

Siège social

3600, boul Casavant Ouest
Saint-Hyacinthe, Qc, J2S 8E3
Tel : (450) 773-1105
Fax : (450) 773-8461

Bureau de Québec

1665, boul Hamel edifice 2
Local 1.06 Québec, Qc, G1N 3Y7
Tel : (418) 643-8903
Fax : (418) 643-8350

Projet de recherche : rapport final

Étude des facteurs les plus susceptibles de contrôler le développement de la qualité (saveur et couleur) du sirop d'érable

Entente auxiliaire Canada-Québec sur le développement agro-alimentaire.

Rapport final. Projet #IAI-21360090-121.

Par: Johanne Dumont, chimiste



Résumé

Ce projet visait l'approfondissement des connaissances des phénomènes physico-chimique s'opérant lors de l'ébullition de la sève d'érable et pouvant régir le développement de la couleur et la saveur du sirop d'érable. La sève d'érable provenant de deux années consécutives (1991 et 1992) a été analysée afin de pouvoir reconstituer une sève synthétique reproduisant les profils de pH et de coloration lors de la concentration. Les résultats finaux (sève synthétique) se rapprochent assez bien des résultats observés lors de l'ébullition de la sève naturelle. Cette solution synthétique est composée de saccharose, de sucres réducteurs, de minéraux, de protéines (d'origine enzymatique), d'acides organiques et de composés phénoliques. La différence appréciable entre les deux années de récolte est observée au niveau des sucres réducteurs. Une concentration plus forte en sucres réducteurs, induit un brunissement plus intense. À un pH de départ voisin, l'intensité de la coloration est proportionnelle au taux de sucres réducteurs.

Le brunissement est aussi fonction du pH du milieu lors de l'ébullition. Un milieu basique favorisera le brunissement. Une sève synthétique constituée d'eau, de saccharose, de sucres réducteurs, d'acides malique et succinique et de minéraux ne développe pas autant de coloration lors de l'évaporation qu'une sève naturelle de composition semblable, cette composition ne permettant pas de maintenir un pH alcalin au moment du développement de la couleur. D'autre part, l'ajout d'un composé phénolique augmente le développement de la couleur surtout à 460 et 560 nm, même si le développement de la couleur se produit en milieu acide. L'ajout d'une protéine à la sève synthétique permet de reproduire les effets de moussage et de floculation observés dans la sève naturelle et de moduler les variations de pH lors de l'évaporation.

En utilisant un banc d'essai permettant de contrôler le flux thermique au cours de l'évaporation, on constate que la température de la surface en contact avec la solution à évaporer influence le brunissement. Ainsi une température plus élevée favorisera une coloration finale moins intense alors que la vitesse d'évaporation n'a pas d'effet significatif sur le profil de pH lors du processus.



Table des matières

Description du programme.....	1
Liste des participants.....	1
Hypothèse.....	2
Buts et objectifs poursuivis.....	2
Protocole expérimentale.....	3
Travaux préliminaires (hiver 1990-91).....	3
Première année d'expérimentation (1991-92).....	3
Deuxième année d'expérimentation (1992-93).....	3
Méthodes.....	4
Récolte et analyses de la sève.....	4
Élaboration de la sève synthétique et essais d'évaporation en laboratoire.....	4
Conception, construction et opération du banc d'essai.....	5
Résultats obtenus et discussion.....	5
Analyses chimiques des échantillons de sève récoltée.....	5
Élaboration de la sève synthétique et essais d'évaporation en laboratoire.....	6
Essais d'évaporation réalisés à l'aide du banc d'essai.....	9
Conclusion.....	9
Bibliographie.....	10

Étude des facteurs les plus susceptibles de contrôler le développement de la qualité (saveur et couleur) du sirop d'érable



Description du programme

L'objectif du programme de recherche à contrat est de tirer meilleur profit du savoir des équipes de chercheurs œuvrant dans le secteur privé ou dans les maisons d'enseignement ainsi que des ressources matérielles dont elles disposent.

Pour ce faire, les gouvernements du Canada et du Québec accordent des contributions à des projets de recherche d'organismes qui disposent de ressources adéquates et suffisantes pour réaliser des travaux portant sur la conception ou la mise au point de produits, de techniques, de systèmes ou de connaissances pouvant servir les différents maillons de la chaîne agro-alimentaire.

Tout projet doit pouvoir être accepté avant le 31 mars 1991 et aucun paiement ne pourra être effectué après le 31 mars 1993. La durée d'un projet ne peut excéder trois ans.



Liste des participants

Requérant:

Luc Desbiens, Coopérative Les Producteurs de sucre d'érable du Québec.
2100, St-Laurent
C.P. 310 Plessisville
Québec. G6L 2Y8
Tél.: (819)362-3241

Agents de projet:

Lucie Roy, Agriculture Canada
Gare Maritime Champlain
901, rue cap-Diamant, pi& 350-4
Québec (Québec) G1K 4K1
Tel.: (418) 648-4775

Conseiller scientifique:

Michel Bilodeau, Laboratoire d'expertise alimentaire
Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec.
2700 Einstein
Sainte-Foy, G1V 3V9
Tel.: (418) 643-2561

Gaston Allard, Service des technologies alimentaires,
Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec
2700 rue Einstein
Sainte-Foy, G1V 3V9.
Tél.: (418) 643-8903

Johanne Dumont, Service des technologies alimentaires
Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec
3600 Casavant ouest,
St-Hyacinthe, J2S 8E3.
Tel.: (514) 773-1105

Louise Riendeau. Coopérative Les producteurs de sucre d'érable du Québec
3600 Casavant ouest,
St-Hyacinthe, J2S 8E3.
Tél.: (514) 773-1105.



Hypothèse

Des travaux de recherche antérieurs (Filipic et al. 1965 et 1969, Lento et al. 1960a et 1960b, Porter et al. 1952, Underwood 1961a, 1961b. 1964 et 1969, et Willits et al. 1952 et 1958) ont mis en évidence le rôle de certains facteurs physico-chimiques ainsi que du traitement thermique dans le développement et/ou l'altération de la saveur et de la couleur du sirop d'érable.

Une meilleure connaissance de ces facteurs, de leur importance relative ainsi que des conditions à maintenir lors du processus de fabrication devraient assurer une meilleure régie des équipements d'évaporation actuellement utilisés, une meilleure conception des nouveaux équipements et à terme, une amélioration de la qualité exprimée en terme de saveur et de couleur des sirops produits.



Buts et objectifs poursuivis.

Ce projet a pour objectifs principaux:

- Définir les facteurs physico-chimiques les plus susceptibles de contrôler le développement de la qualité (saveur et couleur) du sirop d'érable;
- Déterminer l'importance relative de ces facteurs lors d'essais contrôlés;
- Préciser l'effet du traitement thermique sur les réactions de caramélisation qui sont à l'origine, pour une bonne part, du développement des arômes et de la couleur du sirop d'érable;
- Suggérer des méthodes de régie des équipements actuels ou des modifications aux techniques actuellement utilisées de façon à assurer un meilleur contrôle de ces paramètres lors du processus de fabrication de sirop d'érable.



Protocole expérimental

Travaux préliminaires (hiver 1990-91)

- Conception d'un banc d'essai, système ouvert (avec introduction de nouvelle sève).
- Sélection de l'appareillage nécessaire à l'expérimentation en système fermé (sans introduction de nouvelle sève) à petite échelle.
- Récolte et congélation d'une sève composite de la saison 1991 à l'érablière expérimentale du Ministère de l'Agriculture et de l'Alimentation du Québec à St-Norbert.
- Recherche de littérature concernant la composition type de la sève d'érable (sucres, acides organiques, sels, composés dérivés de la lignine).
- Optimisation des méthodes d'analyses à l'aide de solutions-étalons.

Première année d'expérimentation (1991-92)

- Analyse de la sève d'érable composite selon les principales composantes relevées dans la littérature.
- Élaboration d'une formule de sève artificielle.
- Essais d'évaporation en système fermé à partir de sève naturelle et artificielle, à l'échelle du laboratoire.
- Comparaison des résultats obtenus pour les deux types de sève et correctifs à la formule de sève artificielle.
- Construction du banc d'essai et essais à la station de recherche de St-Norbert.

Deuxième année d'expérimentation (1992-93).

- Installation du banc d'essai à l'usine pilote du C.R.D.A. de St-Hyacinthe.
- Évaluation des paramètres internes au banc d'essai (débit d'huile température, pression, flux thermique).
- Modification du banc d'essai en fonction des résultats préliminaires.
- Récolte et congélation d'une sève d'érable provenant de trois journées au printemps 1992.¹
- Analyse de la sève d'érable récoltée au printemps 1992.
- Comparaison avec la sève composite récoltée en 1991.
- Amélioration de la formule de sève artificielle.
- Essais d'évaporation de la sève naturelle et artificielle en laboratoire.
- Comparaison des résultats obtenus pour les deux types de sève et correctifs.
- Essais d'évaporation de la sève d'érable naturelle et/ou artificielle & l'aide du banc d'essais.

1. Les trois récoltes prévues devaient représenter le début, le milieu et la fin de la saison. Les contraintes saisonnières ne nous ont permis de récolter que des sèves du "début" (30-03-92) et de la "mi-saison" (08-04-92).

Note: Le calendrier initial a dû être revu en fonction du retard dans la réalisation du banc d'essai d'évaporation suite à la faillite commerciale de l'entreprise qui avait initialement accepté les devis élaborés.



Récolte et analyses de la sève.

Au printemps 1991, à l'érablière expérimentale de St-Norbert, de la sève d'érable a été récoltée aseptiquement (Allard, G.B., communication personnelle), pendant toute la saison de coulée. Chaque récolte d'une journée a été conservée au congélateur à -20°C jusqu'à la fin de la saison puis décongelée et homogénéisée pour ne former qu'un lot de sève composite. Cette sève a été concentrée par osmose inversée jusqu'à 7-8 °Brix, et conservée dans des contenants de 20 litres de polymère de qualité alimentaire et placée à -20°C jusqu'aux essais et analyses.

Pour fin d'analyse et/ou d'essai d'évaporation, une procédure de décongélation limitant la détérioration microbienne de la sève a été suivie. Les contenants de 20 litres sont d'abord placés à 4°C jusqu'à ce que le bloc de glace se détache facilement des parois soit environ 16 heures. Le bloc de glace est ensuite transféré dans un réservoir à doubles parois et concassé à l'aide d'un pic à glace. De la vapeur est ensuite injectée dans la double paroi et la sève est agitée doucement pour éviter les points chauds. La sève ainsi refondue peut être gardée à 4°C durant un maximum de 24 heures.

Au printemps 1992, de la sève d'érable a été récoltée par tubulure selon la méthode usuelle (C.P.V.Q., 1984) pour deux journées de récolte correspondant au début et à la mi-saison. La sève a été concentrée par osmose inversée jusqu'à 7-8 °Brix et conservée comme décrit précédemment pour la récolte de 1991.

La composition des différents échantillons de sève récoltée a été déterminée par les méthodes d'analyse suivantes. Les glucides sont déterminés par HPLC, en utilisant une colonne Sugar-Pak (Water's) et un détecteur à indice de réfraction, selon la méthode décrite par Dumont et al. (1993). Les acides organiques sont aussi déterminés par HPLC, en utilisant la même préparation que pour les analyses de glucides, mais une colonne ORH-801 (Phenomenex), une phase mobile constituée d' H_2SO_4 0.01N à un débit de 0.8 ml/min et un détecteur UV à 210 nm. L'analyse des minéraux a été faite par absorption atomique, la teneur en protéines est donnée par Kjeldahl ou par une méthode colorimétrique (Pierce, BCA protein assay reagent) et les composés phénoliques par une méthode colorimétrique (Marigo, 1973).

Élaboration de la sève synthétique et essais d'évaporation en laboratoire.

Tel que précisé lors de la présentation de ce projet, nous avons choisi d'élaborer une sève synthétique simplifiée reproduisant le comportement de brunissement de la sève véritable lors de l'évaporation. Pour déterminer le choix des composés et leur teneur, nous avons d'abord procédé à l'analyse des principaux composés des sèves récoltées et procédé à des essais d'évaporation de ces échantillons de sève en laboratoire. La sève synthétique est ensuite élaborée par étapes en préparant des solutions de plus en plus complexes et en les évaporant en laboratoire.

Les essais d'évaporation en laboratoire des sèves synthétiques et des sèves récoltées ont été réalisés en évaporant 1 litre de sève placé dans un réacteur de Pyrex à fond sphérique baignant dans un bain d'huile thermostaté. Ce montage a été retenu pour sa bonne reproductibilité, les données de deux évaporations consécutives d'un même échantillon de sève ayant un écart relatif de moins de 5 % (résultats non-rapportés). Au cours de l'évaporation, les données recueillies sont le pH de la sève, le °Brix, et le % de transmission de lumière de la solution à 460, 560 et 660 nm. Le choix de ces trois longueurs d'onde permet de nuancer les résultats de développement de couleur sur tout le spectre visible. Les mesures de transmission de lumière sont faites sur des portions de sève refroidie à la température de la pièce, dans

une cellule optique à fenêtre parallèle de 10 mm de parcours optique en utilisant un spectrophotomètre calibré à 100% de transmission en utilisant comme référence du glycérol de pureté analytique (Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec, 1981). Ces données recueillies au cours de l'évaporation permettent de retenir les sèves synthétiques dont les profils d'évaporation se rapprochent davantage de ceux des sèves récoltées.

Conception, construction et opération du banc d'essai.

Le banc d'essai conçu dans le cadre de ce projet (schéma global, annexe 1) est constitué d'un évaporateur d'acier inoxydable, d'un système thermique et d'unité de contrôle et d'acquisition de données. La solution à évaporer est introduite dans la casserole de l'évaporateur et maintenu à un niveau constant par un système de flotte qui relie les réservoirs d'alimentation à l'évaporateur.

Le système thermique est constitué d'un réseau où circule un fluide caloporteur chauffé à l'aide d'une résistance électrique. Le transfert de chaleur entre ce fluide et la solution à évaporer est assuré par des tubes d'acier inoxydable placés au fond de la casserole, dans lesquels circule le fluide caloporteur. À une pression différentielle donnée de ce fluide, en variant la puissance, on peut varier l'intensité du traitement thermique.

Pour les essais d'évaporation à l'aide du banc d'essai, une sève synthétique de composition chimique connue a été utilisée (tableau 8). Les essais avec l'évaporateur ont été réalisés en triplicata. Les mesures de pH, et de température ont été enregistrées aux 5 minutes. Des mesures du % de transmission de lumière de la solution finale à 460, 560 et 660 nm ont aussi été notées.



Résultats obtenus et discussion

Analyses chimiques des échantillons de sève récoltée.

Nous savons d'après la littérature (Naghschi et Willits, 1957) que le principal solide constituant la sève est le saccharose. Porter et coll. (1954) rapporte la composition en sucres réducteurs du sirop d'érable soit: le glucose, le fructose, le galactose et un oligosaccharide inconnu.

Les principaux minéraux retrouvés dans le sirop sont le calcium, le potassium, le magnésium, le manganèse, le sodium, le cuivre, la silice et le fer (Kuentz, et coll. 1976). Les acides organiques identifiés par Mollica et Morselli (1984) sont les acides oxalique, succinique, fumarique, malique, tartrique, aconitique, citrique/shikimique.

Bois et Nadeau (1938) ont observé la présence d'amylase dans la sève d'érable. Plusieurs autres auteurs ont aussi rapporté la présence de composés azotés à des teneurs variables sans en préciser la nature. Enfin, des composés phénoliques ont aussi été détectés (Laing et coll. 1971).

Pour chacune de ces familles de composés, les échantillons de sève récoltés ont été analysés selon les méthodes mentionnées précédemment. Les résultats sont donnés au tableau 1. De plus, les échantillons ont aussi subi une analyse microbiologique sommaire.

Les différences majeures observées entre les trois sèves récoltées (Tableau 1) concernent le profil des glucides et les comptes totaux. La sève récoltée en 1991 ne présente aucun autre glucide que le saccharose et un sucre réducteur non-identifié. Ce sucre demeure non-identifié puisque, bien qu'il ait le même temps

de rétention que le sorbose par HPLC sur colonne Sugar-PAK, il ne correspond ni au sorbose ni au galactose sur une autre colonne (ORH-801) alors que William et coll. (1954) avait rapporté la trace de galactose dans la sève. Nous avons observé qu'il présente un caractère réducteur (méthode calorimétrique à l'acide picrique, R. Montambault, communication personnelle) et qu'il se comporte comme le sorbose en terme de brunissement lors de l'évaporation à la même concentration. La présence de glucose et de fructose semble être liée à la contamination microbienne, la sève récoltée aseptiquement (1991) n'en contenant pas de teneurs détectables.

Le principal acide organique, l'acide malique est présent en quantité comparable dans les trois sèves. Dans la sève de 1991, un composé correspond au temps de rétention de l'acide citrique mais un test enzymatique spécifique à cet acide (Boringher-Maheim) s'étant révélé négatif, ce composé ne peut être de l'acide citrique. Les autres acides sont présents à des teneurs variables et mineures. Lors de l'analyse des acides organiques, il s'est avéré important d'analyser la sève dans un délai le plus court possible, ceux-ci se dégradant rapidement, surtout pour les sèves récoltées non-aseptiquement en 1992.

La composition minérale de la sève composite récoltée en 1991 est semblable à celle du 08-04-92, pour les trois principaux minéraux. La teneur en protéines est du même ordre de grandeur pour ces deux sèves analysées. L'analyse des composés phénoliques totaux n'a été faite qu'à titre indicatif sur une seule des sèves (08-04-92).

Élaboration de la sève synthétique et essais d'évaporation en laboratoire.

Les profils d'évaporation des échantillons de sève naturelle sont illustrés à la figure 1. Globalement, la couleur commence à se développer entre 20 et 30 °Brix. Le pH de départ et le profil de pH durant l'évaporation sont différents pour chacune des sèves. Cependant, si on fait abstraction de l'acidification observée dans les premières 16 minutes d'évaporation de la sève du 30-03-92, on observe une alcalinisation qui atteint son maximum avant le début du développement de la couleur et une descente progressive de pH jusqu'à la fin du procédé. Une floculation s'opère vers 50 à 70 °C ce qui correspond à la température de coagulation des protéines et au maximum de pH; après cette floculation, le pH commence à descendre. Le malate de calcium précipite aux environs de 45-50 °Brix. Le sirop le plus clair a été obtenu à partir de la sève de 1991, avec des % de transmission de lumière à 460, 560 et 660 nm, de respectivement 28, 71 et 89% à 67 °Brix, alors que le sirop le plus foncé a été obtenu avec la sève du 08-04-92, avec des % de transmission de lumière aux mêmes longueurs d'onde, de respectivement, 0, 34 et 75 %. En ajustant le pH de la sève du 08-04-92 à un niveau semblable à celui des sèves de 1991 et du 30-03-92, on obtient des % de transmission de lumière à 67 °Brix semblables à ceux observés au pH original, soit 3, 37 et 76 %. Bien que le pH de départ soit modifié, le développement de la couleur se produit dans ces deux cas (08-04-92 et 08-04-92 alcaline) à un pH légèrement alcalin ou près de la neutralité, soit entre 6.8 et 7.0. La figure 2 indique une relation de proportionnalité entre la transmission de la lumière du sirop final à 67 °Brix et le taux de sucres réducteurs total de la sève de départ, à un pH de départ voisin, entre 7.7 et 8.0, avec le coefficient de corrélation linéaire de 0.9991 à 460 nm, de 0.9855 à 560 nm et de 0.9857 à 660 nm.

Le tableau 2 rapporte la composition des sèves synthétiques que nous avons évaporées afin de déterminer quels sont les composés et/ou les facteurs responsables du développement de la couleur et leur importance relative. Les essais 1,2, 3 et 3a montrent l'effet du pH de départ de sèves synthétiques constituées de saccharose, d'acide malique et de minéraux. Pour ces essais, le tableau 3 montre une coloration plus intense pour les solutions plus alcalines, pour les trois longueurs d'onde mesurées. En ajoutant un sucre réducteur, pour un même pH de départ (valeurs de transmission de lumière extrapolées des essais précédents), on obtient selon l'essai 4, un développement de couleur plus intense à 460, comparable à 560 et moins intense à 660 nm. Par contre, pour cette sève synthétique, d'après le profil d'évaporation illustré à la figure 3, le développement de la couleur se produirait en milieu légèrement acide, entre 6.0 et 6.5. À

la figure 4, sont illustrés les profils d'évaporation des sèves synthétiques correspondant aux essais 5, 6, 7 et 8 du tableau 2 où nous avons varié la nature de l'acide organique secondaire ajouté en plus de l'acide malique.

Tableau 2. Formule de sève synthétique.

Composés	Essai no											
	1	2 ⁽¹⁾ 3 ⁽²⁾ 3a ⁽³⁾	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Saccharose (%)	7.50	7.50	7.50	7.50	7.50	7.50	7.50	7.50	6.25	6.25	6.25	6.25
Sorbose (%)	-	-	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.10	0.10	0.10	0.10
Glucose (%)	-	-	-	-	-	-	-	-	0.05	0.05	0.05	0.05
Fructose (%)	-	-	-	-	-	-	-	-	0.06	0.06	0.06	0.06
Acide malique (ppm)		1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200
Acide tartrique (ppm)	-	-	-	-	0.70	-	-	70	-	-	-	-
Acide citrique (ppm)	-	-	-	-	-	46	-	46	-	-	-	-
Acide succinique (ppm)	-	-	-	36	-	-	-	36	111	111	111	111
Acide phosphoénol-pyruvique (ppm)	-	-	-	-	-	-	18	18	-	-	-	-
Ca ⁺² (ppm)	300	300	300	300	300	300	300	300	240	240	240	240
K ⁺ (sous forme de KOH)		Selon essai	(4)	(3)	(2)	(2)	(2)	(4)	(6)	(3)	(8)	(5)
Acide chlorogénique (ppm)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	15	15	-
Amyloglucosidase (ppm)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	49

(1) Ajout de KOH jusqu'à pH 7.26. (2) Ajout de KOH jusqu'à pli 7.46.

(3) Ajout de KOH jusqu'à pH 7.62. (4) Ajout de KOH jusqu'à pH 7.68

(5) Ajout de KOH jusqu'à pH 6.50. (6) Ajout de KOH jusqu'à pH 7.00.

(7) Ajout de KOH jusqu'à pH 8.00. (8) Ajout de KOH jusqu'à pH 8.30.

À la figure 4, essai 5, l'ajout d'acide succinique a amené un changement du profil de pH par rapport à l'essai précédent, atténuant les changements brusques de pH. Le profil de couleur enregistré à des longueurs d'ondes de 460, 560 et 660 nm indique qu'une coloration s'amorce vers 15-20 °Brix. Le % de transmission de lumière de la solution finale à 67 °Brix (tableau 3) a tendance à être un peu plus faible que pour l'essai précédent, même si le pH de départ est légèrement plus acide. L'ajout d'acide tartrique, citrique ou phosphoénolpyruvique (essais 6, 7 et 8) a un effet semblable sur le profil de pH et sur le développement de la couleur. L'ajout du mélange de ces acides organiques (essai 9) diminuerait le développement de la couleur si on compare les % de transmission de la solution finale (tableau 3) à ceux obtenus en présence d'acide malique seulement (essai 4). Bien que le développement de la couleur se fasse alors que la solution est à un pH légèrement acide, le % de transmission de la solution finale se rapproche de celui de la sève composite récoltée en 1991.

Nous avons aussi observé que l'utilisation d'acide citrique (essais 7 et 9) empêche la formation de précipité, observé dans tous les autres essais d'évaporation. Ce phénomène peut être lié à la propriété de l'ion citrate de former un complexe avec le calcium divalent. Ceci appuierait l'absence d'acide citrique dans la sève d'érable composite de 1991 tel que suggéré précédemment par le résultat négatif d'un test enzymatique spécifique à cet acide.

Comme nous l'avons mentionné précédemment, la sève du 08-04-92 est celle qui a eu le plus important développement de couleur, et qui a aussi le taux de sucres réducteurs totaux le plus élevé (tableau 3). L'essai 10, figure 5, reproduit la composition de cette sève en tenant compte des sucres, des deux acides organiques les plus abondants et des minéraux. On obtient alors des % de transmission de lumière à 67 °Brix plus élevés que pour la sève naturelle correspondante, pour les trois longueurs d'onde, les écarts étant plus importants à 460 et 560 nm. Le profil de pH demeure en milieu acide pour toute la durée de l'évaporation ce qui peut expliquer une part de la différence du développement de la couleur. En ajoutant un composé phénolique (essai 11 et 12, figure 5), le développement de la couleur se fait aussi en milieu acide peu importe le pH de départ mais on obtient en % de transmission de lumière 460 et 560 nm plus faible que pour l'essai 10 et aussi plus près de ceux observés pour la sève naturelle du 08-04-92.

Tableau 3 Résultats de % de transmission de lumière final des essais d'évaporation.

Nom de l'essai	PH de départ	PH final à 67 °Brix	% trans. à 460 nm à 67 °Brix	% trans. à 560 nm à 67 °Brix	% trans. à 660 nm à 67 °Brix	Sucres réducteurs totaux (%)
1	6.37	5.25	-	94.6	-	0
2	7.26	6.46	70.4	86.4	91.7	0
3	7.6	7.08	63.5	79.2	85.7	0
3a	7.62	7.30	41.0	67.2	79.8	0
4	7.68	6.77	12.9	76.3	94.5	0.06
5	7.62	6.25	8.80	66.5	87.0	0.06
6	7.46	6.27	16.2	75.1	92.5	0.06
7	7.46	6.22	22.9	76.0	90.9	0.06
8	7.46	6.10	24.9	80.2	92.7	0.06
9	7.93	6.26	30.2	84.2	96.7	0.06
10	7.00	5.10	16.9	65.1	82.5	0.21
11	7.60	6.30	0.16	42.9	81.0	0.21
12	8.30	6.02	0.51	44.9	82.6	0.21
13	6.50	5.60	18.7	73.1	90.2	0.21
Sève de 1991	7.70	7.98	27.6	71.4	89.4	0.05
Sève du 30-03-92	8.00	6.80	21.8	66.3	87.4	0.10
Sève du 08-04-92	6.36	7.10	0.42	35.4	74.8	0.24
Sève du 08-04-92	8.00	6.66	3.02	36.6	73.8	0.24

En ajoutant une protéine d'origine végétale, l'amyloglucosidase (essai 13, figure 6), on observe un effet de moussage semblable à celui observé lors de l'évaporation de sève véritable. À environ 50 °Brix, on observe une certaine floculation (protéines) dans la solution synthétique ce qui provoque une turbidité de la solution et une diminution subite de la transmission de lumière mesurée à 560 et 660 nm. Bien que l'on observe une légère remontée du pH au début de l'évaporation et que la baisse de pH est moins importante que pour les essais précédents, le développement de la couleur s'est produit en milieu acide et est comparable à celui obtenu lors de l'essai 10.

Essais d'évaporation réalisés à l'aide du banc d'essai.

Pour les essais d'évaporation réalisés à l'aide du banc d'essai, une sève synthétique de la même composition que pour l'essai 13 a été utilisée en ajustant le pH initial de la solution à 10.0 de manière à maintenir la solution en milieu alcalin lors de l'ébullition favorisant ainsi le développement de la couleur. Des essais préliminaires du banc d'essai ont démontré une acidification de la solution lorsqu'elle est introduite dans le réservoir d'alimentation. Cette acidification étant variable d'un essai à l'autre, les résultats de % de transmission de lumière des solutions finales n'étaient pas reproductibles. Les causes de cette acidification peuvent être attribuées au contact de la solution avec le réservoir d'alimentation fabriqué d'aluminium. Les dépôts d'oxyde d'aluminium hydraté habituellement présents sur les surfaces d'aluminium (Heslop et Robinson, 1973) sont probablement à l'origine de ces variations de pH. Par contre, en ajustant le pH de départ à 10.0, les résultats de coloration sont reproductibles au niveau $P < 0.05$, pour une même température du fluide caloripporteur.

Les résultats obtenus à partir de sève synthétique (figure 7) démontrent qu'une augmentation de la température de surface en contact avec la solution favorise une augmentation de la transmission de lumière du produit fini. Pour les traitements thermiques aux deux extrêmes des possibilités du banc d'essai, soit 160 et 190°C, soit des taux d'évaporation de respectivement, 0.047 et 0.085 l/min, à une même pression différentielle de 38.1 mm de Hg, on observe un écart de transmission de lumière appréciable (tableau 9) surtout à 460 et 560 nm, soit environ 15%.

Tableau 9. Mesures de transmission de lumière du sirop produit en casserole ouverte (banc d'essai)

Température de contact (°C)	Transmission à 460 nm (%)	Transmission à 560 nm (%)	Transmission à 660 nm (%)
160	6.22	64.82	89.92
190	22.71	78.93	92.03
écart	16.49	14.11	2.11



Conclusion

Peu de travaux scientifiques ont été réalisés au cours des dernières décennies concernant les aspects fondamentaux de la composition de la sève d'érable et du développement de la saveur caractéristique du sirop d'érable. Le volet relié à l'analyse des propriétés physico-chimiques de la sève d'érable a permis d'identifier et de quantifier les grandes catégories de constituants du sirop d'érable. On y retrouve en quantité très peu variable d'une saison à l'autre, le saccharose, des acides organiques, dont principalement l'acide malique, des composés azotés (protéines), et des minéraux. Les sucres réducteurs y sont présents en quantité variable suivant le niveau de contamination initial de la sève. On y détecte la présence de composés phénoliques.

Globalement, le brunissement de la sève lors de l'évaporation est d'abord lié à la teneur en sucres réducteurs de celle-ci. Bien que le pH initial semble avoir une importance relative concernant le développement de la couleur, le profil de pH de la solution au cours de l'évaporation joue un rôle important, puisque nous obtenons des % de transmission de lumière plus faibles lorsque l'évaporation se fait à pH alcalin. La présence de composés phénoliques (l'acide chlorogénique) a aussi un effet sur le développement de la couleur mais cette famille de composés étant très complexe et variable une étude plus approfondie serait justifiée. L'ajout de protéines à la sève synthétique a surtout permis de reproduire

les effets de moussage et de floculation observés dans la sève naturelle et d'en moduler les variations de pH au cours de l'évaporation.

Tous paramètres physico-chimiques étant maintenus par ailleurs, la température de surface en contact avec une solution synthétique influence le développement de la couleur de la solution. Ainsi on obtient une transmission de lumière significativement moins élevée à 160 °C qu'à 190 °C, en maintenant une pression différentielle constante à l'intérieur du circuit de fluide caloporteur. Le taux d'évaporation moyen se situe alors respectivement à 0.047 l/min et 0.085 l/min.

La différence de % de transmission de lumière étant graduellement plus marquée de 660 à 460 nm, non-seulement l'intensité de la couleur varie en fonction du traitement thermique, mais aussi la teinte, indiquant le développement de composés différents. Ces réactions de caramélisation expliquent en grande partie le développement de la couleur lors du processus d'évaporation et sont aussi liés au développement de la saveur.

Le volet d'étude sur le développement de la saveur n'a pu être complété dans les limites de temps et de ressources de ce projet mais se poursuivra par de nouvelles collaborations entre le Service des technologies alimentaires du MAPA et la Coopérative Les producteurs de sucre d'érable du Québec en tenant compte aussi des composés azotes et phénoliques



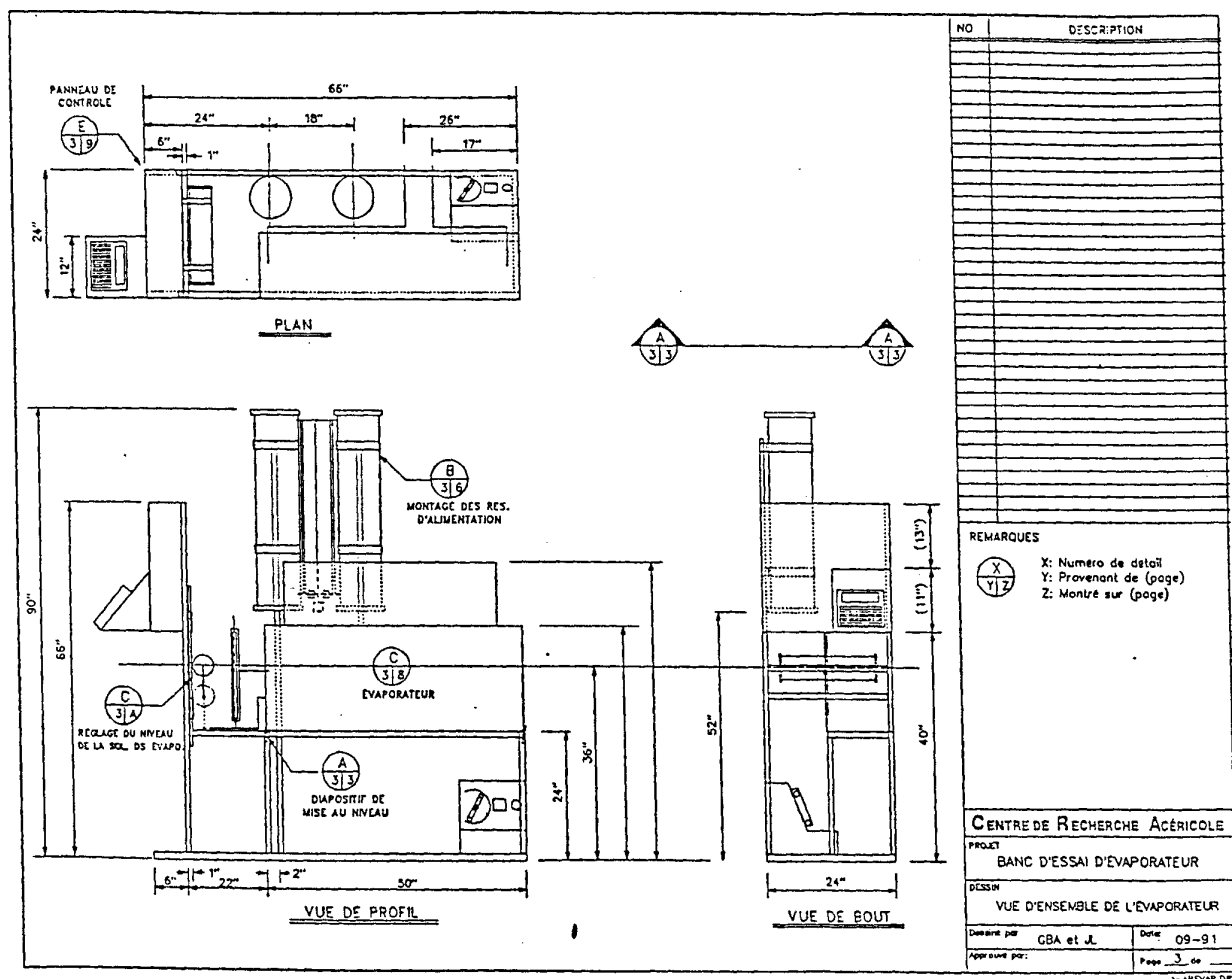
Bibliographie

- Bois, E. et A. Nadeau. Contribution à l'étude d'*Acer Saccharum*, Canadian journal of Research, B16, 1938. pp. 114- 120.
- Dumont, J., L. Saucier, GB. Allard, B. Aurouze. Microbiological, physicochemical and sensory quality of maple sympaseptically packaged in paer-based laminate, International Journal of Food Science and Tecbnology, vol. 28, 1993, pp.83-93.
- Filipic, V.J., J.C. Underwood, C.O. Willits. The identificationof methylcyclopentenolone and other compounds in maple syrup flavour extract, Journal of food science, ~01.30, 1965. pp.1008-1015.
- Filipic, V.J., J.C. Underwood, J. Dooley. Trace components of flavour fraction of maple syrup, Journal of food science, vol. 34, 1969, pp.105-110.
- Hayward, F. and C.S; Pederson. Some factors causing dark-colored maple sirop, New York State Agri. Expt. Station (Geneva) Bull. 718, 1946.
- Heslop, R.B. et P.L. Robinson, Chimie inorganique, Paris, Flammarion Sciences, 1973, p.364.
- Kuentsz, A. et ~I.. Comparaison de deux méthodes d'analyses des minéraux des sirops d'érable, Canadian Institute of Food Scicoce and Technology Journal, vol. 9, no. 3, 1976, pp. 147-150.
- Laing, F.M. et al.. Effect of high-vaccuum pumping on volume yields and composition of maple sap. Vermont Agriculture Exp. Station. University of Vermont, Burlington, Vt., Research report 65, 1971.
- Lento H.G., J.C. Underwood, CO. Willits, Browning of sugar solutions. IV. The effect of Ph on the volatile products of reducing sugars, Food Research, ~01.25, no.6 1960, pp.750-756.
- Lento H.G., J.C. Undenuood, C.O. Willits, Browning of sugar solutions. V. Effect of Ph on the browning of trioses, Food REsearch, ~01.25, no.6, 1960, pp.757-763.
- Marigo, G. Sur une méthode de fractionnement et d'estimation des composés phénoliques chez les végétaux, Analysis, vol.2 nu.2, 1973, pp.106-110.

- Mollica, J. and M.F. Morselli. Gas chromatographic determination of non volatile organic acids, Journal of A.O.A.C. vol. 67, no. 6, 1984, pp. 1125-1129.
- Naghski, J. and C.O. Willits. Maple syrup. XI. Relationship between the type and origin of reducing sugars in the sap and the color and flavor of maple sirop, Food Res. ~01.22, 1957, pp.567-571.
- Porter, W.L., M.L. Buch, C. O. Willits. Maple syrup. IV. Effect of heating syrups under conditions of high temperature and low water content: some physical and chemical changes, Food Research, vol.17,no.6, 1952, pp.475-481.
- Porter, W.L. et 01.. Contribution to the carbohydrate chemistry of maple sap and sirop, Food research, vol. 19, No 6, 1954, pp. 597-602.
- Underwood, J.C., C.O. Willits, H.C. Lento. Maple syrup. XVI. Isolation and identification of compounds contributing ta the flavour of maple syrup, Journal of food science, ~01.26, 110.3, 1961, pp.288-290.
- Undenvood, J.C., C.O. Willits, H.G. Lento. Browning of sugar solutions. VI. Isolationand characterization of the brown pigment in maple syrup, Journal of food science. vol. 26, no.4, 1961, pp. 397-400.
- Underwood, J.C., V.J. Filipic. Source of aromatic compounds in maple syrup flavour. Journal of food science, ~01.29. 1964, pp.814.818.
- Underwood, J.C., V.J. Filipic, R.A. Bell. GLC flavour profil of maple syrup, Journal of the A.O.A.C., vol.SZ,no.4, 1969, pp. 717-719.
- Underwood, J.C.. Effect of heat on the flavouring compoments of maple syrup: a preliminary study by gas chromatography, journal of food science, vol. 36, 1971, pp.228-230.
- Willits, CO., W.L. Porter. Maple syrup. II. A new high-flavoured maple syrup, U.S. dept. of Agri., Research report, aplil 1950.
- Willits, C.O., J.C. Underwood, H.G. Lento, C. Ricciuti. Browning of sugar solutions. J. Effect of pH and type of amino acid in dilute sugar solutions, Food Research, ~01.23, no.1, 1958.

Annexe I

Schéma global du banc d'essai d'évaporation.



Annexe II

Figure 1 Évaporation des sèves naturelles.

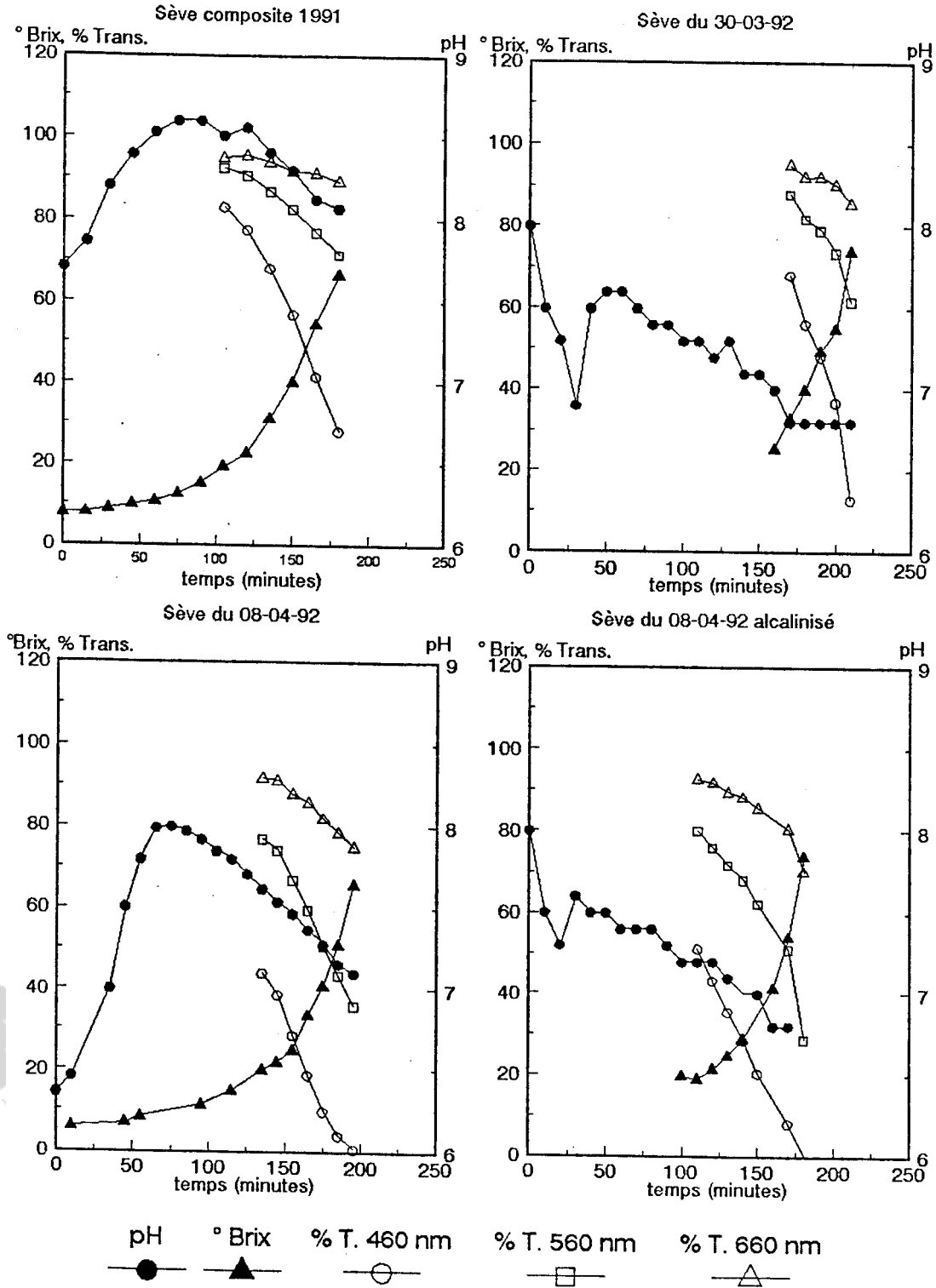


Figure 2 Transmission de lumière des sirops finaux en fonction du taux de sucres réducteurs des sèves au départ.

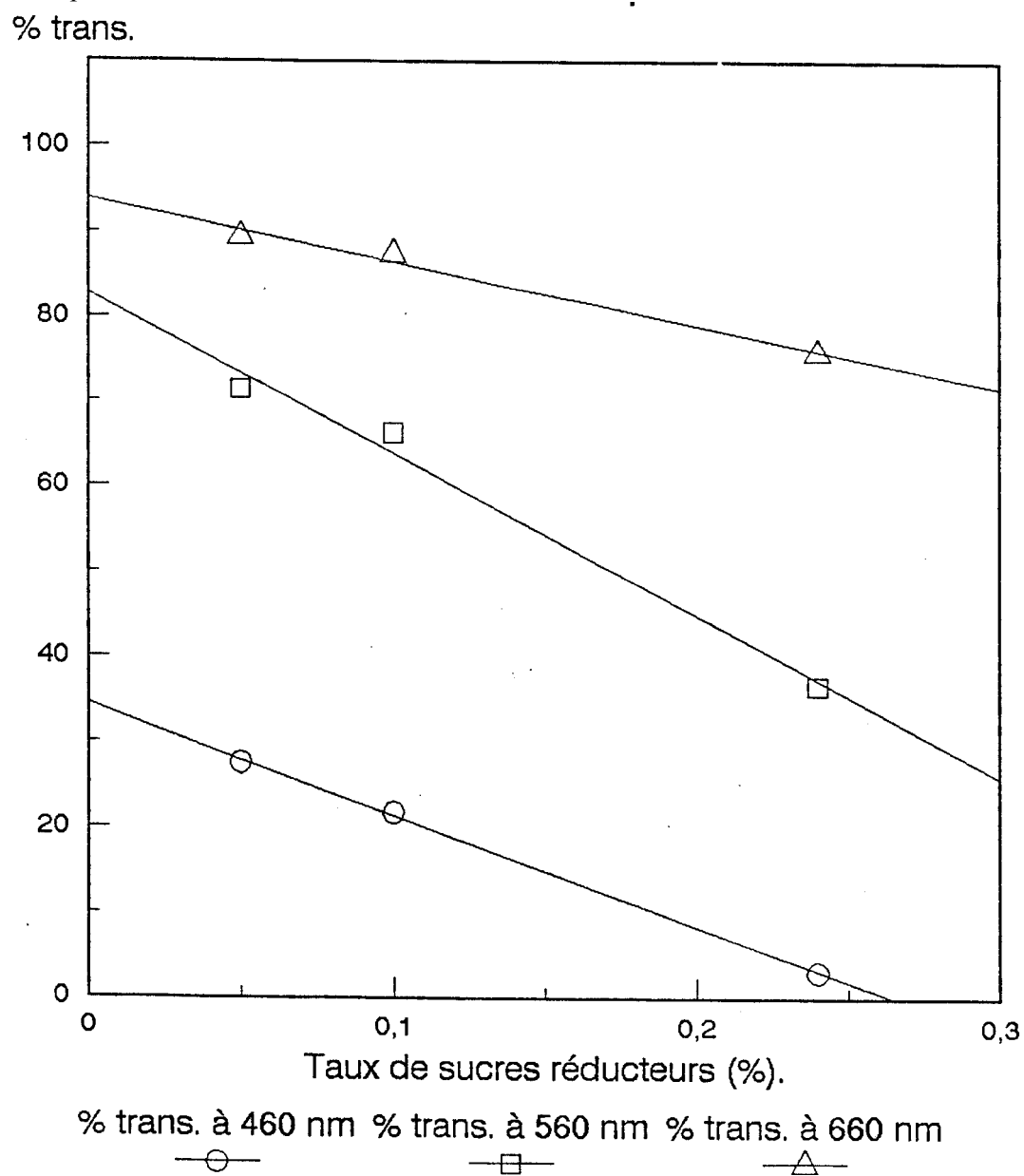


Figure 3 Essai 4 : Évaporation de sève synthétique (saccharose, sorbose, acide malique, minéraux).

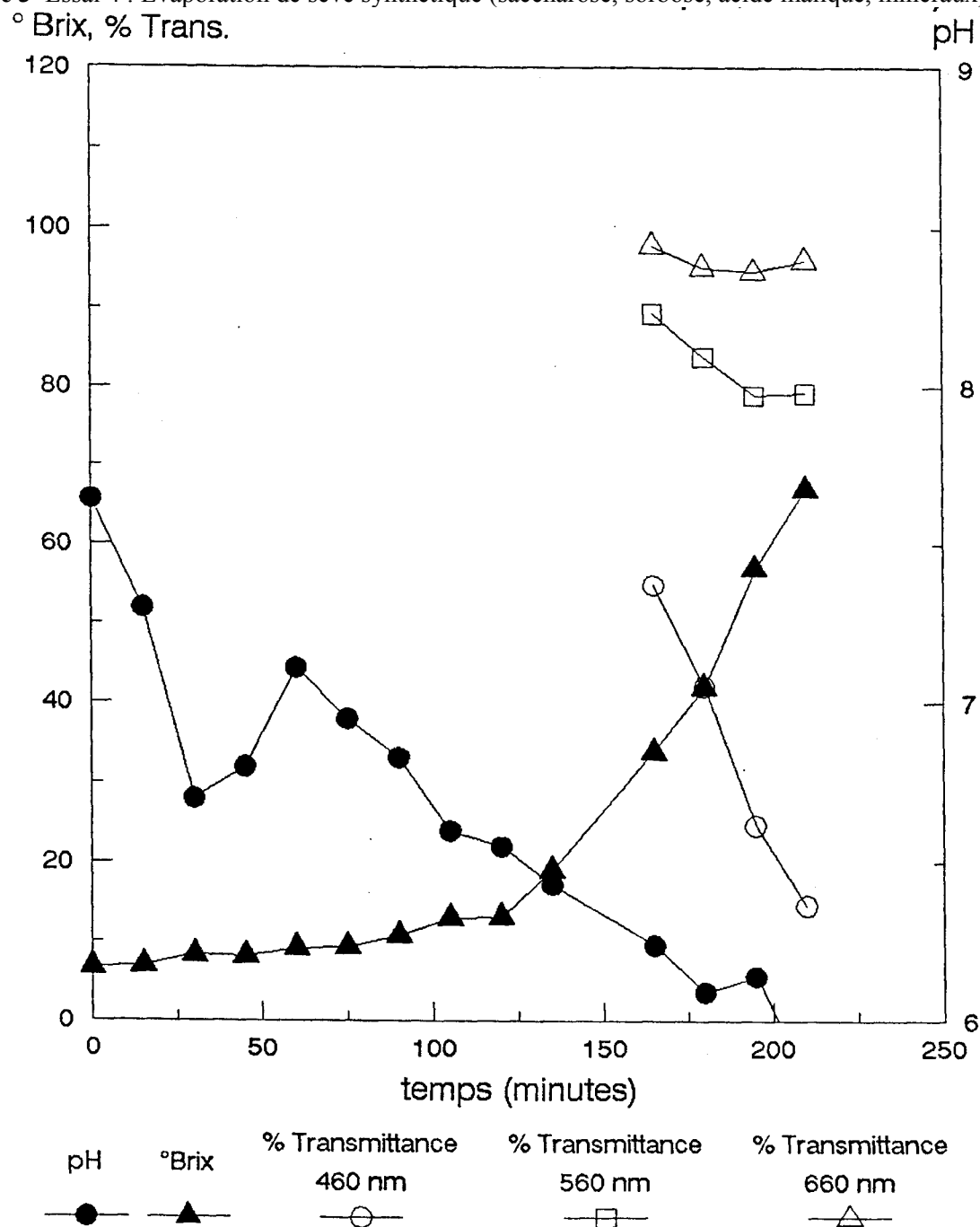


Figure 4 Sève synthétique : variation de l'acide organique secondaire.

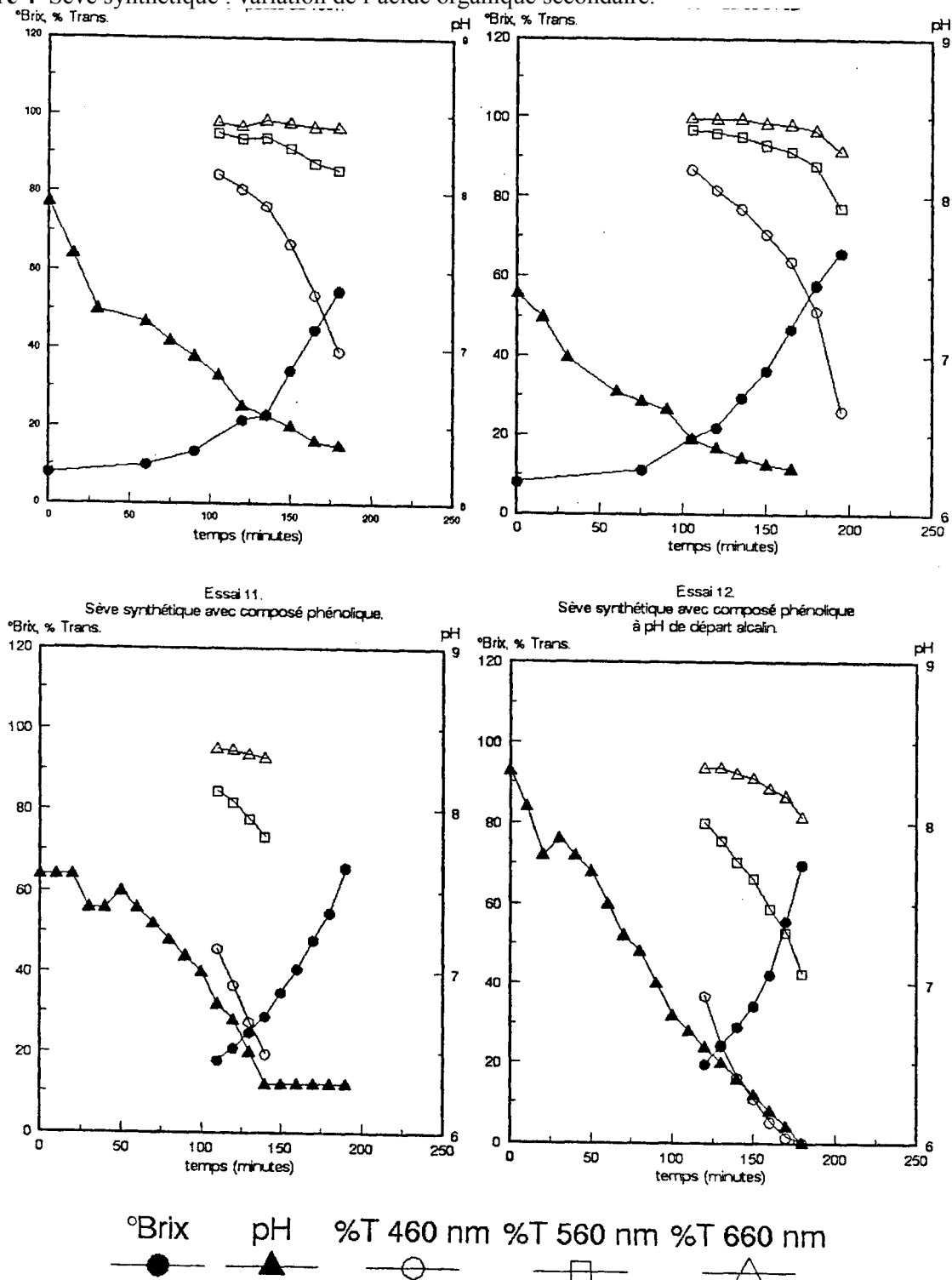


Figure 5 Sève synthétique, essais 9 à 12.

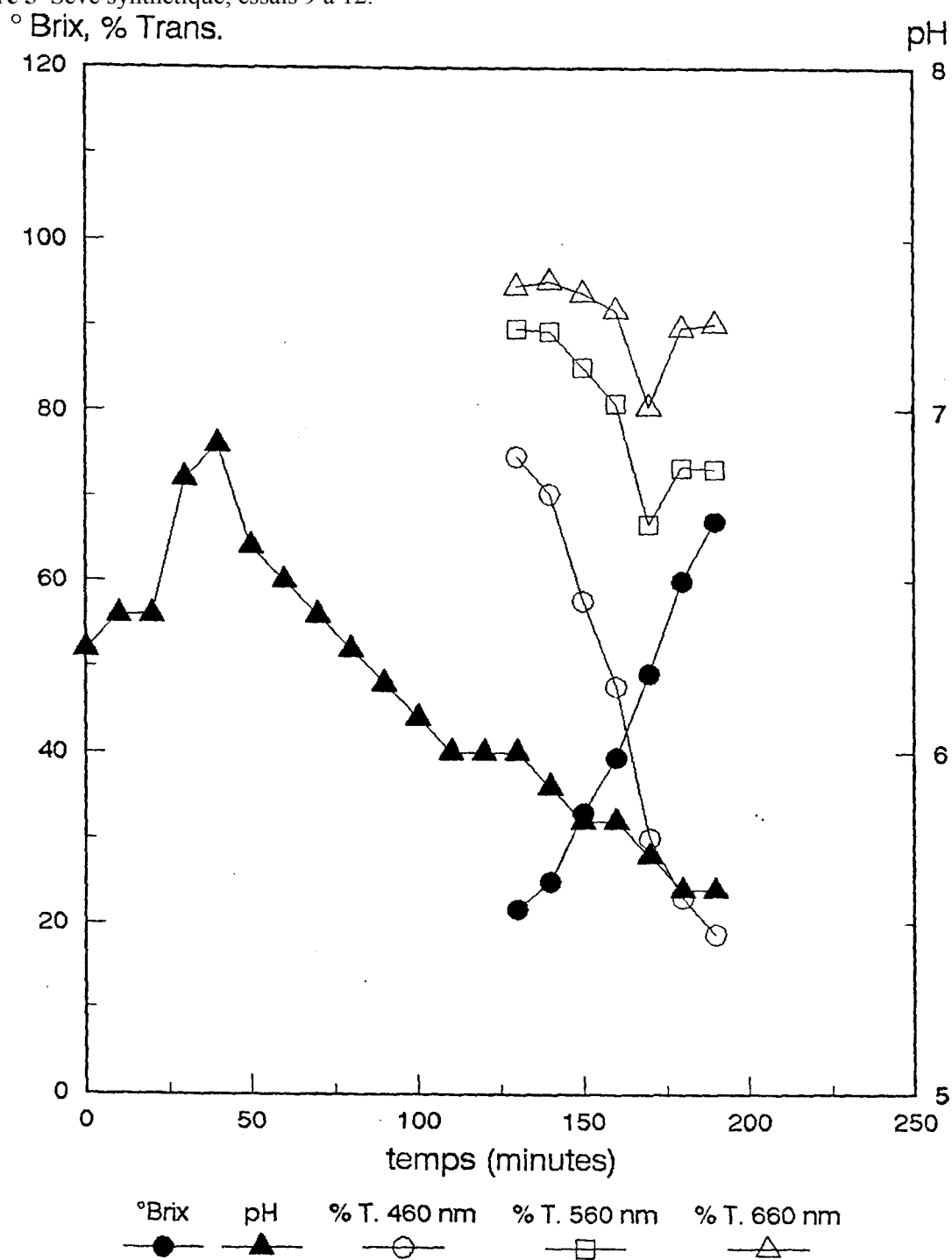


Figure 6 Essai 13. Sève synthétique avec protéine.

° Brix, % Trans.

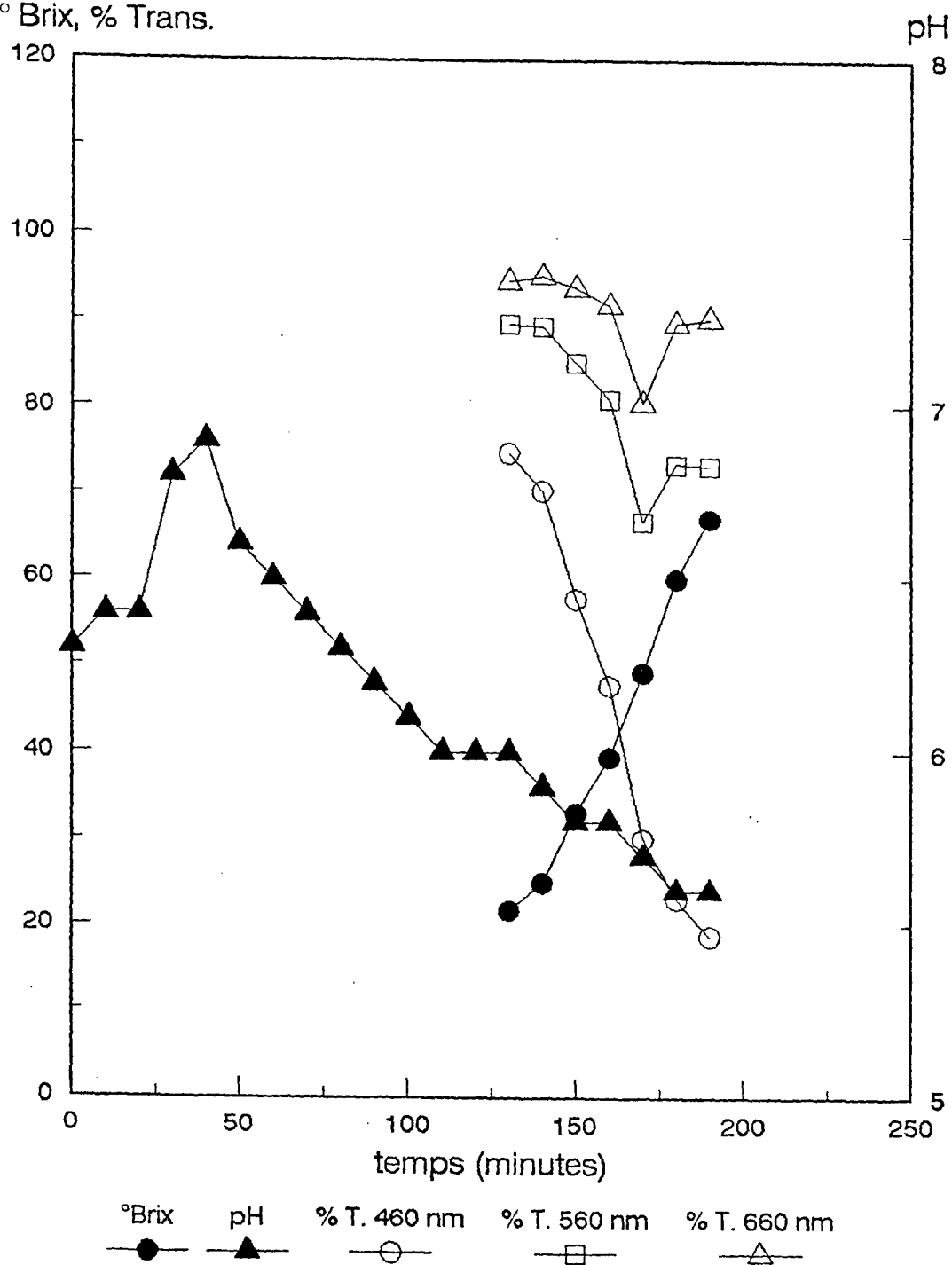


Figure 7 Evaporation à l'aide du banc d'essai.

