Des biochimistes européens, dont **Rhodia**, savent obtenir par voie enzymatique et par fermentation, puis par extraction physique, de la **vanilline naturelle** qui répond à l'**appellation "naturel"** telle que décrite par la législation européenne (Directive 88/388/EC) et par la FDA américaine.

Et, selon la législation européenne en vigueur, la vanilline obtenue par fermentation à partir d'une source naturelle (imitant le processus d'obtention de la vanilline dans la gousse du vanillier) selon un procédé naturel peut être étiqueté "**arôme naturel**" ou "**arôme vanille**" sans toutefois pouvoir étiqueter "arôme vanille naturel" réservé aux arômes extraits de la gousse de vanille.

A ce jour, **Rhodia** est le fabricant le plus actif dans ce domaine avec une expertise dans cette fermentation grâce à de puissants moyens en France et une collaboration avec des laboratoires réputés en analyses fines pour la détection des "contrefaçons".

Car des moyens analytiques existent pour prouver l'origine et le procédé de fabrication des différentes sources de vanilline.

## 2 Processes of fermentation and the major chemical route



D. Giannotta

Your Creativity and our Range : A composition of Talents

CHALLENGING BOUNDARIES

Confidential information given in good faith according to our best knowledge

### L'UNIVERS COMPLEXE DES AROMES VANILLE

La vanille a la particularité d'être universellement appréciée pour **la suavité de son arôme**. C'est l'arôme numéro un de l'industrie douce alimentaire et il est consommé des quantités prodigieuses d'arôme vanille chaque année.

En effet le parfum des arômes vanille se marie heureusement avec la plupart des aliments composés de nos industries (aux médicaments également comme aux liqueurs ou vermouths).

Plus que la fraise, le café, bien davantage que le chocolat, elle est le **parfum traditionnel de base**, dont on ne se lasse jamais et dont il serait difficile voire impossible de se priver désormais en industrie alimentaire.

La vanilline est le principe odorant de la gousse de vanille mais l'arôme vanille naturel doit la richesse et la finesse de son bouquet final à la présence de divers composés ou constituants.

Réputé chaotique et hautement spéculatif, le marché de la vanille et de ses arômes se distingue aussi par son opacité.

De nombreux produits seraient ainsi vendus comme extraits naturels de vanille alors qu'ils n'en sont pas. Cette pratique, fort rémunératrice, exaspère bon nombre d'aromaticiens qui se disent honnêtes. Lesquels demandent un contrôle des flux de matières premières (quantité de vanille entrante/quantité d'extrait naturel de vanille sortant) qu'ils jugent plus efficaces que les contrôles analytiques.

Il fut un temps où la réglementation française autorisait les arômes vanille renforcés avec au moins 60% de vanille issue d'extrait de la gousse de vanille, le reste étant de la vanilline synthétique. Comme la déviation isotopique de l'arôme ne devait pas être plus élevée que - 23,5 o/oo PDB, dans ce cas la vanilline ex-lignine avec un niveau isotopique de - 27 à - 27,5 o/oo PDB était utilisée de préférence à la vanilline ex-gaiacol.



Des industriels responsables comme Nestlé ont toujours surveillé alors de très près ces pratiques.

En fait, la tâche d'authentification est compliquée par la multiplicité des arômes existants. Pour exemple; un des grands aromaticiens aurait développé et commercialisé plus de 300 formules d'arômes naturels contenant de la vanilline naturelle.

**La législation joue un rôle prépondérant** dans l'avenir de ce produit.

C'est aux Etats-Unis que l'on trouve la législation la plus rigoureuse au niveau de l'étiquetage des produits alimentaires. La loi impose que sur l'étiquette soit mentionné si le produit contient de la vanille pure, de la vanille pure mélangée à d'autres produits naturels ou des mélanges vanille/vanilline.

La législation américaine serait donc favorable au marché de la vanille naturelle mais les Etats-Unis sont moins exigeants sur la qualité que les européens (voir précédemment).

La législation européenne peut paraître plus laxiste lorsqu'elle considère la vanilline comme un produit "identique au naturel", ce qui pour effet d'autoriser **le frelatage de vanille naturelle** avec de la vanilline de synthèse avec la mention "goût vanille" sur les étiquettes d'un produit, avec parfois la représentation de la gousse de vanille sur l'emballage. Souvent, vous n'avez en fait qu'**une orchidée suggérant la vanille...**

En ce qui concerne la législation relative à la production d'extraits, une fois de plus la législation américaine est plus laxiste que la réglementation européenne, car elle autorise l'utilisation de gousses de vanille à faible teneur en vanilline (de type vanille indonésienne) et à taux d'humidité faible de l'ordre de 25%.

Ce qui peut expliquer que les aromaticiens américains peuvent être de gros utilisateurs de **vanilline dite "naturelle"**, obtenue par "soft chemistry", par oxydation du **curcumin ou de l'eugénol** ou à partir de **gaïacol naturel** ou d'eugénol, mais par tout de même chimique en Chine (l'eugénol étant l'huile de clou de girofle disponible dans les provinces de Yunan et de Hainan), technologie copiée sur la première développée en France en 1894...

La législation européenne spécifie la teneur en vanilline naturelle de l'extrait qui tend à favoriser l'utilisation de gousses naturelles de qualité de type Bourbon et donc des pays de production de l'Océan Indien.

Bref, **beaucoup de complexité dans ce domaine des arômes vanille** avec quelques pratiques litigieuses chez l'aromaticien comme chez le fabricant de produit fini, quelque peu "complice".

Déjà complexe pour les professionnels, l'univers des arômes se révèle encore plus ardu pour les consommateurs.

Goût vanille, saveur vanille, arôme, arôme naturel, arôme naturel de vanille, vanilline, arôme artificiel, arôme naturel et autres arômes, etc.: la plupart des acheteurs ne perçoivent guère les différences entre ces appellations faisant confiance au producteur agroalimentaire ou à la distribution, avec ses propres marques.

Et certaines pratiques courantes des industriels ne font rien pour les y aider, comme l'ajout de gousses épuisées et broyées dans les glaces pour faire croire à une majorité de consommateurs que ces petits points noirs sont synonymes de vanille naturelle, ce qui est rarement le cas.

La poudre brun/noir des cosses du caroubier, riches en sucres et fibres, employée dans la pâtisserie au Portugal, pourrait être utilisée à moindre coût pour le même effet optique auprès du consommateur.

"Plus généralement, **les opérateurs semblent pour l'heure se contenter du statu quo et d'un certain flou.** Avec un risque: celui qu'un scandale n'éclabousse un jour l'usage de l'or noir de la vanille". (extrait d'un article de la revue Process)

## SENTEUR ET SANS REPROCHE: LA VANILLINE

Admis et apprécié sous toutes les latitudes, le parfum doux mais puissant de la vanilline se retrouve partout et s'associe à merveille avec de nombreux autres arômes.

La vanille est incontestablement **un des arômes les plus populaires** sur tous les continents. Et si son rôle nutritif est pratiquement nul, elle a des propriétés stimulantes, antiseptiques, anti-stress, voire aussi aphrodisiaques.

L'industrie des arômes alimentaires est très consommatrice de vanilline pour les compositions d'arômes vanille pour les produits lactés (crèmes glacées, desserts lactés réfrigérés ou surgelés, yaourts, la crème Chantilly, milk-shakes), les biscuits et pâtisseries, la confiserie (dragées, nougats et autres spécialités régionales), les chocolats, les pralinés, les compotes et confitures, les gels à l'eau, les boissons (whisky, vermouths, liqueurs, sangria, vins chauds, sirops, limonades, coca-cola, jus de fruits, thés) et on s'en sert également à des degrés moindres pour aromatiser les tabacs.

Mais l'arôme vanille se marie bien avec le safran, la cannelle et le gingembre. On emploie aussi la vanille pour les poissons (pour relever une soupe de poisson ou une sauce crémée avec un bar ou un filet de cabillaud ou une sauce vin blanc pour un colineau à l'infusion de vanille). En viande, je conseillerais son emploi dans une sauce crémée d'une cote de veau poêlée ou en tout cas d'une viande blanche.



D'autre part, la vanilline est appréciée aussi pour ses remarquables **effets d'appétence en alimentation animale** (laits pour veaux, "soupes" pour porcelets, nourriture pour lapins..).

Si la vanilline est présente presque dans tous les segments de l'industrie des sucrés, pour nous **nourrir**, elle est largement utilisée pour nous **parfumer** et pour nous **guérir**.

En quelques mots, l'arôme de vanille donne une note orientale poudrée aux compositions parfumées. Très prisée dans les lignes exotiques, cette note **domine dans les grands parfums** en vogue dans les années 1925 et connaît un regain de faveur depuis une bonne vingtaine d'années. Qui ne connaît pas les parfums vedettes des Guerlain, Chanel, Cartier, Cardin, Coty, Rocha, Yves Saint-Laurent, Dior...

La vanilline est aussi largement utilisée **dans la fabrication des cosmétiques**, savons, détergents, déodorants de toutes les grandes marques.

Le public connaît moins les applications de la vanilline **dans le domaine de la santé**.

Qui sait qu'elle est à la base des matières actives de très grands médicaments ? Les médicaments contenant ces matières actives figurent parmi les plus largement accessibles dans le monde: des anti-parkinsoniens, des hypotenseurs, des antibactériens, etc. !

Qui sait que dans les pays de production, elle est utilisée **pour la digestion**, les morsures, les règles, etc. ?

## DIFFERENTIATIONS ORGANOLEPTIQUES

De nombreuses études ont été réalisées afin de déterminer et de détecter une **différence de goût** entre la vanilline ex-lignine (représentant moins de 10% de l'offre mondiale de vanilline) et les vanillines ex-gaïacol.

Si les produits de ces 2 voies de synthèse sont censées avoir le même goût, en fait le goût testé à un dosage relativement élevé de 5 g par litre de lait pasteurisé avec 65 g de sucre ont permis d'observer une différence surprenante en test triangulaire: sur un panel de dégustation de 12 personnes, 7 ont détecté une différence, 5 préférant la vanilline ex-gaïacol extra pure de Rhodia jugée plus forte en arôme vanille.

Dans un test comparatif de 2 sources (dont la qualité ex-lignine), 9 contre 3 ont préféré la **vanilline ex-gaïacol**, jugée comme ayant un profil de saveur plus proche de celle de la vanille ("**more vanillalike**", with a better intensity of the vanilla flavour, a better vanilla character and a sweeter mouthfeel character).

Mais en pratique, aux dosages beaucoup moindres pour les produits industriels tels que les mixes cacao, le chocolat, les desserts, etc., il est difficilement possible de déceler un goût différent pour des vanillines d'origines variées à qualités comparables, même lorsqu'une différence olfactive peut être mise en évidence.

Nous avons relevé de nombreux modèles d'évaluation gustative de nos vanillines et éthylvanilline:

- L'ISIPCA considère que les arômes chauds (caramel, chocolat, vanille, café) doivent être testés dans une solution de lait sucré à 5%

- Pour des spécialistes, dans un litre de lait écrémé longue conservation on dissout 2,5 gr de sucre et on ajoute 1,5 ml de solution alcoolique à 10 % (10% vanilline solubilisée dans éthanol 96%), **soit un dosage en vanilline de 150 ppm**.

- Dans de l'eau de source sucrée à 3% (3 gr de sucre pour 100 ml d'eau) on ajoute 1 ml de solution alcoolique à 10 % (10% vanilline solubilisée dans éthanol 96%), **soit un dosage en vanilline de 100 ppm**.

- Dans du lait réfrigéré additionné de 12% de sucre, **des concentrations de 50 ppm de vanilline** seraient déjà alors suffisantes (p9 brochure Rhovanil®) pour apprécier l'arôme vanille. Un test identique est conseillé avec l'éthylvanilline, ou avec différents sucres vanillinés.

- chez un industriel, on prépare une solution en dissolvant 1 gr de vanilline dans 100 grammes de propylène glycol et 0,5 gr de cette solution est incorporé dans 100 ml de lait écrémé sucré à 10% (10 gr de sucre dans 90 gr de lait écrémé), **soit une concentration de 50 ppm, proche de dosages faibles pour des produits finis lactés**.

- par ailleurs, on dissout 0,02 gr de vanilline dans 100 ml d'une solution aqueuse sucrée 10 Brix (à 10% de sucre), **soit un dosage de 200 ppm pour le domaine de desserts instantanés ménagers**.

- un autres test consiste à préparer un mélange poudre avec 0,1 gr de vanilline et 8 gr de sucre dans un bécher sur lequel on verse de l'eau à température ambiante ou du lait entre 30 & 35°C pour obtenir une solution de 100 ml, **ce qui correspond à une concentration de 1000 ppm, dosage possible dans certaines applications de produits de cuisson des céréales**.

Par contre, une **différence d'odeur** peut assez facilement être détectée car l'arôme vanille est très sensible à la contamination de la vanilline par d'autres co-produits chimiques, parasitant l'odeur, présents dans la vanilline ex-lignine ou dans la vanilline chinoise ex-ONCB.

Ainsi, toute modification de l'arôme est perceptible dès l'ouverture d'un fût ou de tout conditionnement de vanilline.

Combien de fois des utilisateurs de **vanilline chinoise** se sont ils convaincus que cette qualité était plus puissante en odeur que la vanilline extra pure de Rhodia lors de l'ouverture des contenants car habitués à une olfaction nasale de descripteurs composés de notes de tête puissantes et piquantes telles que les notes de tête "acide acétique" et "eugéno" ou la note pénétrante "phénol".

De même l'odeur de la **vanilline ex-lignine** paraît plus forte mais est en fait parasitée ou "boostée" par la présence d'acétovanillone à diverses concentrations dans sa composition.

Dans la **vanilline ex-lignine**, la note de tête "eugéno" très présente ainsi que les notes olfactives "éthylmaltol" et "pyrazine" laissent imaginer alors une impression de puissance aromatique.

Mais il serait surprenant qu'un vendeur de vanilline ex-lignine propose de ce fait un produit dilué (avec maltodextrine ou dextrose) pour des dosages comparables dans les produits finis à ceux d'une vanilline 100% sous prétexte que la vanilline ex-lignine pure aurait un arôme plus puissant que celui de la qualité ex-gaïacol extra pure: car ce n'est pas justifiable.

Si tel était le cas, rappelons que nous avons vu précédemment que des dosages moyens de vanilline de qualités comparables entre 100 à 500 ppm ne permettaient de déceler aucune différenciation de saveur.

Ce n'est donc alors qu'un argument purement de marketing consistant à proposer un substitut de vanilline extra pure en "coupant" son produit avec un diluant, à moins que ce soit un moyen d'écouler des productions ou bien avec un titre inférieur aux spécifications habituelles ou bien une granulométrie particulière (les fines de tamisage).

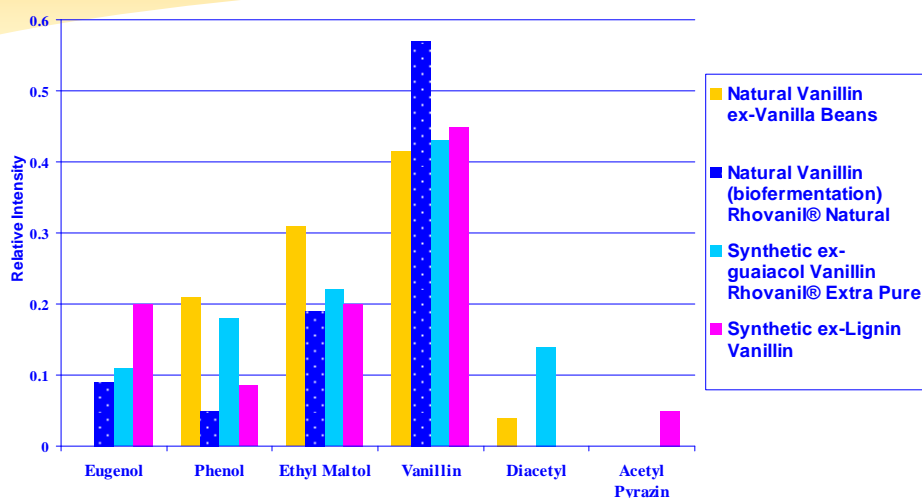
De même, bien que la vanilline soit le principe actif de la **gousse de vanille**, l'arôme puissant de la vanille n'est pas uniquement dû à la vanilline naturelle mais aussi à d'autres composés résineux qui contribuent beaucoup à la perception aromatique.

Il apparaît que l'odeur plus prononcée des extraits de la gousse de vanille provient des notes de tête "phénol" et olfactives "éthylmaltol", "pyrazine", très présentes, sans compter les odeurs pénétrantes des substances balsamiques et de notes "alcool cinnamique", "salicylate de méthyle", "acétate de vétiveryle", "alcool phényléthylique" méthylisobornéol", et dopés par d'autres composés aromatiques puissants tel que le baume du Pérou, le pipéronal, l'anis et autres aldéhydes.

On ne peut donc pas dire que les compositions d'arôme vanille soient toutes si "naturelles".

Quant à la **vanilline naturelle de biofermentation**, le profil de l'arôme de "Rhovani® Natural est très proche de celui de la vanille naturelle avec une note dominante et pure "vanilline" et des notes douces poudrées complétées par un léger goût caramel caractéristique de la note "éthylmaltol". Enfin la présence d'une note "diacétyle" en fait un composant de choix pour des arômes naturels pour crèmes glacées ou desserts lactés réfrigérés.

## Retronasal profiles



**Rhovanil Natural, a strong natural vanillin character, with a soft, sweet and powdery note, completed by a touch of caramel.**



D. Giannotta

Your Creativity and our Range : A composition of Talents

CHALLENGING BOUNDARIES



Confidential information given in good faith according to our best knowledge

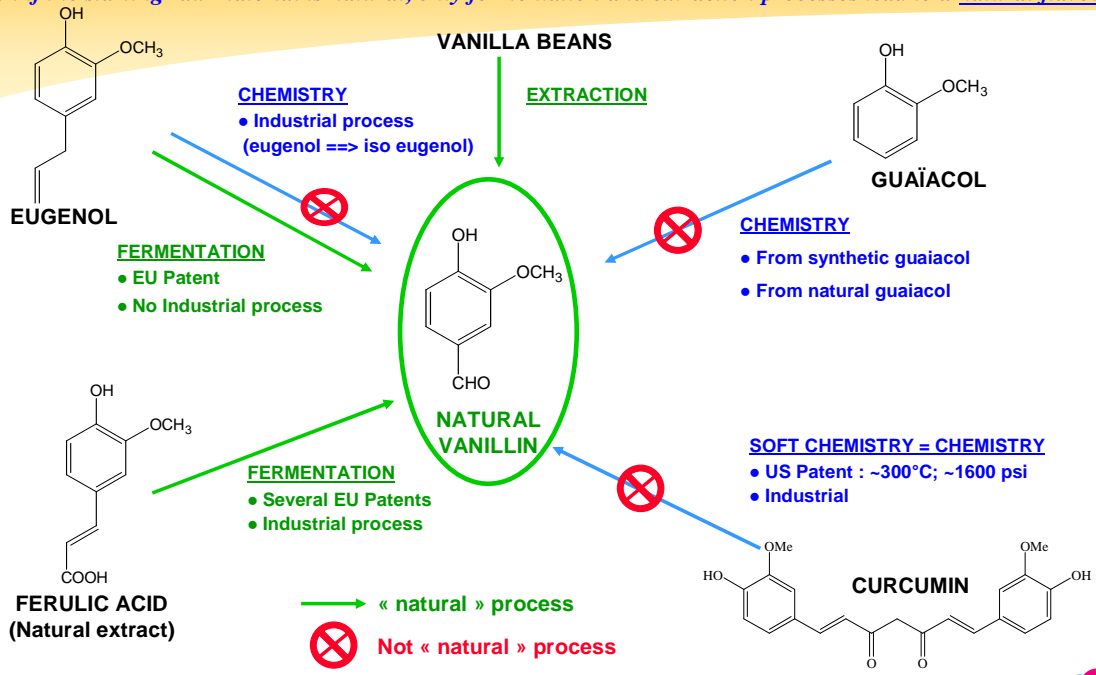
Comme expliqué précédemment, il existe d'autres **vanillines dites "naturelles"**, obtenue **ex-curcumin ou ex-eugénol** par voie tout de même chimique aux USA (soft chemistry: US Patent: ~ 300°C & ~ 1600 psi) et **ex-gaïacol naturel ou ex-eugénol** obtenue par voie tout de même chimique en Chine comme signalé par la FDA fin 2000 (l'eugénol étant l'huile de clou de girofle disponible dans les provinces de Yunan et de Hainan).

Bien entendu, les aromaticiens qui utilisent ces produits se montrent très discrets sur leur origine et les volumes achetés ainsi que sur la destination finale des compositions aromatiques dans lesquelles ces qualités de vanilline entreraient.

Nous ne pouvons pas décrire le profil aromatique de ces vanillines dites naturelles quoique Rhodia soit en mesure de "tracer" par des moyens analytiques fiables et reconnus des vanillines obtenues à partir **d'acide férulique synthétique**, par exemple.

## Several natural or so called natural vanillin

*Even if the starting raw material is natural, only fermentation and extraction processes lead to a natural flavour*



D. Giannotta

**Your Creativity and our Range : A composition of Talents**

CHALLENGING BOUNDARIES

Confidential information given in good faith according to our best knowledge

## LES DIFFERENTS USAGES DE LA VANILLINE EN ALIMENTATION

En conclusion sur le chapitre précédent, des extraits naturels aux compositions nature identique ou naturelles et diversement qualifiées, la vanille est un arôme universel adapté à des utilisations variées.



Des utilisations qui dépendent de l'application ou du pays de consommation: bref un arôme à l'allure de tour de Babel !

Un arôme synonyme à la fois d'exotisme et de douceur rappelant plus ou moins consciemment des moments de bonheur de l'enfance qui suscite l'adhésion des parents et des enfants.

Côté cuisine donc on utilise l'arome vanille de la vanilline depuis fort longtemps dans les crèmes et les glaces, les desserts, le chocolat, confiseries, les confitures, les biscuits et pâtisseries, les sirops et boissons, les alcools et cocktails.

Quand vous pensez **arome vanille** et à la **vanilline**, voici quelques **mots clés**: lait, sucre, farine, eau, alcool, cacao, matière grasse, fruits, et de là, quelques bases de réflexion:

- songez à sa solubilité dans le **lait** (l'arome vanille est "la base" pour tous les nombreux produits laitiers aromatisés ou desserts frais ou surgelés, boissons cacaotées, boissons énergétiques, etc.),
- pensez ensuite à sa dispersion dans le **sucre** (sucre "vanillé", préparations poudres pour flans ménagers, préparations poudres pour desserts, les caramels, les confiseries, le chocolat, le caramel, etc.): le sucre est le support essentiel de l'arome vanille
- imaginez son mélangeage aux **farines ou amidons** (pour la préparation des biscuits, des pâtisseries, de gâteaux, de produits de cuisson des céréales, farines infantiles, etc.),
- voyez sa solubilité à **l'eau** (pour les boissons light, les desserts gels à l'eau, les sirops telle la grenadine, les boissons instant), ou sa solubilité à **l'alcool** (dans les vermouths, liqueurs, whisky, vins chauds, sangria, etc.),
- soyez aussi certains de sa solubilité dans les **matières grasses** (beurre de cacao, beurre, crème, margarine, huiles végétales,) et de son usage depuis des siècles dans les produits dérivé du **cacao** (chocolats, pralinés, pâtes à tartiner),

- et enfin n'excluez pas son rôle d'exhausteur d'arôme dans les **préparations de fruits** (fruits sur sucre, confitures, compotes, coulis, desserts de fruits, conserves) et dans les jus de fruits et **soft drinks**.

Avant de décliner les technologies mises en œuvre pour l'emploi de la vanilline dans tous ces domaines, il me semble opportun de préciser les principaux ingrédients de chaque catégorie de produits finis, à savoir:

1/ le lait, le sucre, la matière grasse, les œufs, pour les produits laitiers dont principalement les crèmes glacées, les desserts lactés neutres ou fermentés.

2/ le sucre, l'amidon, la poudre de lait puis l'eau ou le lait pour les préparations pour desserts ménagers

3/ la farine, le sucre, l'eau ou le lait, la matière grasse, les œufs, pour les produits de cuisson des céréales

4/ l'eau, l'alcool, pour les boissons soft drinks ou alcoolisées et les infusions

5/ le sucre, la poudre de lait, le cacao et son beurre, la lécithine pour le chocolat, la même chose mais avec de la matière grasse végétale pour les pâtes à tartiner, les couvertures de chocolat, les pralinés, etc.

6/ le sucre, l'amidon, le blanc d'œuf, l'eau, l'huile végétale pour les confiseries de sucre, nougats, "turrons", loukoum, pâtes à mâcher ou "chewing gum", dragées,

6/ les fruits, l'eau pour les préparations de fruits, les coulis, les jus de fruits, les desserts fruités.

Voyons maintenant quelles sont les conditions d'emploi et de dosage des arômes vanille (principalement vanilline et éthylvanilline) dans ces applications alimentaires.

## **METHODES D'EMPLOI DES AROMES VANILLE DANS LES PROCEDES ALIMENTAIRES**