



IFPC - INRA AU RHEU  
ACTIA



# Journée Technique

## « Outils de pilotage aromatique des cidres » 05/07/2012

Les phénols volatils :  
État des lieux et leviers  
technologiques possibles

Rémi BAUDUIN - IFPC



# Plan de l'exposé

- Quelques rappels,
- Atelier sensoriel,
- État des lieux,
- Éléments de pilotage,
- Conclusion / Perspectives



# Partie I

## Quelques rappels

# Caractéristiques sensorielle des phénols volatils

- Les composés :

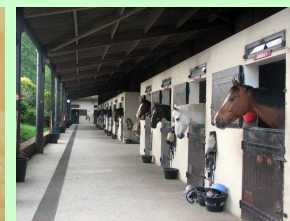
- Les vinylphénols :

- Vinylphénol
- Vinylgaïacol



- Les éthylphénols :

- 4-éthylphénol
- Éthylgaïacol
- Ethylcatéchol



# Origine des phénols volatils

- Origine métabolique :

Acides phénoliques  
estérifiés



*fruits altérés,  
enzymes technologiques*



Acides phénoliques  
libres



*Saccharomyces (POF+),  
bactéries*



Vinyl phénols



*levures Brettanomyces  
bactéries (Lactobacillus colinoïdes)*



Ethyl phénols

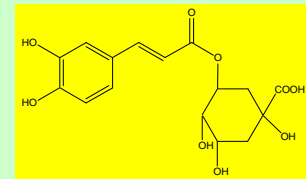


# Les précurseurs des phénols volatils : 1 classe de polyphénols

- Les polyphénols du cidre

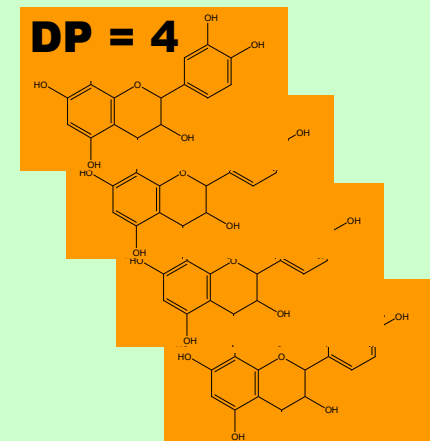
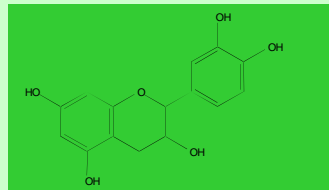
- Acides hydroxycinnamiques

- Acide chlorogénique
- Acide *p*-coumaroylquinique



- Flavan-3-ols

- Catéchines
- Procyanidines (polymères de catéchines)  
Importance du degré de polymérisation



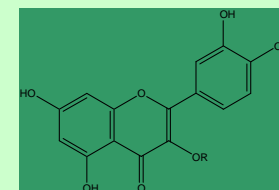
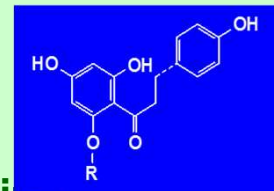
- Autres classes peu représentées

- Dihydrochalcones

- Phloridzine

- Flavanols

- glycosyles de quercétine





# Partie II

## Atelier sensoriel phénols volatils

# Atelier sensoriel

- Exemple d'un cidre fruité enrichi en 4-ethylcathéchol
  - Témoin
  - Témoin + 10 mg/L
  - Témoin + 50 mg/L
- Solution témoins :
  - 4-éthylphénol (4 mg/L)
  - 4-vinylphénol (1 mg/L)
  - 4-éthylcatéchol (36 mg/L)





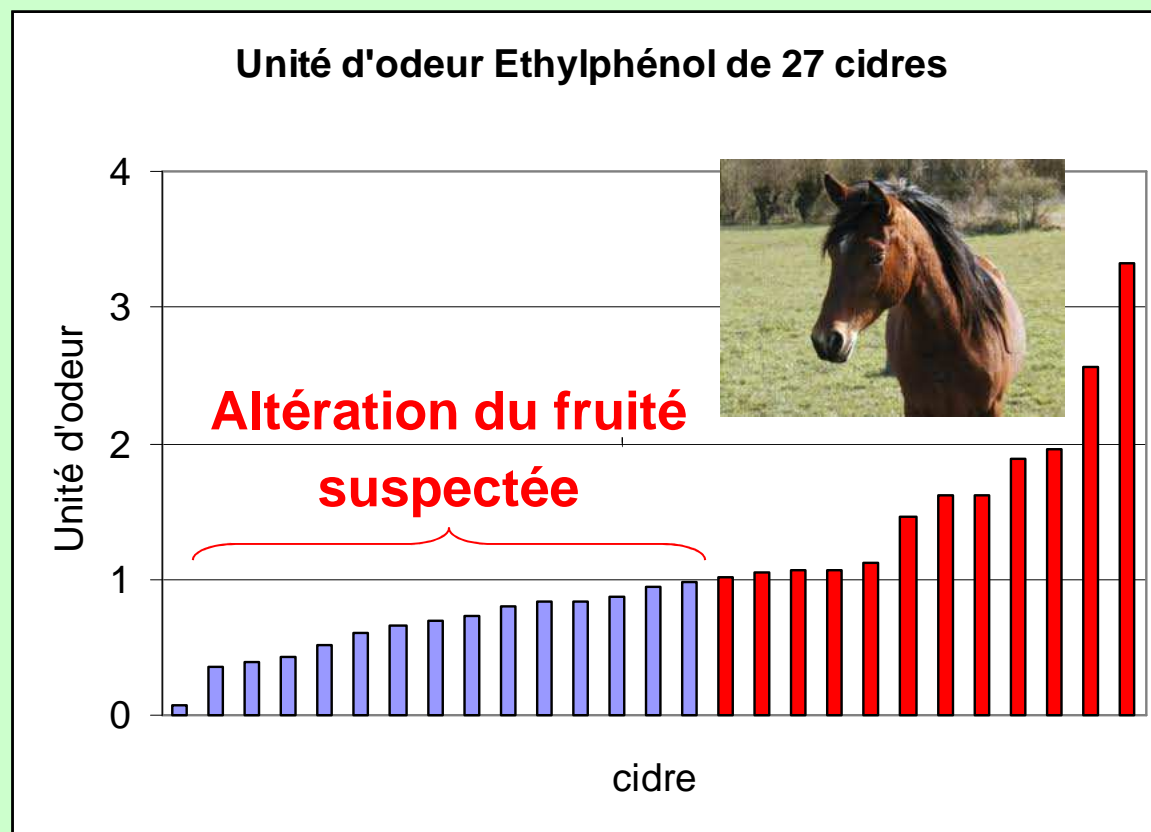
## Partie III

# État des lieux

## Projets phénols volatils

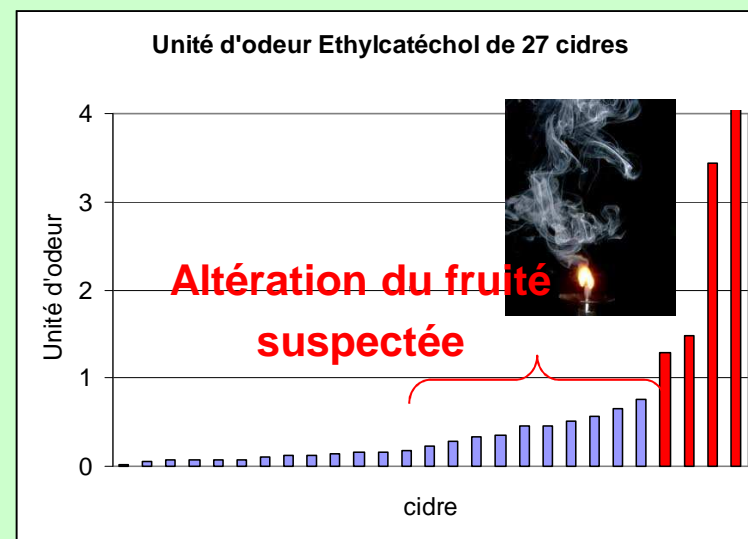
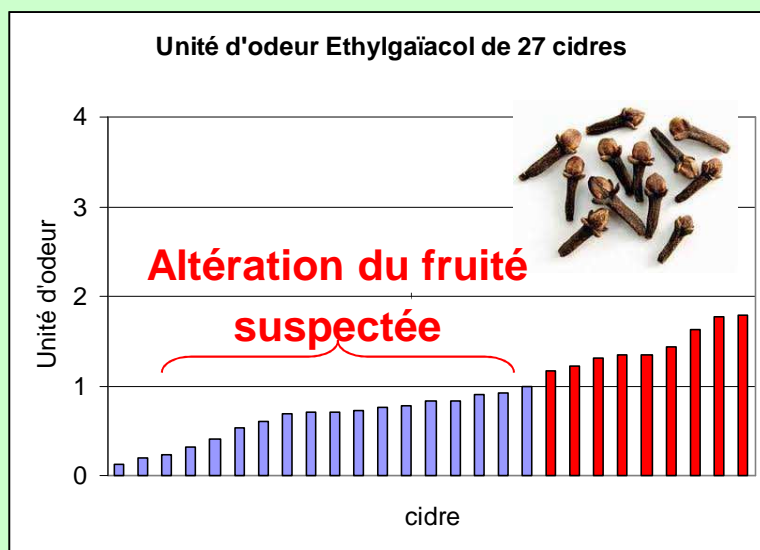
# État des lieux : présence dans les produits finis

- Cas de 27 cidres après 12 mois de mise en bouteille à 10°C :
  - Exemple de l'éthylphénol



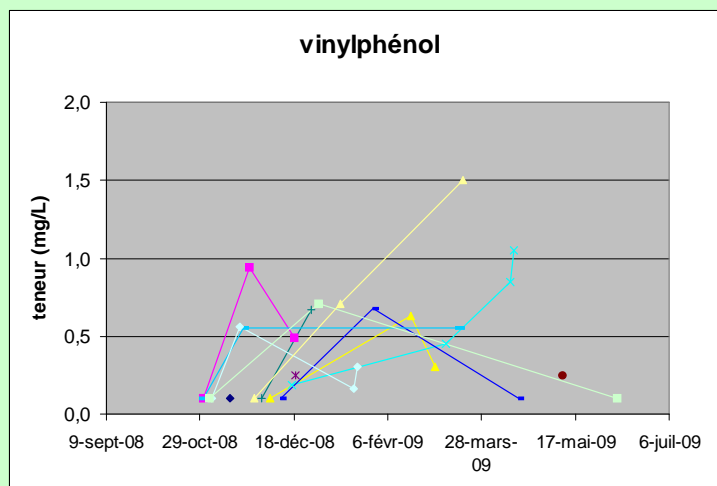
# État des lieux : Présence dans les produits finis

- Cas de 27 cidres après 12 mois de mise en bouteille à 10°C :
  - Cas de l'éthylcatéchol et l'éthylgäiäcol

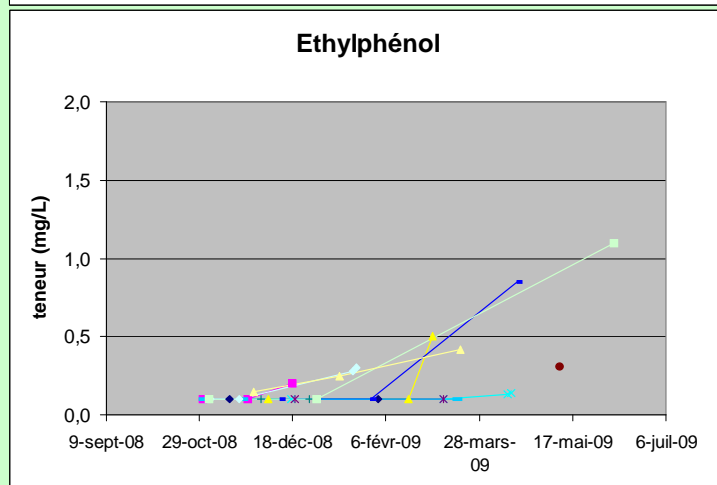


# État des lieux : Formation de ces composés

- En cuve lors de la fermentation :
  - Succession vinyl > ethylphénol



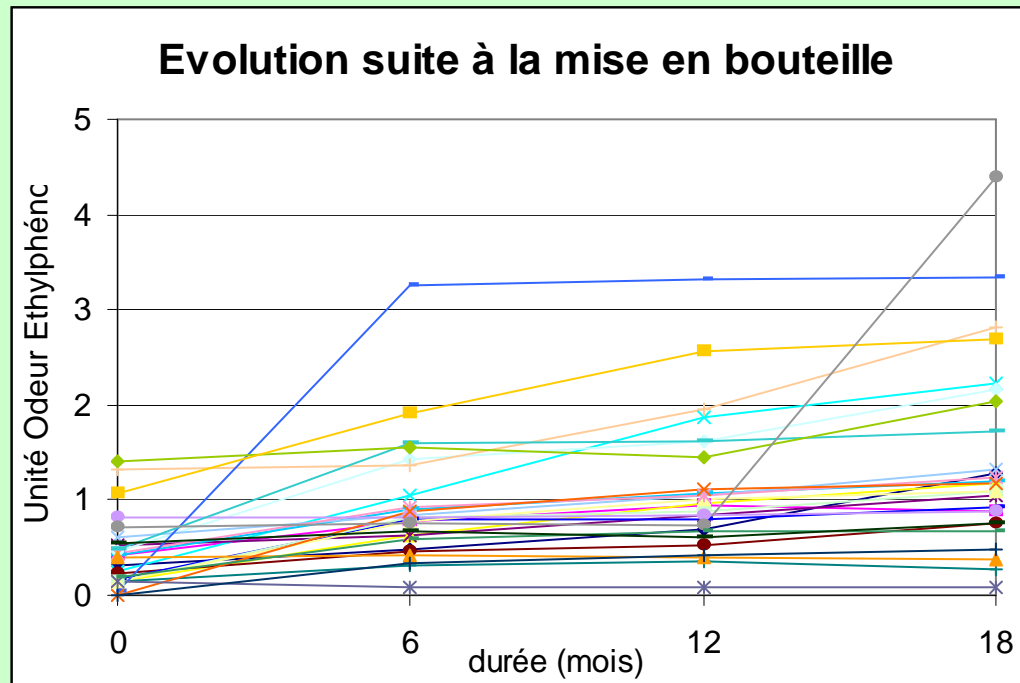
- Production de vinylphénol dès le début de la fermentation
- La teneur passe par un max puis décroît (consommation plus rapide que production)



- Production d'éthylphénol dès l'hiver (décembre / février)
- La teneur en constante augmentation

# État des lieux : Formation de ces composés

- Suite à la mise en bouteille :
  - Exemple de l'éthylphénol

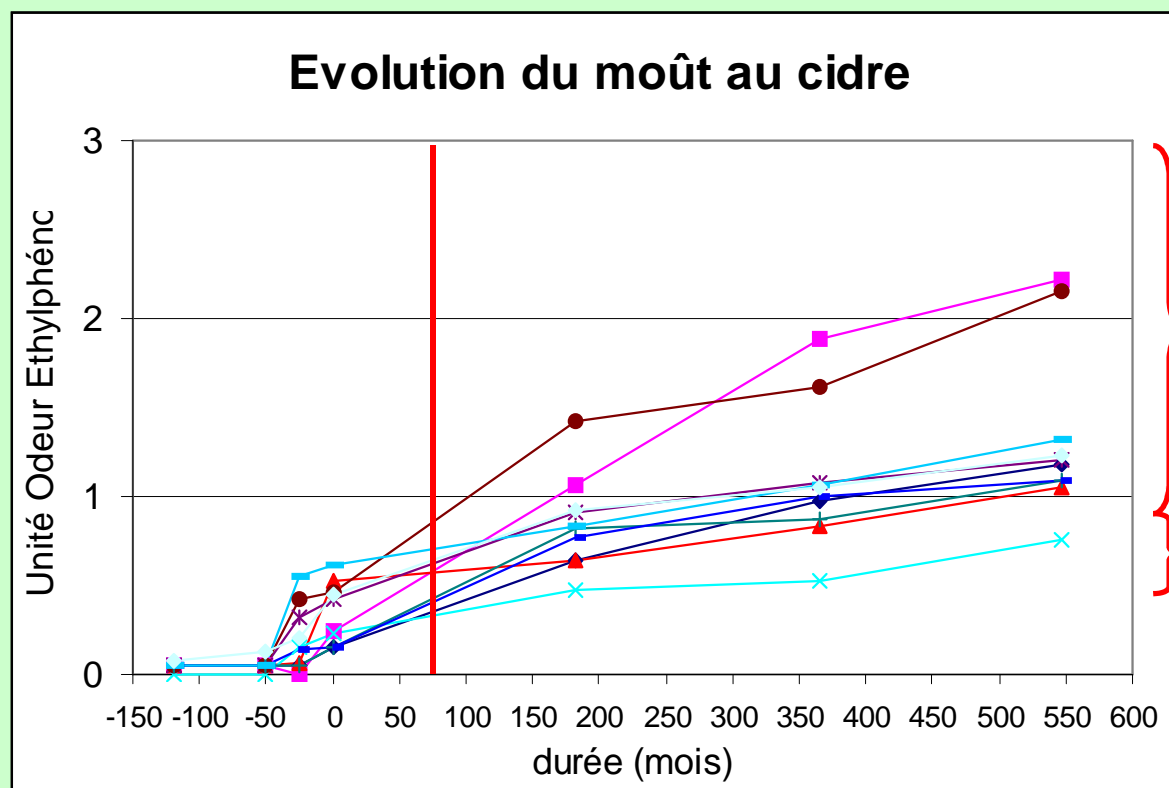


**Altération du  
fruité  
suspectée**

- Production généralement linéaire (« les produits ne se bonifient pas ») et quelques cas « explosifs »

# État des lieux : Formation de ces composés

- Importance pré / post embouteillage :
  - Exemple de l'éthylphénol

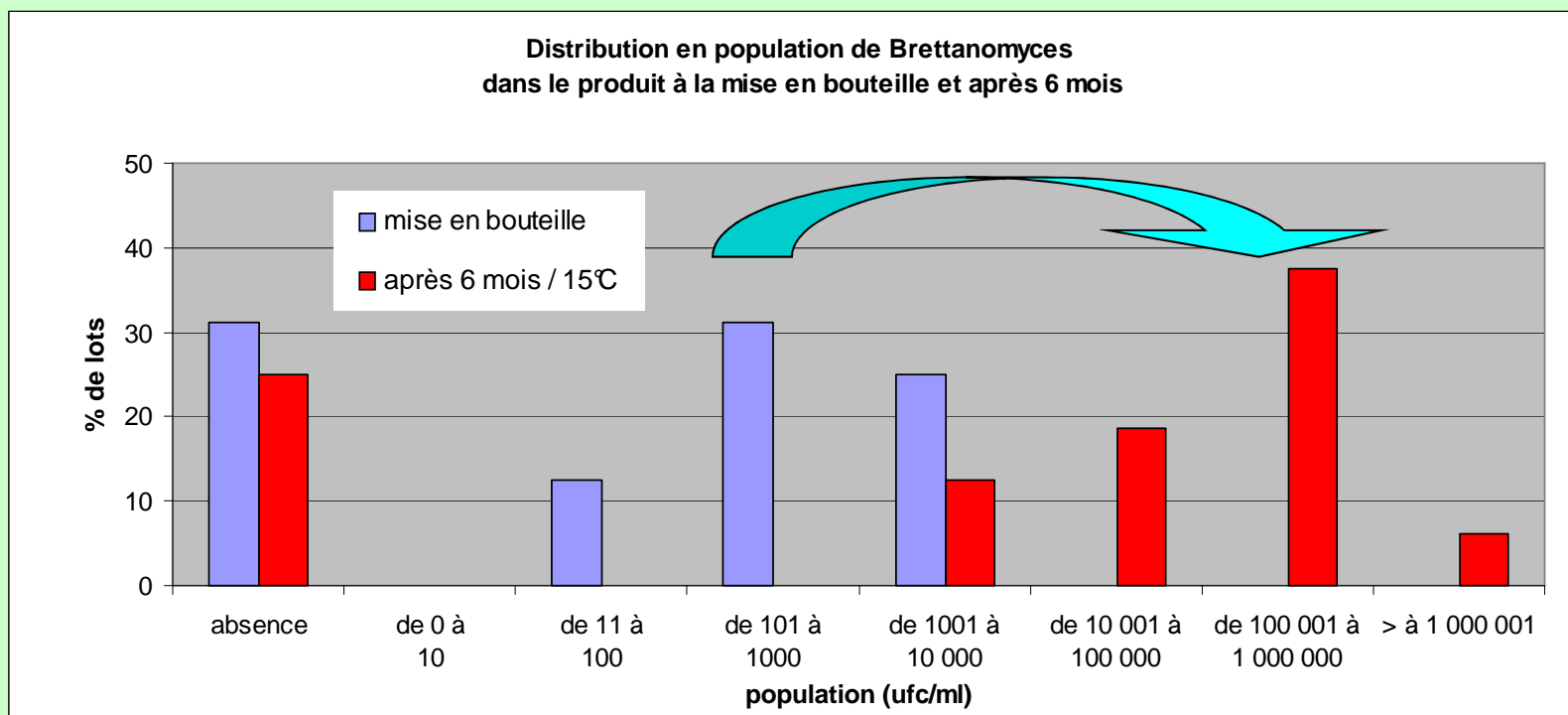


Altération du  
fruité  
suspectée

- Prépondérance de la phase post-embouteillage

# État des lieux : « Le coupable » Brettanomyces

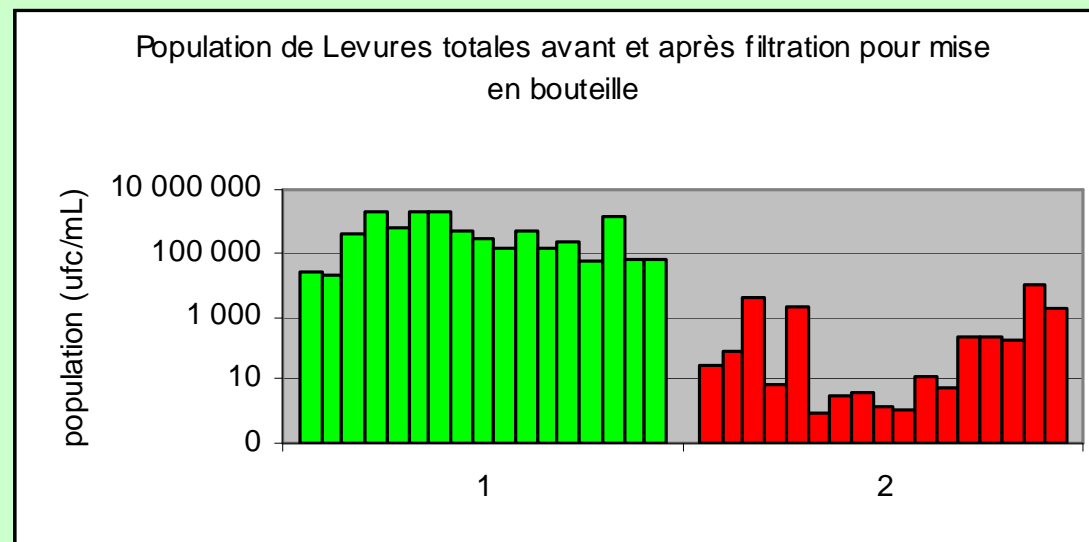
- Population à l'embouteillage et après 6 mois :
  - Cas de 18 cidres



- Présence de « Brett » à l'embouteillage
- Développement important après 6 mois de mise en bouteille  
x 100 à x 1000

# État des lieux : Performance de la filtration

- 18 observations de filtration sur terre rose :
  - Population de levure totale

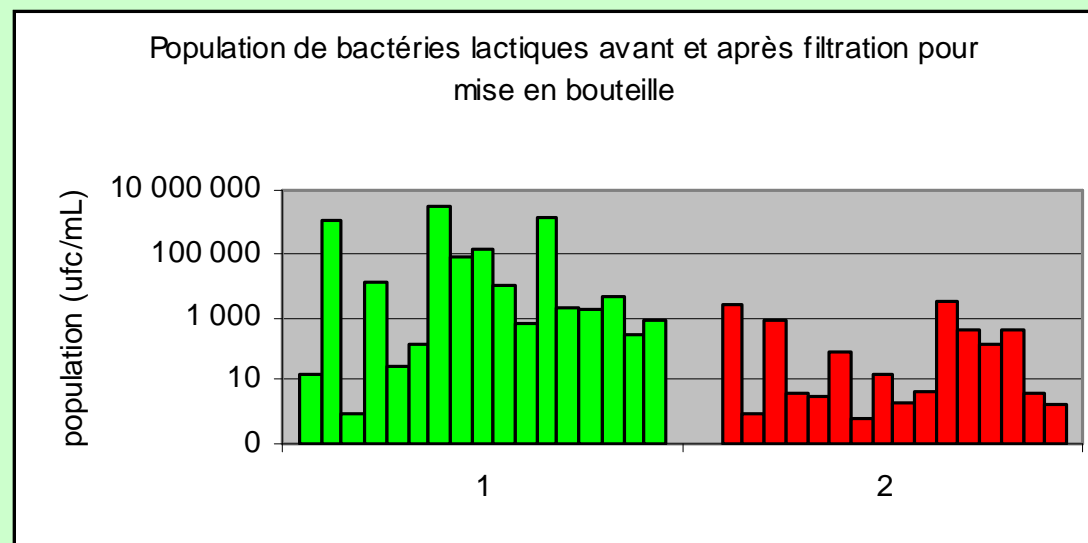


- Variabilité importante de la qualité de la filtration,
- Population levurienne potentiellement importante.



# État des lieux : Performance de la filtration

- 18 observations de filtration sur terre rose :
  - Population bactéries lactiques



- Variabilité importante de la qualité de la filtration,
- Population bactérienne potentiellement importante.



IFPC - INRA AU RHEU  
ACTIA

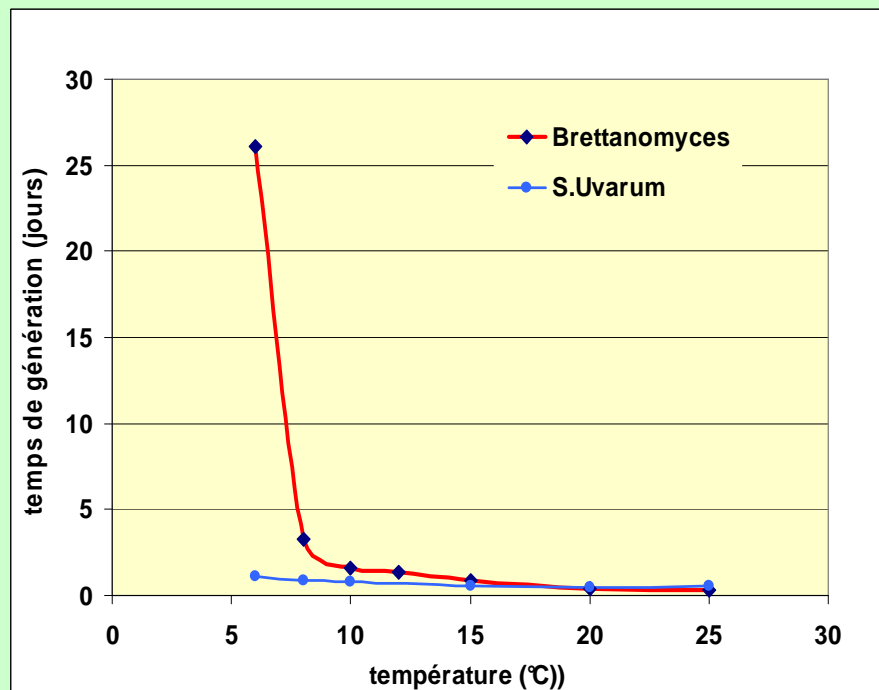


# Partie IV

## Les éléments de pilotage

# Les éléments de pilotage : En cuverie

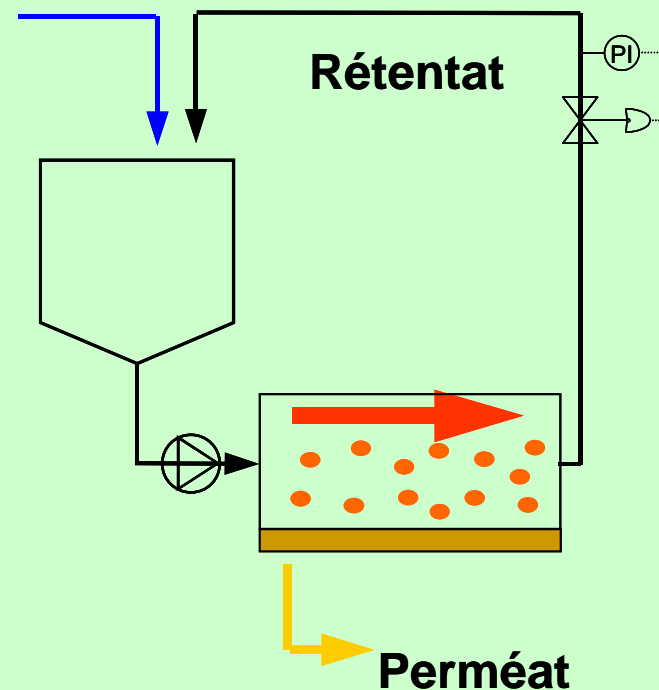
- Améliorer l'hygiène des cuves et transferts
- Réduire les assemblages précoces
  - Risque de contaminations croisées.
- Abaisser la température de cuverie



- Impact important sur Brettanomyces des basses températures,
- Une T°C inférieure à 6°C à un réel impact sur Brettanomyces.

# Les éléments de pilotage : Préparation du cidre « à la mise »

- Filtration performante du cidre
  - La Microfiltration tangentielle (MFT)



# Les éléments de pilotage : Préparation du cidre « à la mise »

- Filtration performante du cidre
  - La Microfiltration tangentielle (MFT)
    - Qualité de filtration sur différents équipements sur site 1
    - Qualité de filtration différents MFT vs filtre terre sur site 2

Cidrier	Type de flore	Type de filtre	Population viable (ufc/mL)			
			avant filtration	début de filtration	milieu de filtration	fin de filtration
Site 1	Bactéries lactiques	MFT 1	1 339	< 20	< 20	< 20
		MFT2	1 339	< 20	< 20	< 20
		MFT 3	1 339	< 20	< 20	< 20
	Levures "brettanomyces"	MFT 1	74 967	< 20	47	47
		MFT2	74 967	< 20	< 20	< 20
		MFT 3	74 967	< 20	< 20	< 20
	Flore levurienne totale	MFT 1	135 207	< 20	60	134
		MFT2	135 207	< 20	< 20	< 20
		MFT 3	135 207	< 20	< 20	< 20
Site 2	Bactéries lactiques	<b>Filtre à terre (témoin usine)</b>	<i>pb de numération</i>	36 010	154 321	102 469
		MFT4	<i>pb de numération</i>	< 20	< 20	< 20
		MFT5	<i>pb de numération</i>	40	27	167
	Levures "brettanomyces"	<b>Filtre à terre (témoin usine)</b>	101 740	5 989	4 961	5 435
		MFT4	101 740	< 20	< 20	< 20
		MFT5	101 740	< 20	< 20	< 20
	Flore levurienne totale	<b>Filtre à terre (témoin usine)</b>	129 183	7 586	8 388	9 044
		MFT4	129 183	< 20	20	< 20
		MFT5	129 183	< 20	< 20	< 20

# Les éléments de pilotage : Préparation du cidre « à la mise »

- Filtration performante du cidre
  - La Microfiltration tangentielle (MFT)
    - Débit sur cidre ~ 40 l/h/m<sup>2</sup>
    - Reproductibilité de la qualité de filtration
  - Alternative : cartouche stérilisante (0,45µm) en aval de la filtration sur terre, quelques points restent à évaluer :
    - Dimensionnement vs débit
    - Quelle encrassement par la terre ?
    - Stérilisation du filtre (vapeur, chimique) ?



IFPC - INRA AU RHEU  
ACTIA



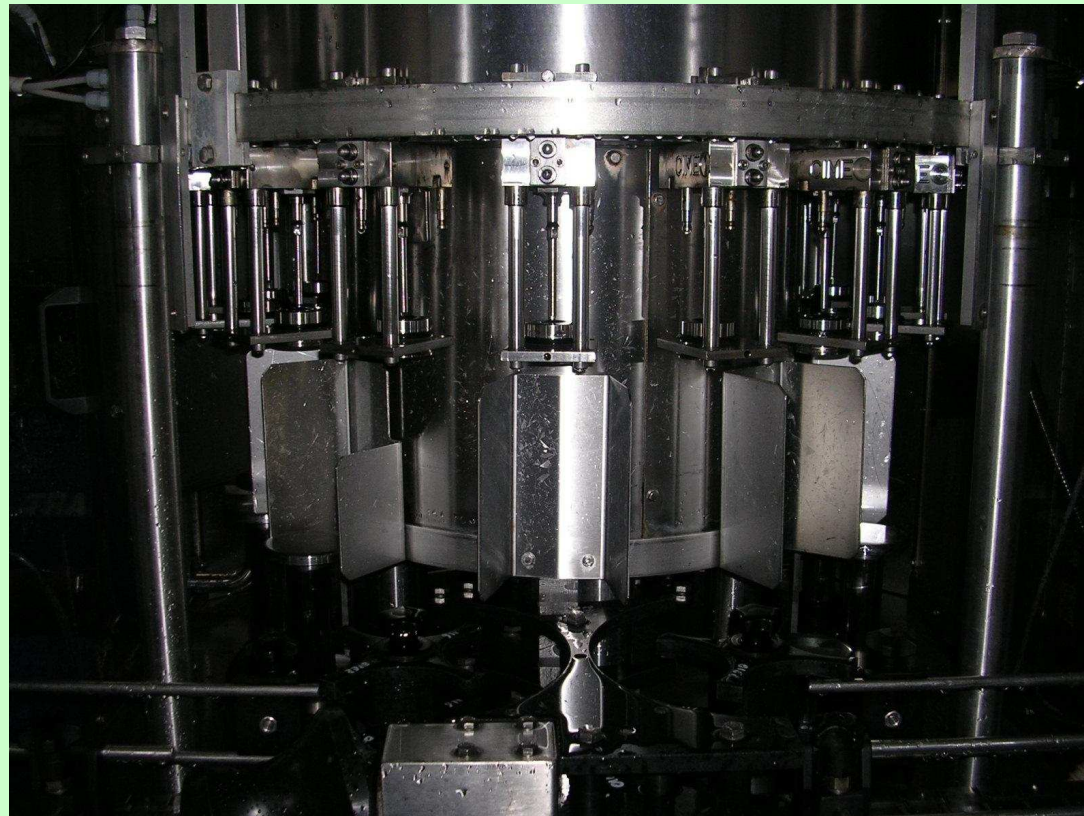
# Atelier sensoriel MFT

- Dégustation comparative de produits



# Les éléments de pilotage : Préparation du cidre « à la mise »

- Hygiène de la mise en bouteille
  - Diagnostic hygiène sur des tireuses isobarométriques par écouvillonnage





# Les éléments de pilotage : Préparation du cidre « à la mise »

- Hygiène de la mise en bouteille
  - Diagnostic hygiène sur des tireuses isobarométriques par écouvillonnage

Cidrier	Zone de Prélèvement	Bactéries Acétique	Bactéries Lactiques	Levures Totales	Levures Brett	Bactérie Zymomonas
Cidrier 1	Canule	123 439	167	107 556	<10	99
	Haut canule	477 273	10	231 481	<10	39
	Pièce pleine de joints	4 244	300	2 413	<10	397
	Snif mise à vide	215 008	3 721	1 148 148	40	51 452
	Snif mise à l'air	325 758	581	390 152	216	1 890
	Intérieur cloche	424 242	<10	249 453	30	202
	Eau de rinçage snif	259 470	1 938	253 788	570	1 749
Cidrier 2	Canule	225	1 153	4 346	<10	-
	Haut canule	<10	121	<10	<10	-
	Pièce pleine de joints	568	678	29 545	43	-
	Snif mise à vide	3 629	330	7 602	50	-
	Snif mise à l'air	11 783	20	34 644	100	-
	Intérieur cloche	40 869	38	538	19	-
	Eau de rinçage snif	51 720	22	940	824	-
Cidrier 3	Guide descente bec	<10	<10	19	<10	-
	Balayage de la tête, corps de la cloche	199	<10	707	1 027	-
	canule extérieure	69	<10	882	2 602	-
	Goupille du snif	5 122	99 635	5 696	<10	-
	Intérieur goupille	197	3 391	6 301	<10	-
	Trou de la goupille	36 311	10 400	74 752	<10	-
	Canule gaz de la tête	<10	<10	678	11	-

- Mauvais nettoyage / désinfection : présence de flores

# Les éléments de pilotage : Préparation du cidre « à la mise »

- Hygiène de la mise en bouteille
  - Diagnostic hygiène sur des tireuses isobarométriques par écouvillonnage

- Pas d'utilisation du matériel dédié : fausses bouteilles



- Rinçage souvent statique trempage dans la cloche + vidange par les becs.  
Amélioration possible par circulation des produits (recyclage) / chaleur (vapeur)

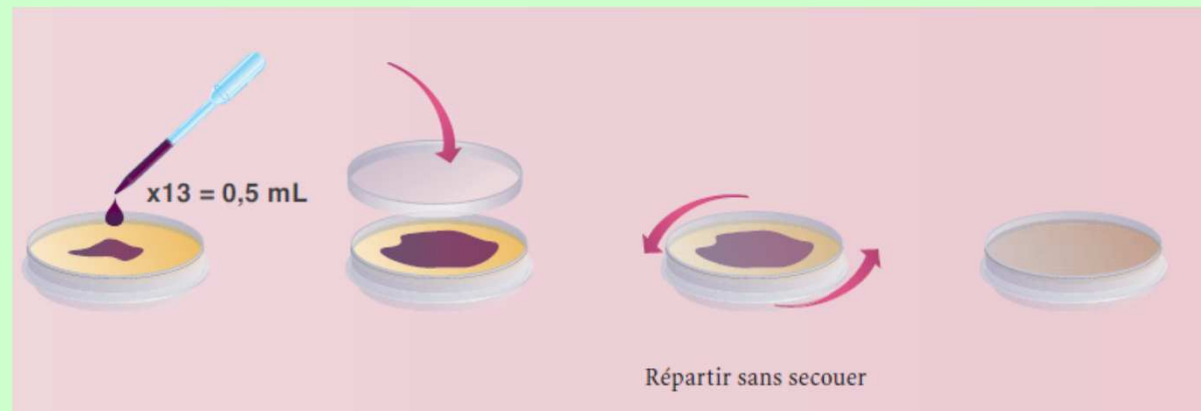
# Les éléments de pilotage :

## Tests de détection de la flore d'altération

- Présentation de différents tests utilisés en vin
  - PCR (IFV, ...)
  - Milieux de culture spécifiques
    - Sniff'brett (Intellioeno)
    - Kit Brett (Vivelys)



Sniff'Brett



# Les éléments de pilotage :

## Tests de détection de la flore d'altération

- Spécificité vs souches cidre
  - Test sur les souches cidricoles en collection INRA URC

	milieu oenodev		Sniff' Brett	
	croissance	odeur	trouble	odeur
<i>Brettanomyces anomalus</i> 1	++	++	++	++
<i>Brettanomyces anomalus</i> 2	++	++	++	++
<i>Brettanomyces anomalus</i> 3	++	++	++	++
<i>Saccharomyces uvarum</i>	-	-	+-	-
<i>Hanseniaspora valbyensis</i>	++	-	++	-
<i>Metschnikowia pulcherrima</i>	-	-	+	-
<i>Zymomonas</i>	-	-	-	-
bactérie lactique Lallemand Expertise S	-	-	-	-
bactérie acétique isolée du cidre non identifiée	-	-	-	-

- Bonne spécificité, seul faux positif de croissance Hv, mais pas d'odeur caractéristique

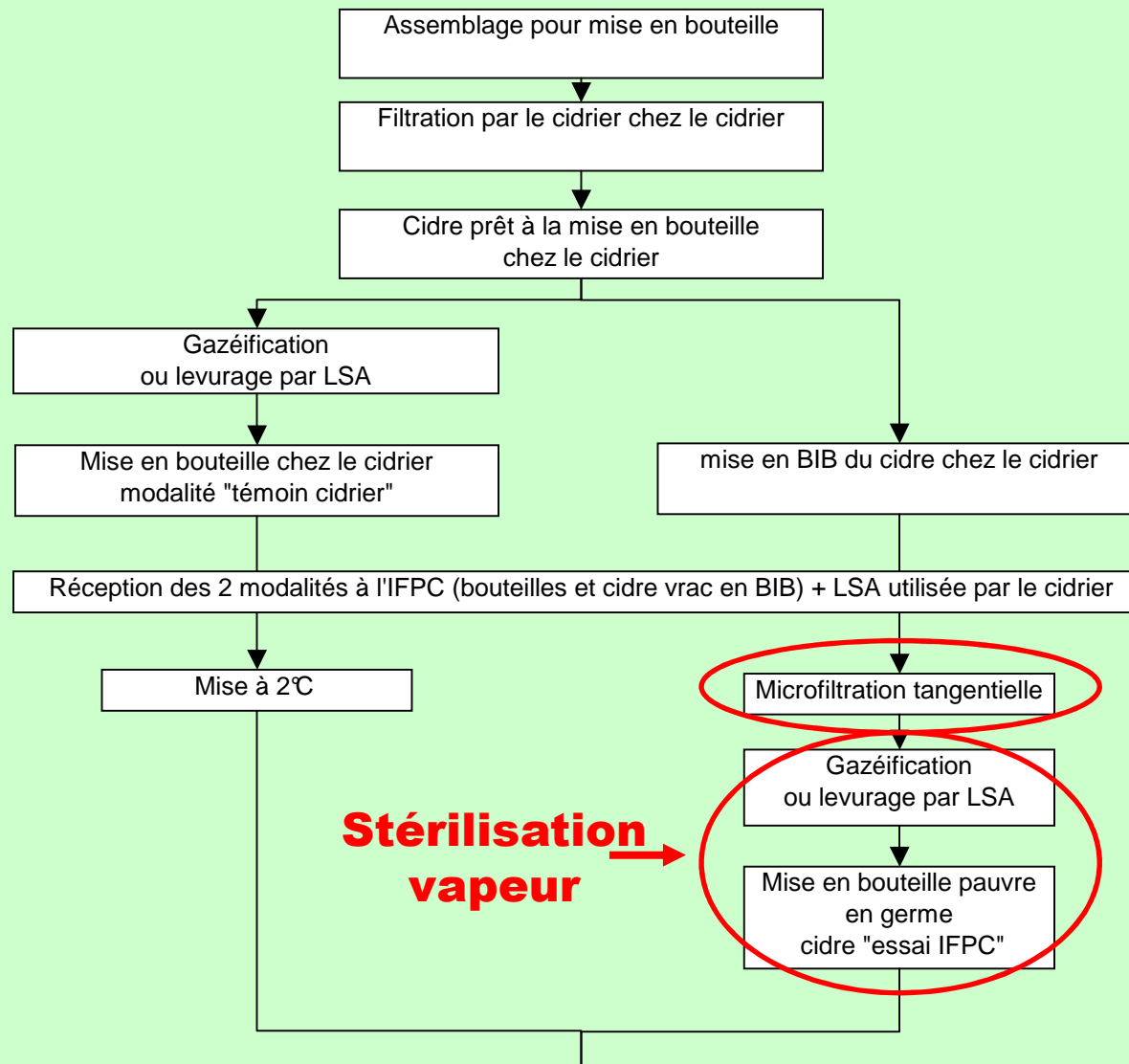
# Les éléments de pilotage :

## Tests de détection de la flore d'altération

- Comparaison test vs réalité
  - Test PCR positif dans plus de 80% des cas !
    - Confirme le caractère quasi récurrent de *Brettanomyces* dans les cidres à l'embouteillage !
  - Pas de corrélation entre les test et l'évolution après 6 mois de mise en bouteille :
    - Faux négatifs
    - Faux positif
  - Pistes d'explication :
    - Seuil des tests trop haut en population (faux négatifs)

# Les éléments de pilotage : Démonstration mise en bouteille

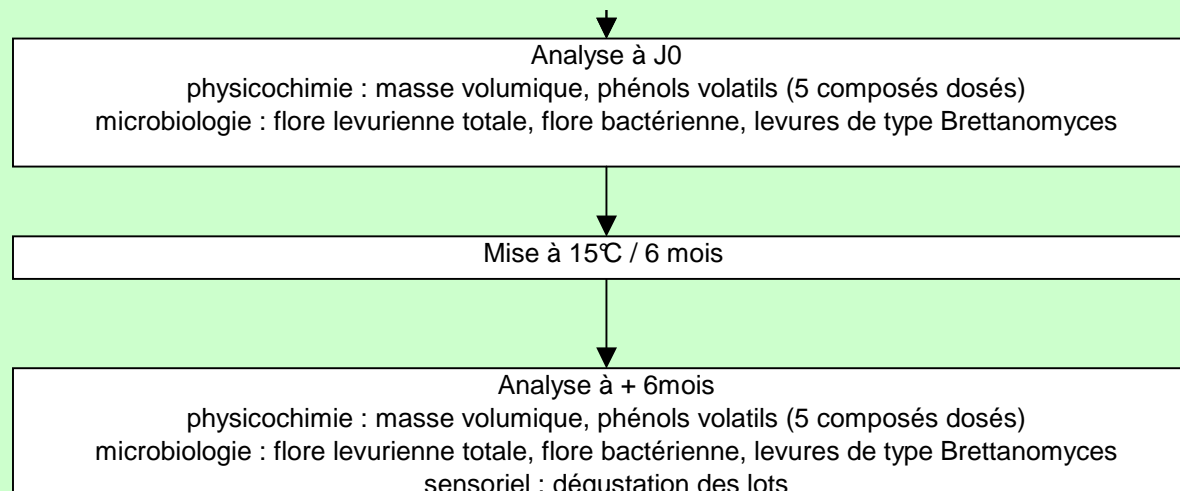
## « pauvre en germes »



# Les éléments de pilotage :

## Démonstration mise en bouteille

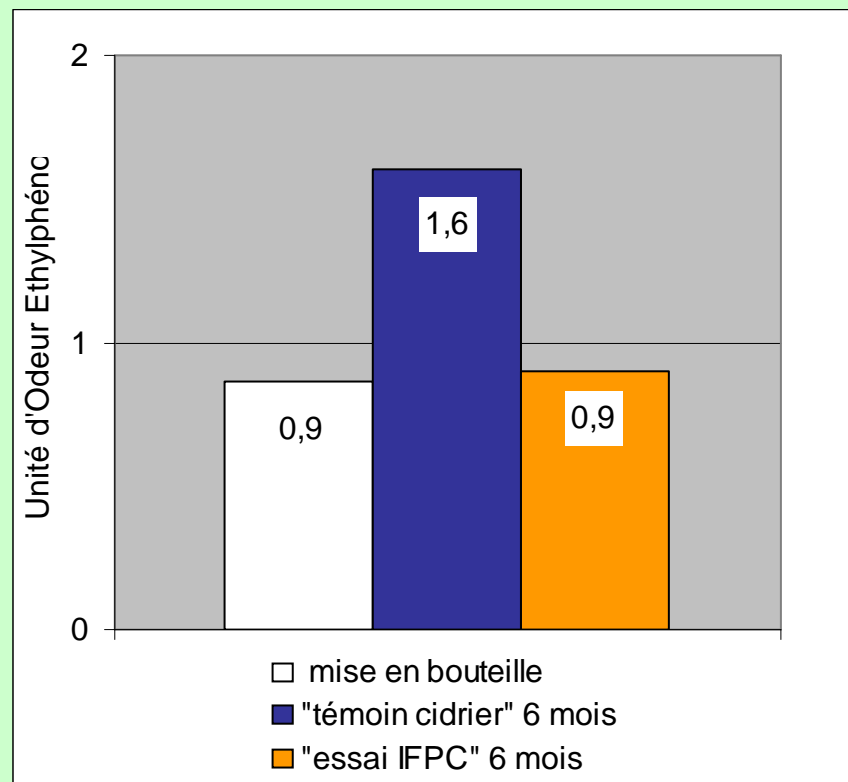
### « pauvre en germes »



# Les éléments de pilotage : Démonstration mise en bouteille

« pauvre en germes »

## • Les résultats



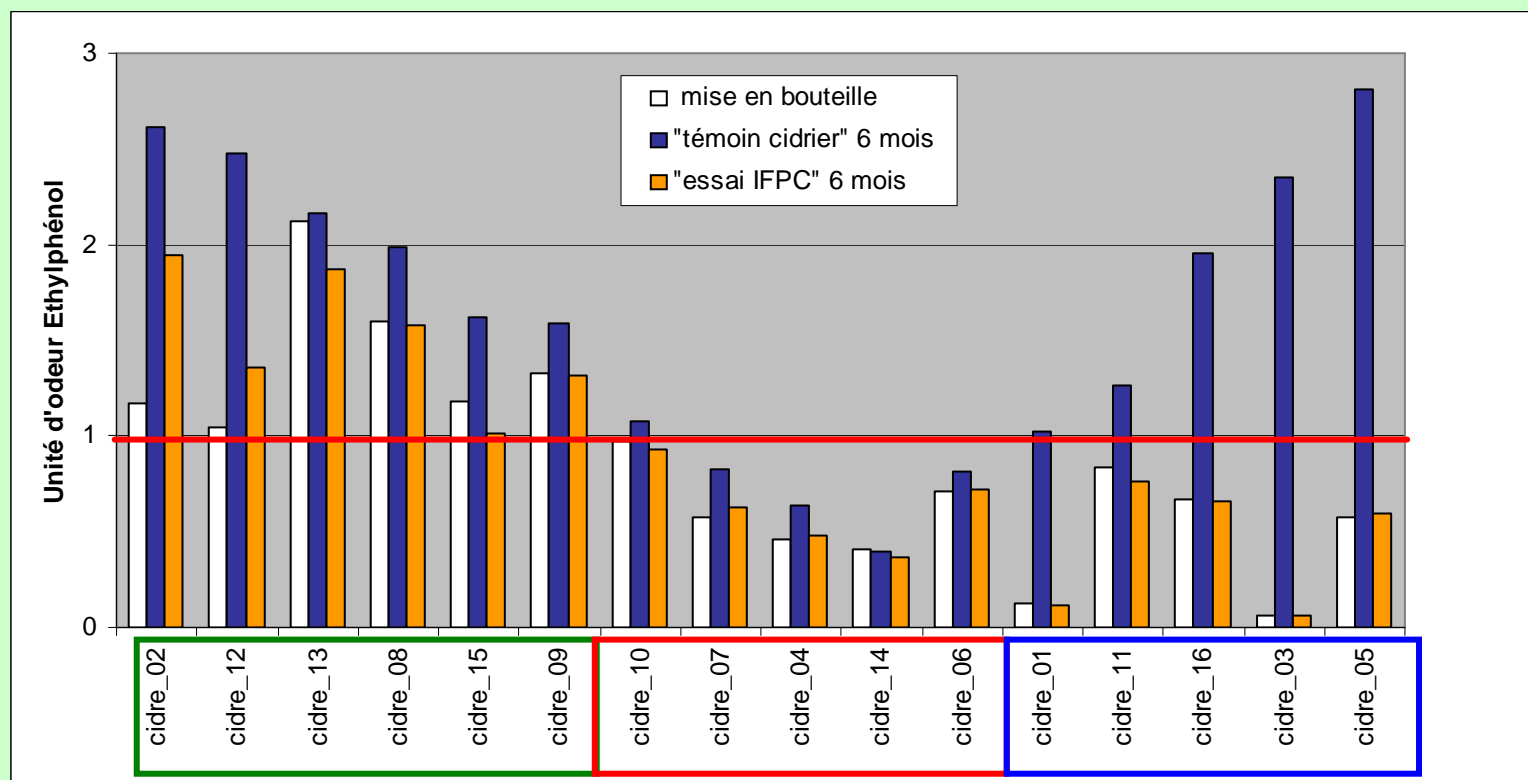
– Impact net du paquet technologique



# Les éléments de pilotage : Démonstration mise en bouteille

« pauvre en germes »

## • Les résultats dans le détail



# Conclusion :

## les phénols volatils ne doivent pas être une fatalité !



- En cuverie
  - Améliorer l'hygiène des cuves & transferts
  - Réduire les assemblages précoces
  - Abaisser la Température
- Traitement des assemblages
  - Filtration fine
- Conditionnement (saturation, embouteillage)
  - Hygiène poussée du matériel