



HAL
open science

Développement d'outils innovants pour le contrôle et la maîtrise de la fermentation alcoolique.

Vincent Farines, Jean-Roch Mouret, Sumallika Morakul, Maria Isabel Moenne Vargas, Jean-Marie Sablayrolles

► To cite this version:

Vincent Farines, Jean-Roch Mouret, Sumallika Morakul, Maria Isabel Moenne Vargas, Jean-Marie Sablayrolles. Développement d'outils innovants pour le contrôle et la maîtrise de la fermentation alcoolique.. 26. Congrès mondial de l'OIV, Jun 2013, Bucarest, Roumanie. hal-01837710

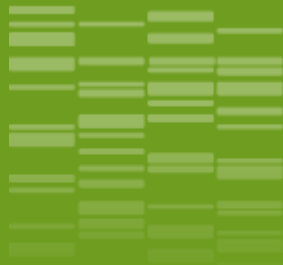
HAL Id: hal-01837710

<https://hal.science/hal-01837710>

Submitted on 6 Jun 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



DEVELOPPEMENT D'OUTILS INNOVANTS POUR LE CONTROLE ET LA MAITRISE DE LA FERMENTATION ALCOOLIQUE

Farines Vincent, Mouret Jean-Roch, Morakul Sumallika,
Moenne Maria Isabel, Sablayrolles Jean-Marie



CONTRÔLE ET MAÎTRISE DE LA FERMENTATION ALCOOLIQUE

Situation actuelle

→ De plus en plus de technologie dans les caves

Maîtrise de la température

Levurage

Automatisation de certaines opérations : remontages ...



Importance des paramètres techniques :

Achèvement des fermentations (problème des arrêts de fermentation)

Durée des fermentations (optimisation de l'utilisation des cuves)

Energie pour la régulation de température

Mais encore beaucoup d'imprévus :

Pas de prise en compte de la (grande) variabilité de la composition des moûts

Suivi imprécis du déroulement de la fermentation

CONTRÔLE ET MAITRISE DE LA FERMENTATION ALCOOLIQUE

Intérêt du suivi en ligne de la fermentation



Précision – vitesse de fermentation

Intérêt microbiologique

Intérêt technologique

Suivi en ligne

CO₂, densité, réfractométrie

Premiers capteurs industriels

Base de données

Contrôle à distance

Pilotage de la fermentation

Contrôle cuve par cuve

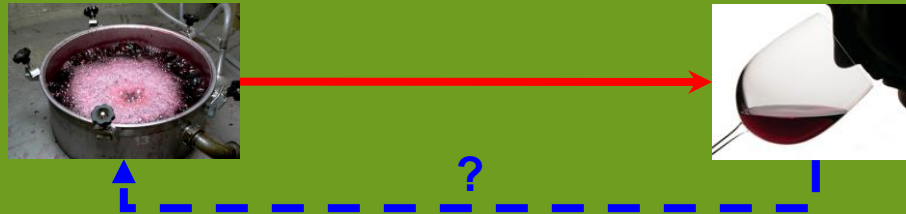
Prise en compte de la variabilité

CONTRÔLE ET MAÎTRISE DE LA FERMENTATION ALCOOLIQUE

Intérêt de la prise en compte de « molécules marqueurs »

➔ **Principal objectif : qualité du vin**

Dégustation : difficile, long, imprécis



De plus en plus de 'marqueurs de qualité'. Style des vins partiellement mesurable

Importance des composés aromatiques :

- Variétaux : liés au cépage, libérés par la levure
- **Fermentaires**
- Elevage : réactions post-fermentaires

Important dans les vins jeunes
Les plus abondants

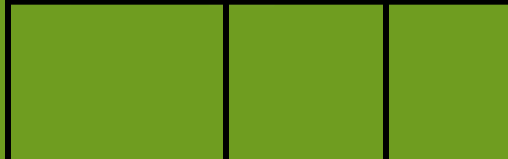
Cet exposé :

Nouvelles approches : suivi en ligne alcools supérieurs – esters
: apport d'oxygène par diffusion

pour le contrôle, la maîtrise et la compréhension de la fermentation alcoolique

Suivi en ligne : dispositif

Lignes chauffées



Sélecteur de vannes



Fermenteurs : 10 ou 100 L

Piège froid - CPG



Analyse des composés

- carbonés = détecteur FID
- soufrés = détecteur FPD

→ Fréquence maximale d'analyse : 1 h

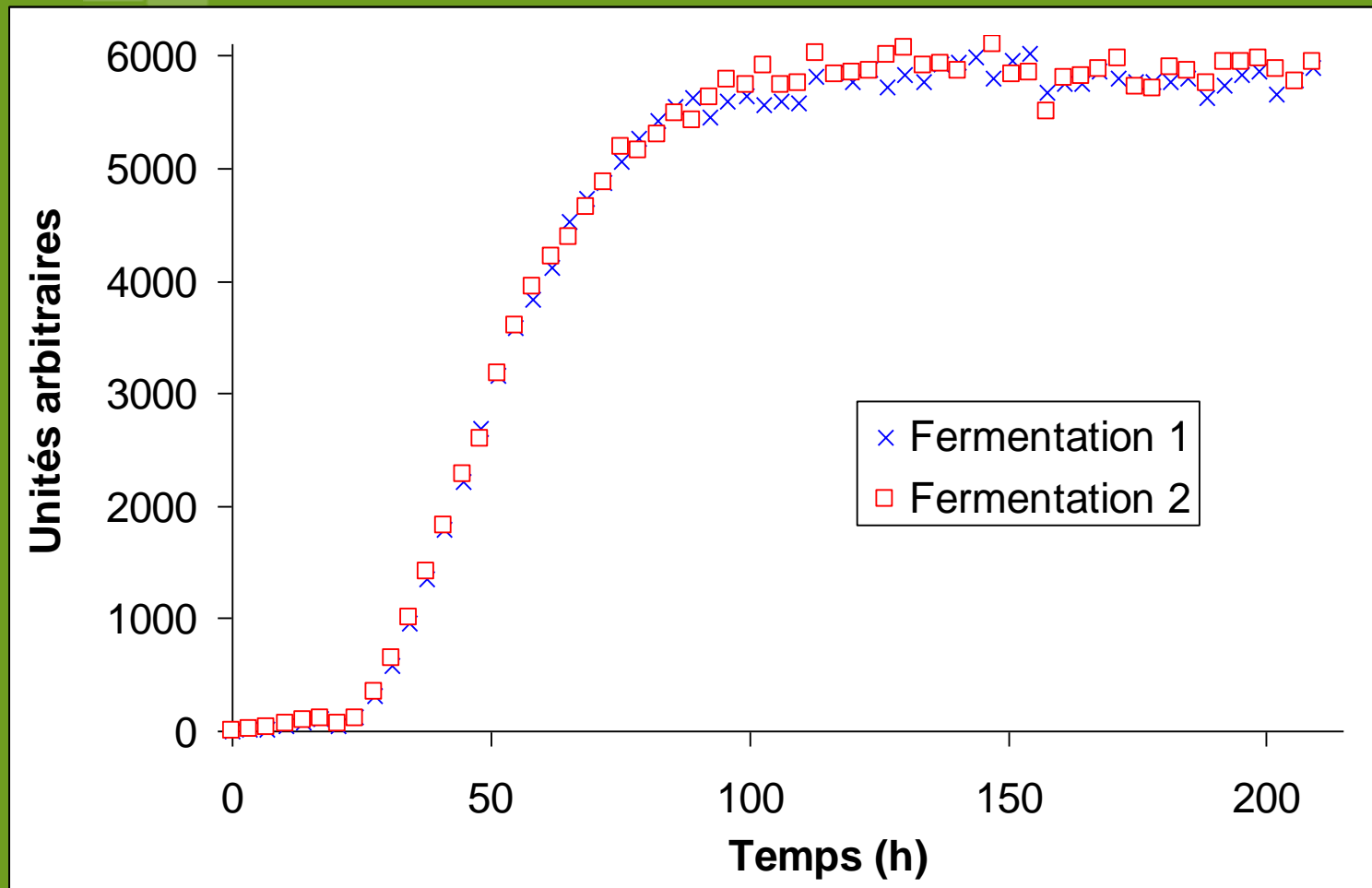
Suivi en ligne : composés carbonés analysés

Famille chimique	Composé	Intérêt métabolique ou organoleptique
Aldéhyde	Aldéhyde	<i>Intérêt métabolique important</i>
Alcools supérieurs	Propanol	<i>Dérivés du métabolisme des céto-acides et du métabolisme azoté</i>
	Isobutanol	
	Alcool isoamylique	
	2-Phényléthanol	
Esters	Acétate d'isobutyle	<i>Métabolisme des céto-acides Impact organoleptique</i>
	Acétate d'isoamyle	
	Acétate de 2-phényléthyle	
	Acétate d'éthyle	<i>Le plus abondant</i>
	Butyrate d'éthyle	<i>Métabolisme des acides gras Impact organoleptique</i>
	Hexanoate d'éthyle	
	Octanoate d'éthyle	
	Décanoate d'éthyle	
	Dodécanoate d'éthyle	
	Acétate d'hexyle	<i>Autres esters</i>
Diéthyl succinate		

+ composés soufrés : H₂S, MeSH, CS₂,...

Suivi en ligne : reproductibilité

Exemple de l'acétate d'éthyle

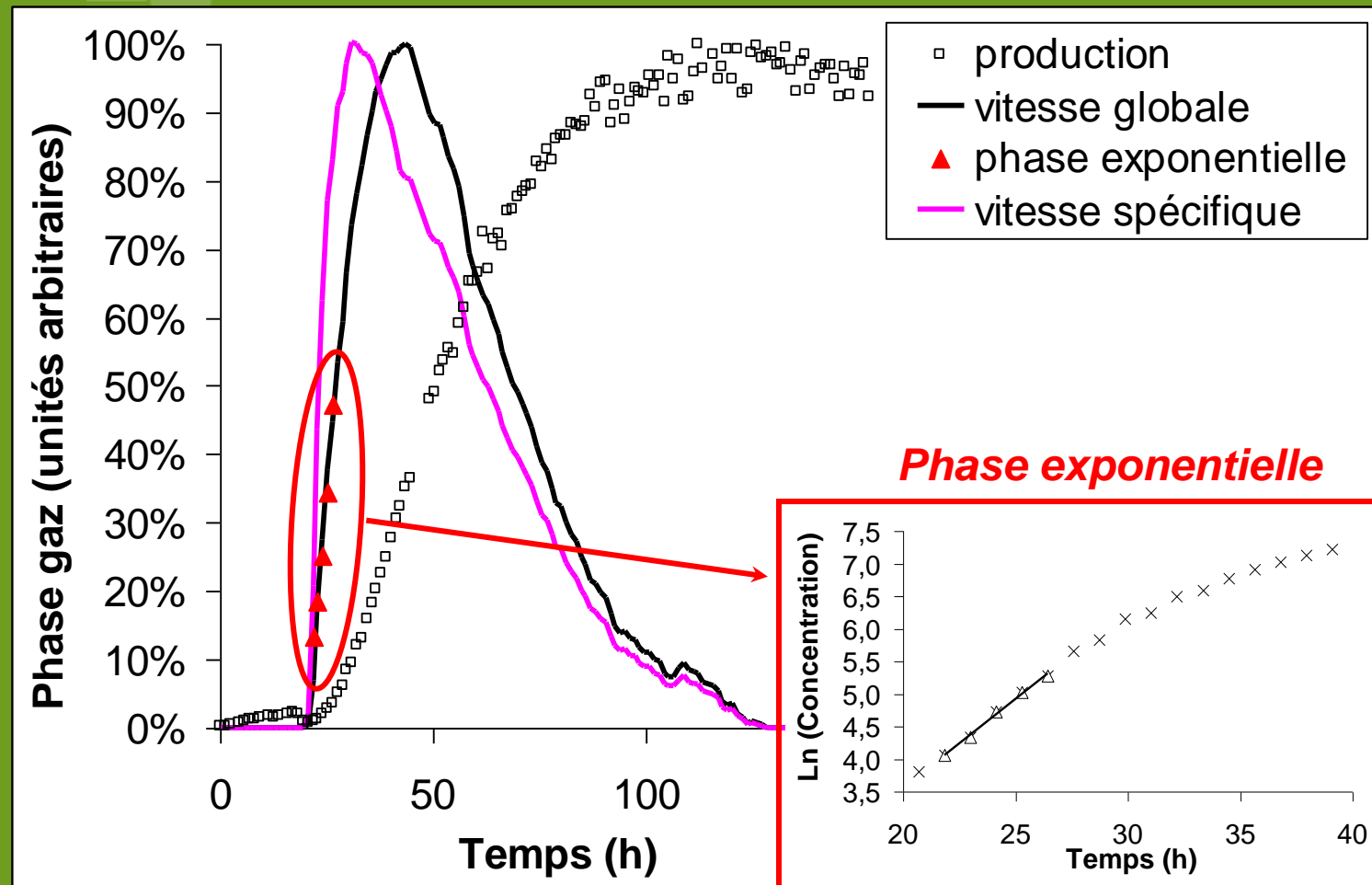


→ Très bonne reproductibilité

(Erreur moyenne inférieure à 7% pour 15 composés)

Suivi en ligne : précision - calcul des vitesses

Exemple de l'acétate d'éthyle



➔ Grande fréquence d'analyses

Acquisition des vitesses globales et spécifiques
(flux métaboliques)

Suivi en ligne : synthèse - chronologie

Groupe	Composé	Début Synthèse (h)	Production (%) Pendant la phase de croissance	Phase expo. Début (h)	Phase expo. Fin (h)	Temps pour vitesse de production spécifique max (h)
Alcools supérieurs	Propanol	19	97%	23	25	26
	Isobutanol	19	44%	-	-	30
	Isoamyl alcool	19	35%	-	-	28
Esters d'acétate	Isobutyl acetate	28	39%	22	25	29
	Isoamyl acetate	32	28%	22	26	34
Esters d'éthyle	Ethyl acetate	32	28%	22	26	33
	Ethyl butyrate	34	21%	22	26	36
	Ethyl hexanoate	29	57%	23	28	32
	Ethyl octanoate	28	71%	24	28	30
	Ethyl decanoate	30	24%	24	28	29
Cellules et CO ₂	Cellules	15	90%	11	23	17
	CO ₂	29	25%	16	23	29

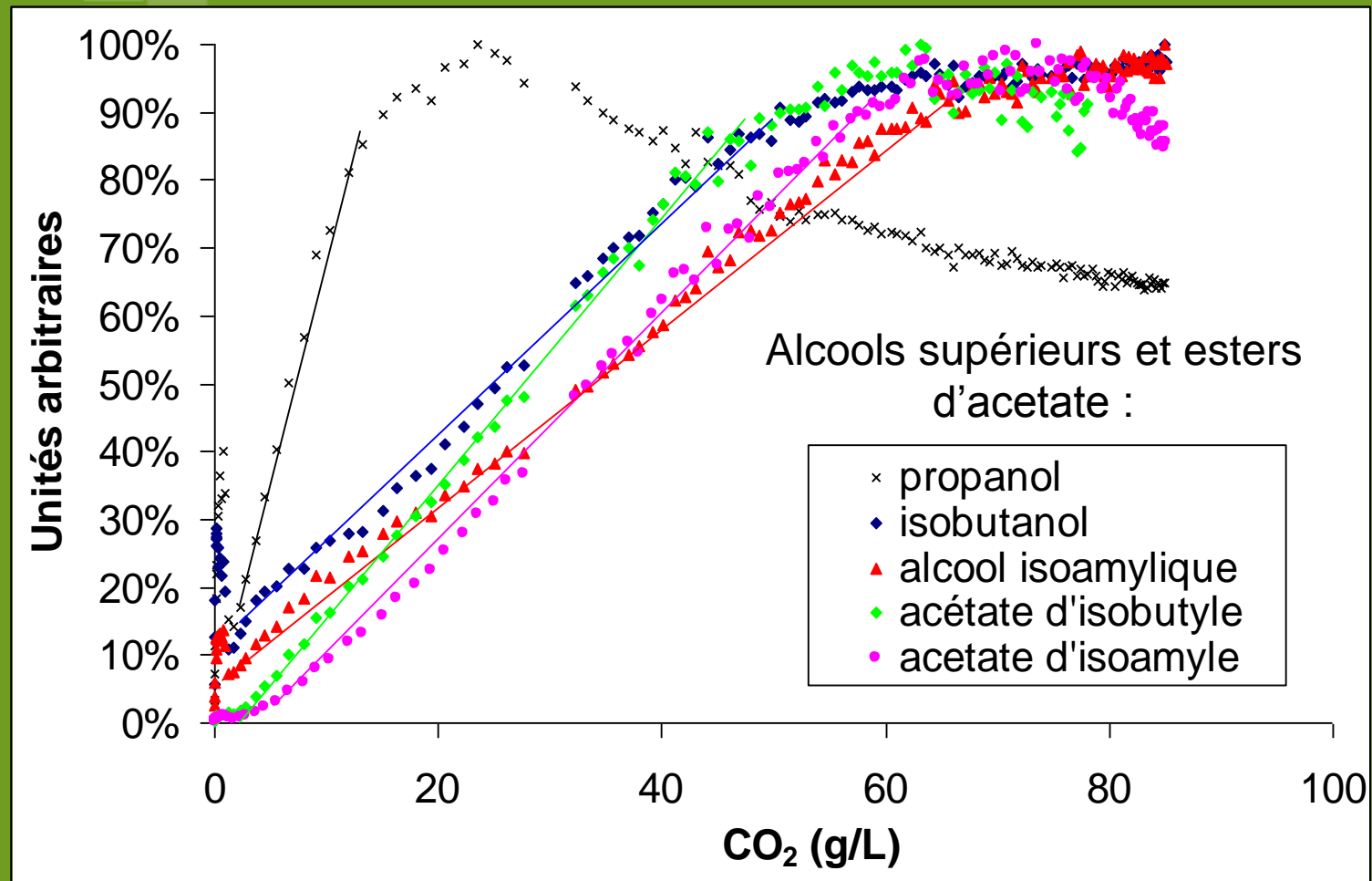
→ Synthèse des alcools supérieurs avant les esters d'acétate

→ Phases exponentielles simultanées et très courtes

→ Propanol: seul composé entièrement produit pendant la phase de croissance

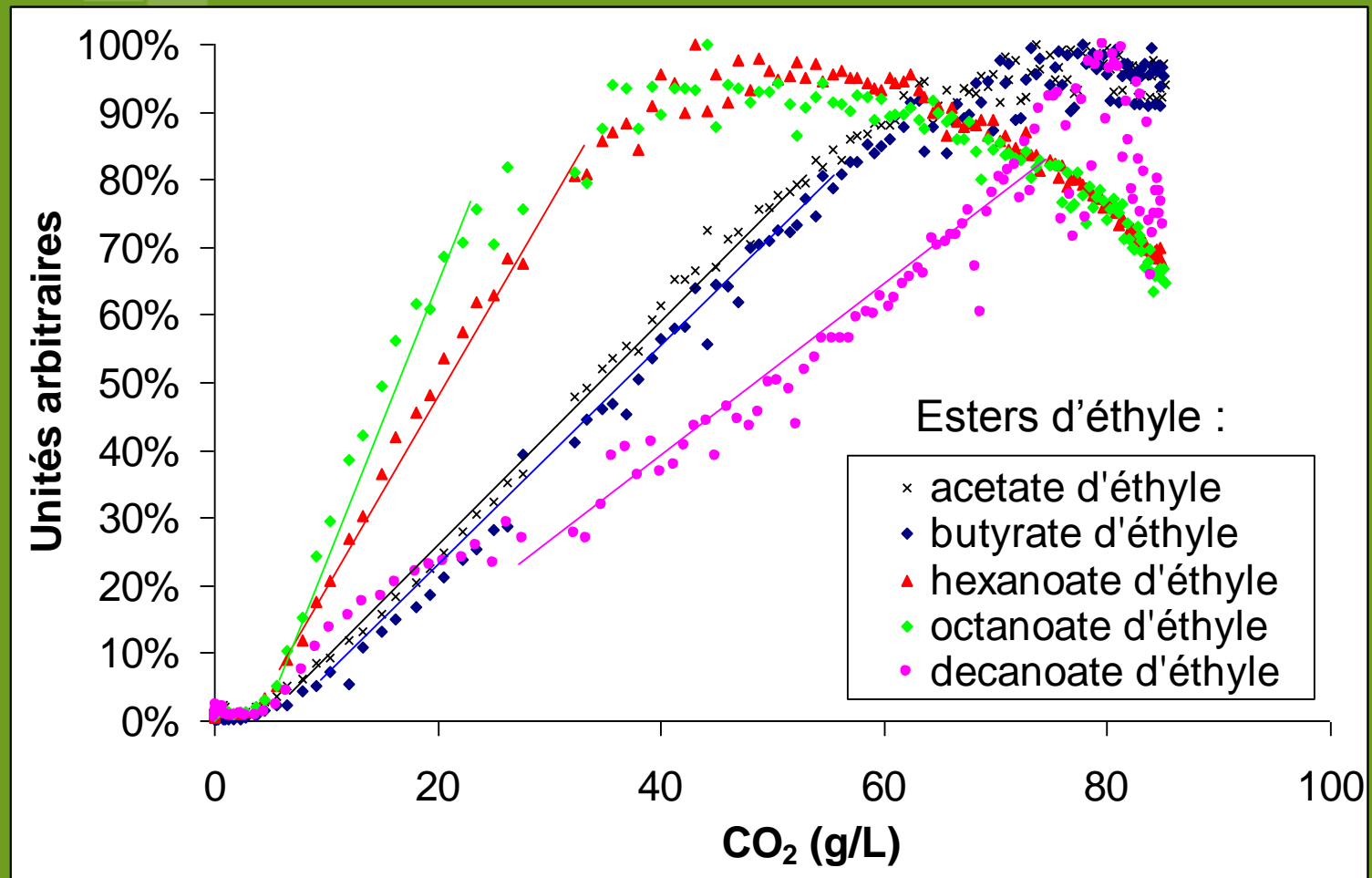
→ Vitesses spécifiques maximales atteintes simultanément

Suivi en ligne : synthèse – relation avec la réaction principale



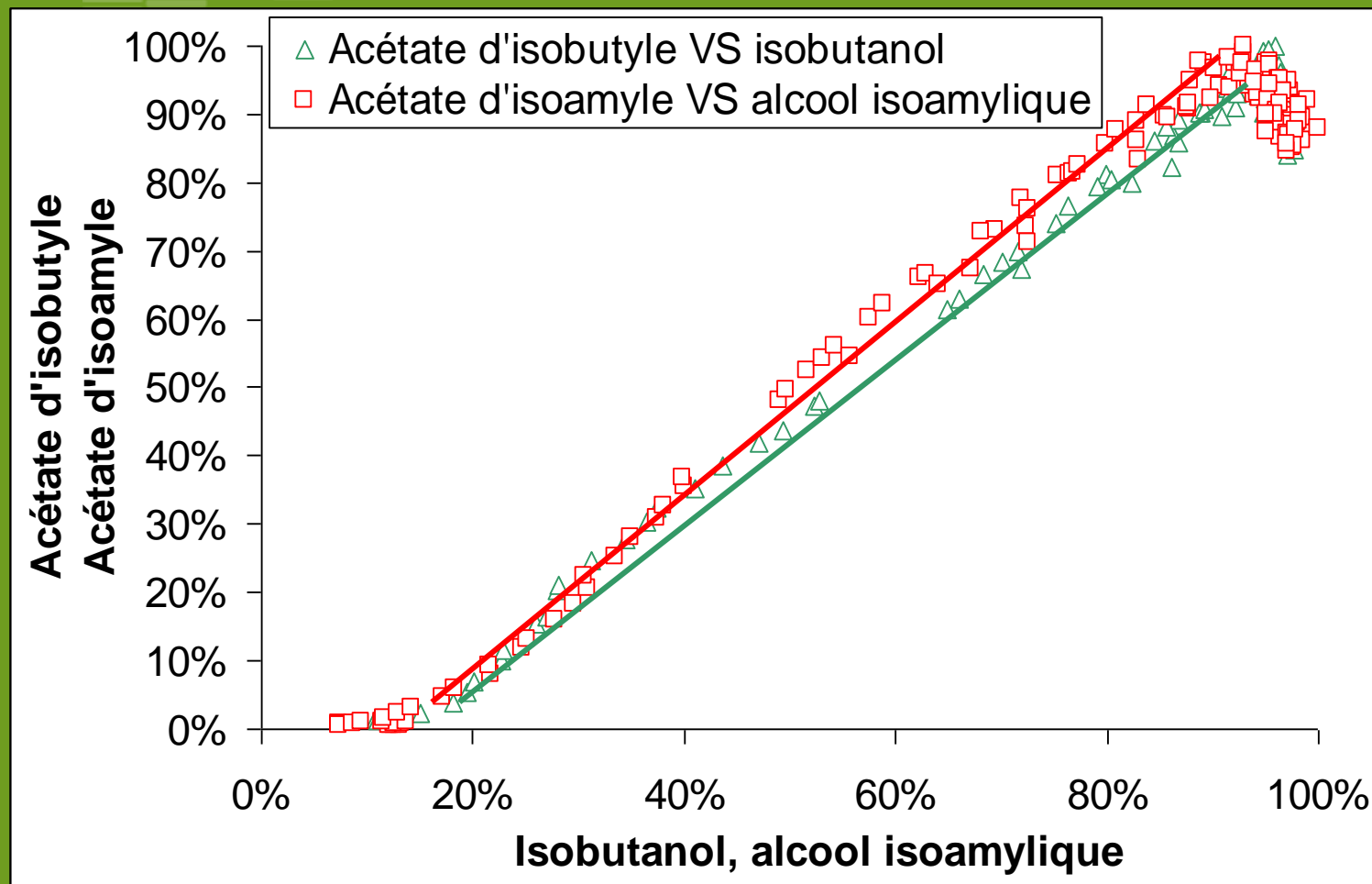
➔ Rendement quasi-constant pendant la phase de production

Suivi en ligne : synthèse – relation avec la réaction principale



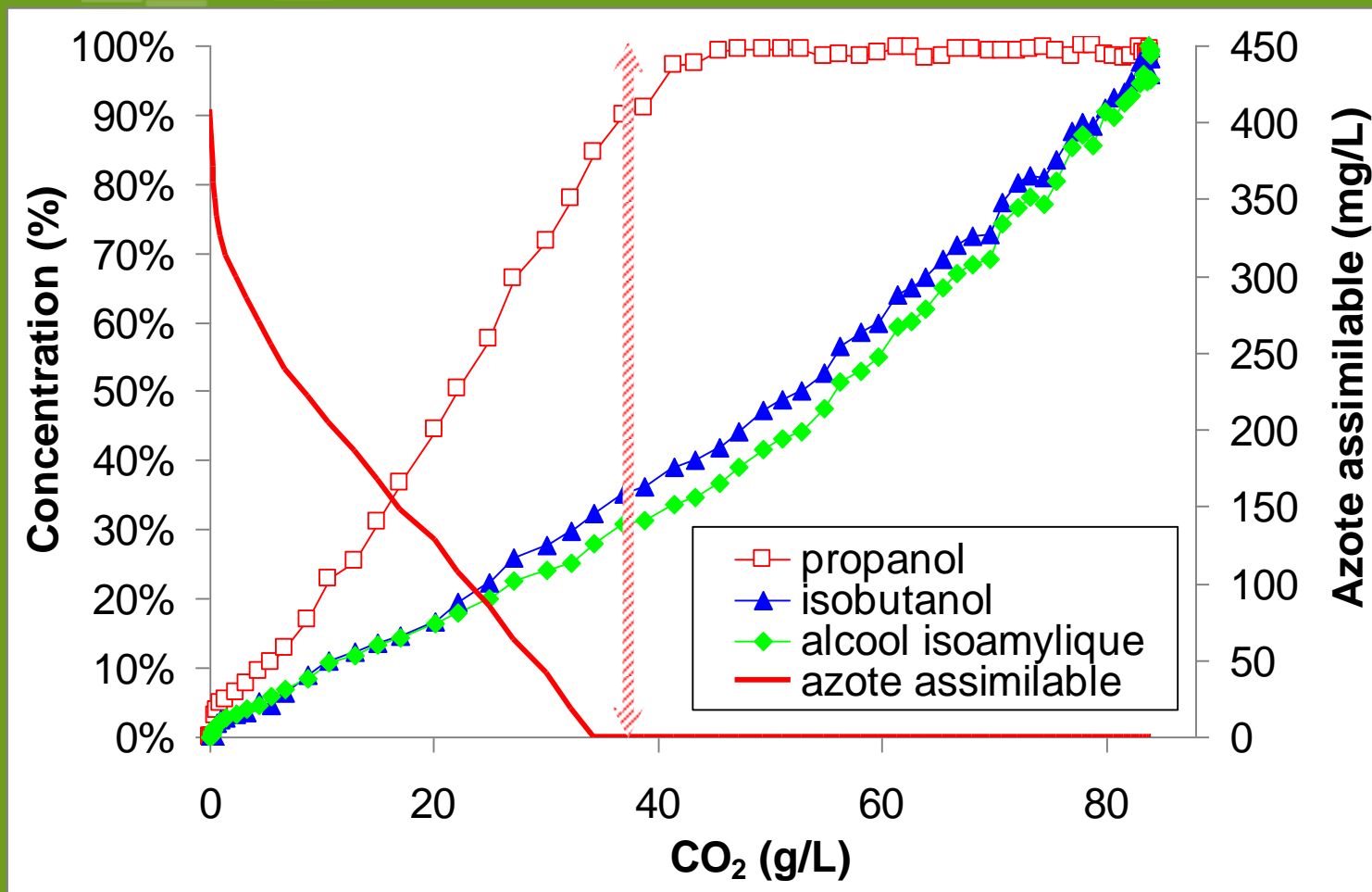
➔ Rendement quasi-constant pendant la phase de production – décalage initial

Suivi en ligne : synthèse - chronologie



➔ Rendement constant entre ester d'acétate et alcool supérieur précurseur

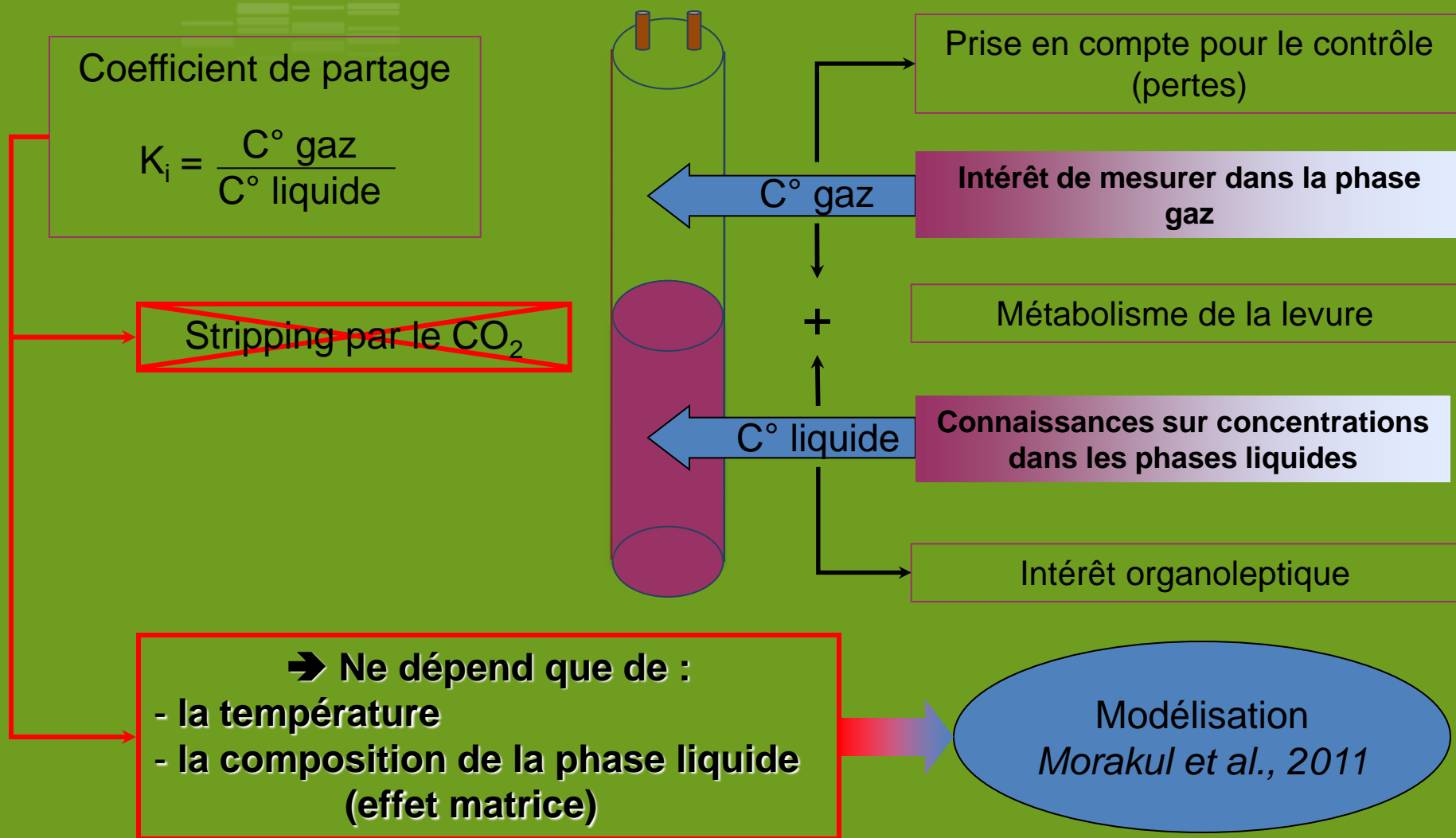
Suivi en ligne : synthèse – relation avec le métabolisme azoté



➔ Propanol : arrêt de la synthèse lors de l'épuisement en azote

➔ Autres alcools supérieurs : poursuite de la synthèse après l'épuisement en azote

Suivi en ligne : Importance de la prise en compte de la phase gaz



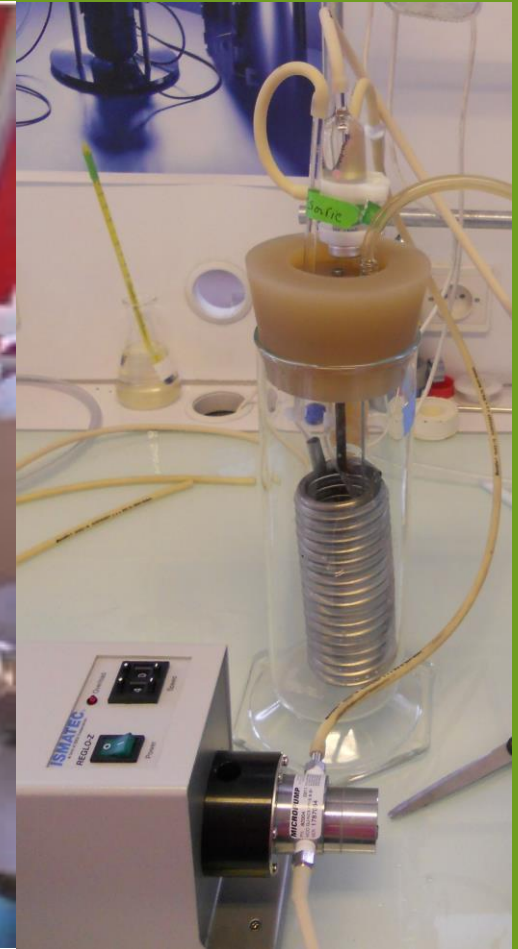
Suivi en ligne : calcul des pertes

Composé	T° de FA (°C)	Production totale (mg/L)	[] _{finale} dans le vin (mg/L)	Pertes (%)
Isobutanol	20°C	26,3	26,2	0,55
	30°C	28,2	27,9	1,33
Acétate d'isoamyle	20°C	15,1	11,3	24,7
	30°C	10,3	5,98	41,9
Hexanoate d'éthyle	20°C	1,59	0,92	42,5
	30°C	1,22	0,37	69,4

→ Pertes négligeables pour les alcools supérieurs étudiés

→ Pertes jusqu'à plus de 60% de la production totale pour certains esters

Ajout d'oxygène : dispositif



Ajout d'oxygène : caractérisation

$$\frac{dO_2}{dt} = K_L \times a \times (C^* - C)$$

Concentration en O₂ dans le milieu = 0 pendant la FA

Vitesse d'ajout d'oxygène = OTR

Coefficient de transfert de matière

Concentration à saturation :
= f (T, C_{glucose}, C_{fructose}, C_{éthanol})
Modèle de Saa et al., 2012

Aire interfacique d'échange gaz-liquide ≈ surface du tube de silicone

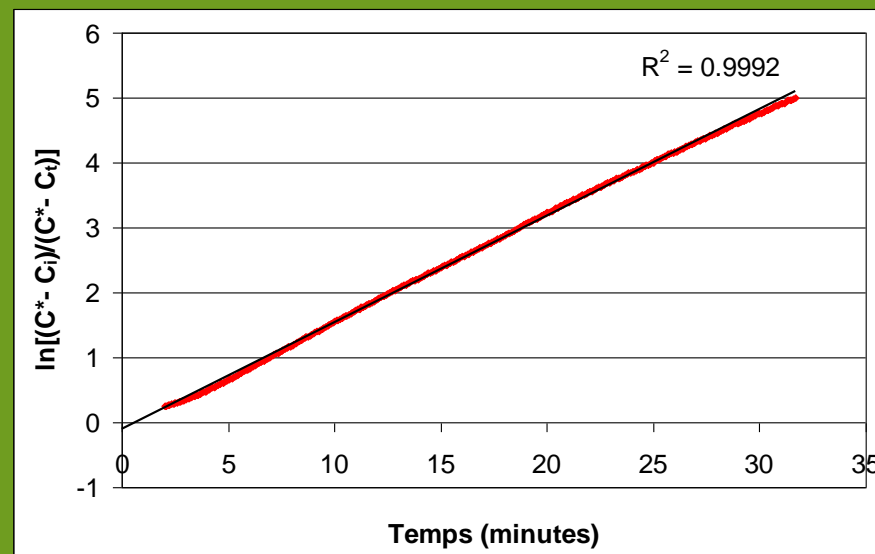
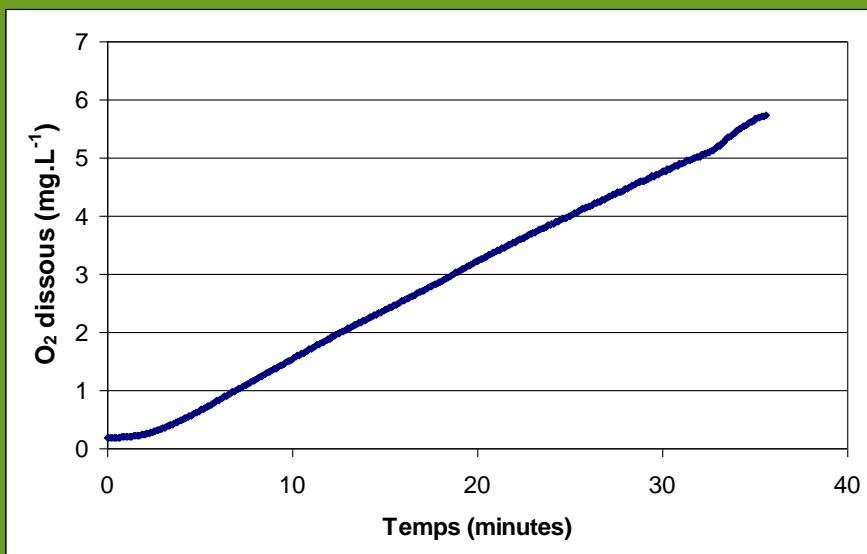
Ajout d'oxygène : caractérisation

$K_L \cdot a$ est déterminé par cinétique conventionnelle de saturation

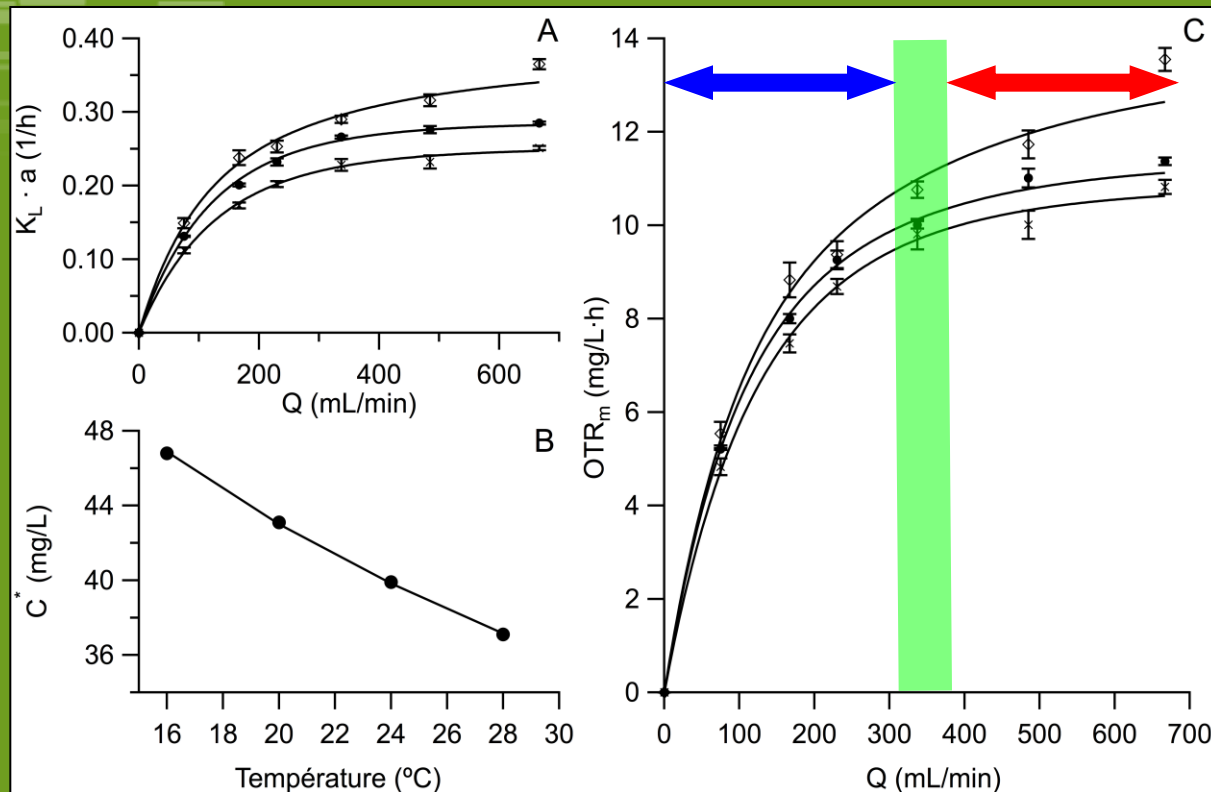
$$\frac{dO_2}{dt} = K_L \times a \times C^*$$



$$\ln \left(\frac{C^* - C_i}{C^* - C_t} \right) = K_L \times a \times t$$

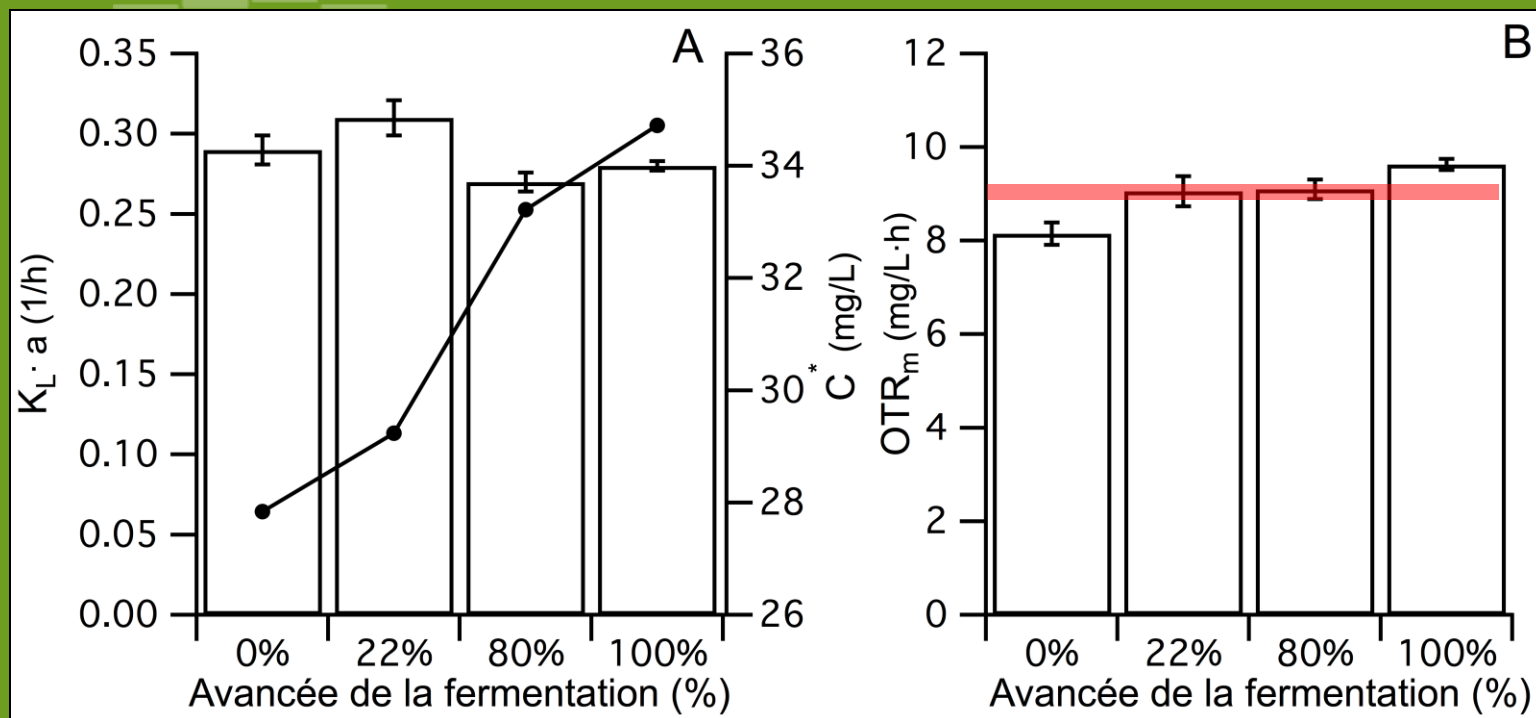


Ajout d'oxygène : caractérisation



- En régime laminaire ($Q < 300-400 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$) : augmentation de OTR avec Q
En régime turbulent ($Q > 300-400 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$) : moindre augmentation de OTR avec Q
- Quand la température augmente : C^* diminue
 $K_L \cdot a$ augmente

Ajout d'oxygène : caractérisation



→ On peut estimer OTR pendant la fermentation alcoolique en prenant une valeur moyenne de l' OTR (—)

NB : pour des conditions de débit de liquide et de température fixés

→ Pas d'effet du CO_2 sur OTR (résultats non montrés)

Ajout d'oxygène : modélisation

$$\text{OTR} = K_L \times a \times (C^* - C)$$

a : fonction de la longueur du tube de silicone et du volume de solution à oxygéner (V)

$$a = \frac{\pi \times d_{in} \times L}{V}$$

avec respectivement, d_{in} et L le diamètre interne et la longueur du tube de silicone

C^* : calculé avec le modèle de Saa *et al.*, 2012.

La valeur de C^* permet de prendre en compte l'effet de la pression partielle d'oxygène sur rO_2

$C = 0$: pas d'accumulation d'oxygène dans le fermenteur durant la fermentation

K_L approché par le nombre de Sherwood number pour le liquide circulant dans le tube :

$$\text{Sh} = \frac{K_L \times d_{out}}{D}$$

avec D , la diffusivité de l'oxygène dans le milieu liquide (calculée avec l'équation de Wilke et Chang)

Ajout d'oxygène : modélisation

$$\text{OTR} = K_L \times a \times (C^* - C)$$

✓ Effet du débit de liquide

Pris en compte par le nombre de Reynolds pour le liquide circulant dans le tube :

$$\text{Re} = \frac{v_L \times d_{in} \times \rho}{\mu}$$

✓ Effet de la température :

évolution de ρ (kg.m^{-3}) et μ (Pa.s) avec ce paramètre

$$\rho = -0.25 \times T + 1009.22$$

$$R^2 = 0.9953$$

$$\mu = -2.41 \times 10^{-5} \times T + 1.53 \times 10^{-3}$$

$$R^2 = 0.9979$$

avec T la température en °Celsius

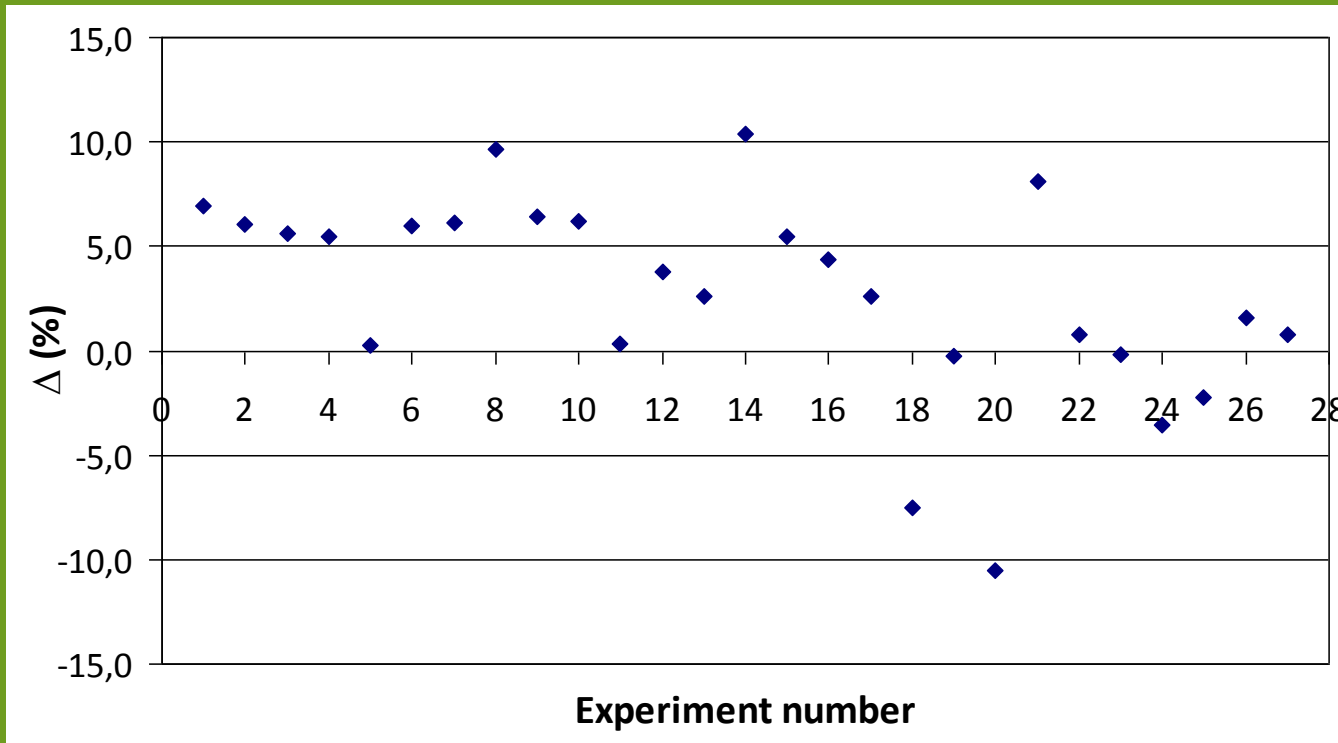
$$\text{Sh} = 1.04 \times \text{Re}^{0.44}$$

$$\text{OTR} = 1.04 \times \frac{\left(\frac{v_L \times d_{in} \times (-0.25 \times T + 1009.22)}{-2.41 \times 10^{-5} \times T + 1.53 \times 10^{-3}} \right)^{0.44} \times D}{d_{out}} \times \frac{\pi \times d_{in} \times L}{V} \times (C^* - C) \times 3600$$

Ajout d'oxygène : validation du modèle

27 essais d'absorption dans différentes conditions pour valider le modèle :

- ▶ Milieu : moût, vin ou des solutions intermédiaires (différents avancements de la FA)
- ▶ Q_L : 75 à 650 mL.min⁻¹
- ▶ T° : 18 à 28°C
- ▶ Gaz : air ou oxygène pur
- ▶ Longueur du tube : 0.4 à 3.1 m



$$\Delta = \frac{|\text{OTR mesuré} - \text{OTR calculé}|}{\text{OTR mesuré}} \times 100$$

→ Très bonne prédiction des valeurs de $K_L \cdot a$ obtenues par le modèle avec un erreur moyenne relative de 4.6% sur les 27 essais de validation

Suivi en ligne et Ajout d'oxygène en *tandem*



① Sous forme de "pulse" = 10 mg/L en 70 min

Longueur du tube de silicone	3.1 m
Débit de liquide	325 ml.min ⁻¹
Température	28 °C
Gaz	Oxygène pur
Débit de gaz	0.5 L .min ⁻¹

② De façon continue = 10 mg/L en 40 h

Longueur du tube de silicone	0,4 m
Débit de liquide	325 ml.min ⁻¹
Température	28 °C
Gaz	Air
Débit de gaz	0.5 L .min ⁻¹

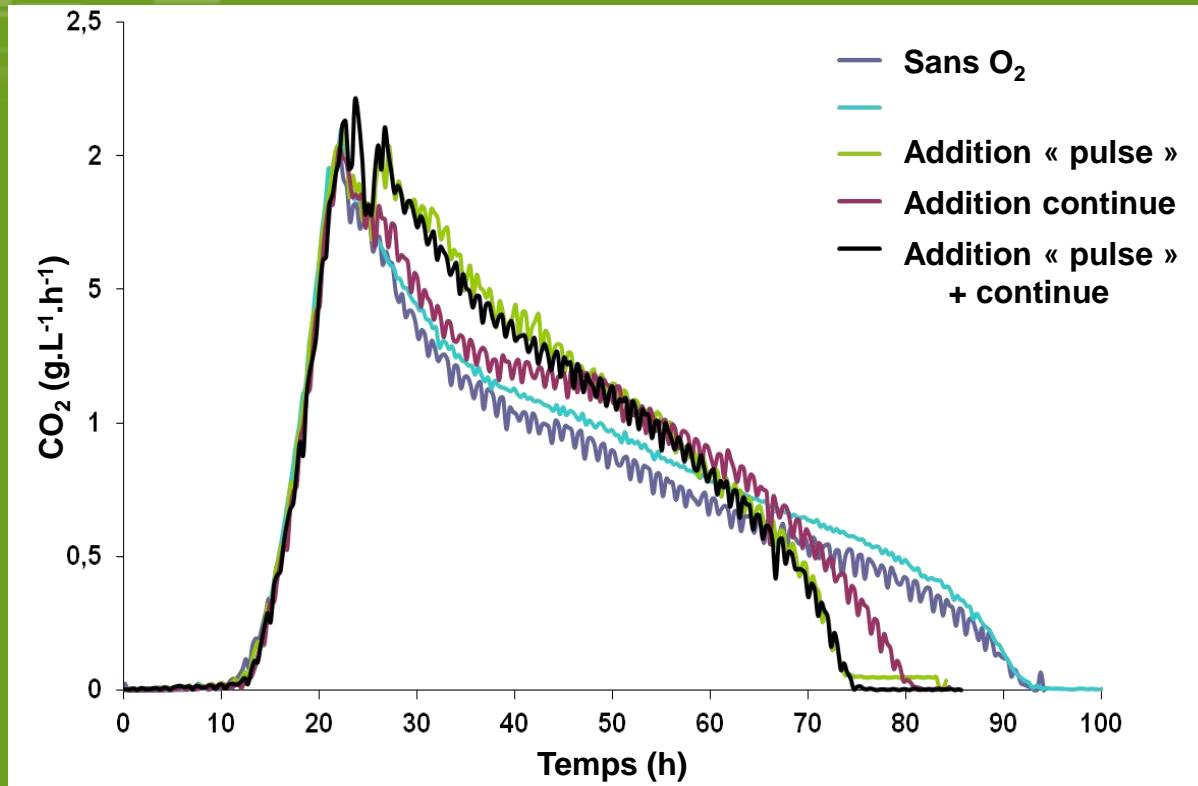
③ Combinaison de 2 + 3

Etude des stratégies d'apport d'oxygène sur la synthèse des alcools supérieurs, des esters et de l'H₂S

Sucre	180 g.L ⁻¹
N _{assimilable}	250 mg.L ⁻¹
F _{anaérobie}	1/4
LSA	UCD522

Suivi en ligne et Ajout d'oxygène en *tandem*

Cinétiques de fermentation

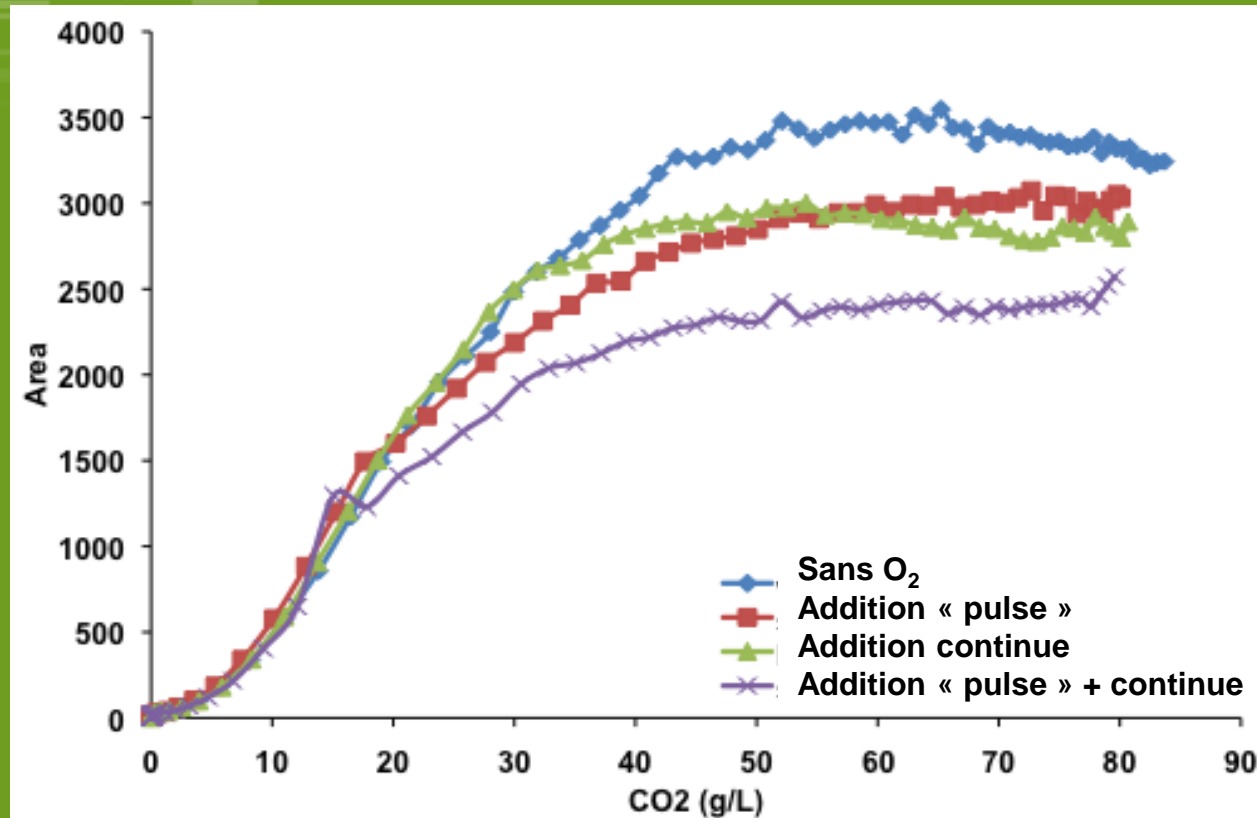


➔ A dose d'oxygène identique (10 mg.L⁻¹), l'addition sous forme de "pulse" est plus efficace que l'addition continue pour réduire la durée de la fermentation

➔ Le cumul des additions d'oxygène sous forme de "pulse" et continue a le même effet que l'addition sous forme de pulse sur la cinétique fermentaire.

Suivi en ligne et Ajout d'oxygène en *tandem*

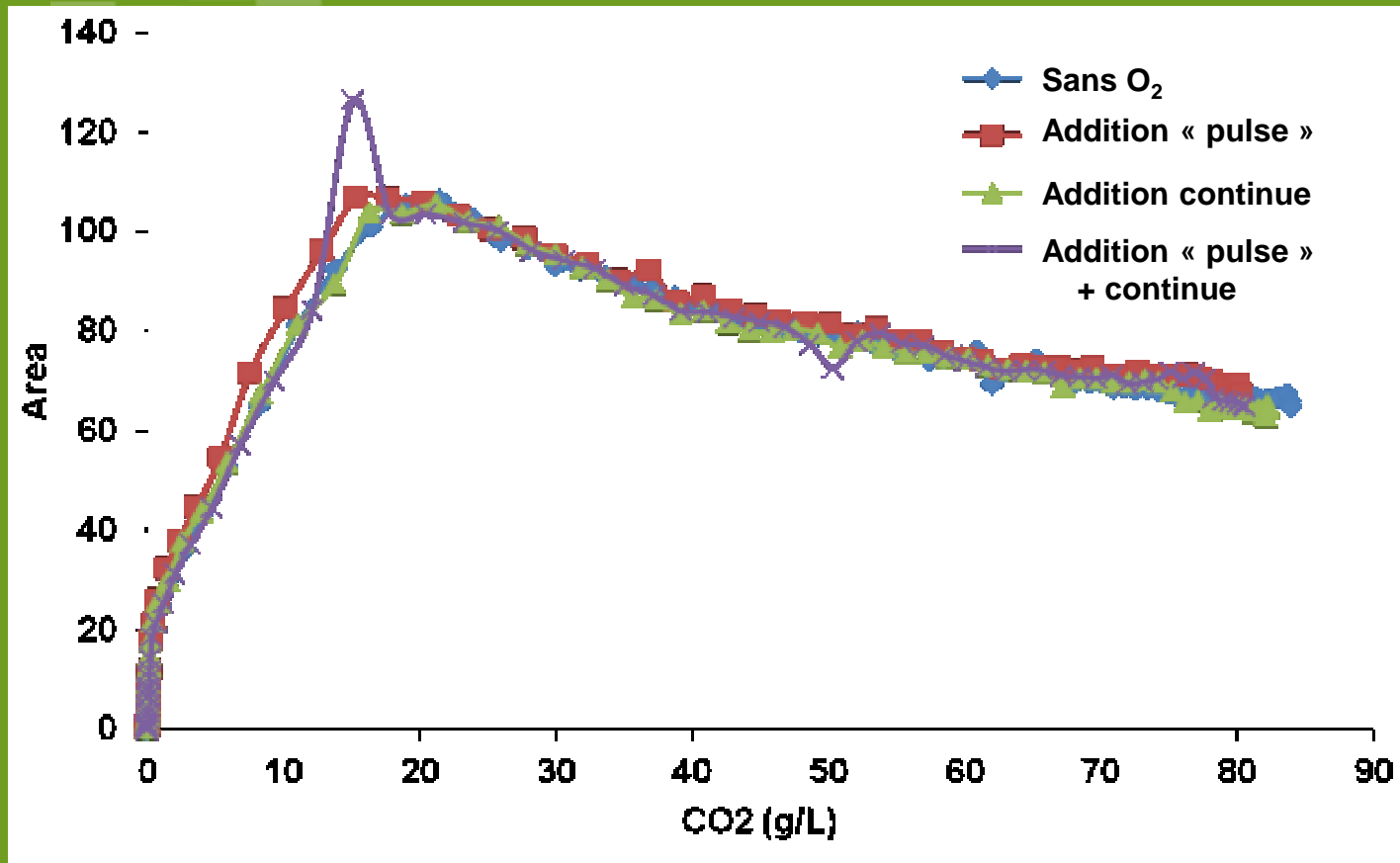
Exemple d'impact des stratégies d'oxygénation sur l'acetate d'éthyle



- ➔ Le cumul des additions (« pulse » + continu) diminue fortement la production de cet ester d'éthyle
- ➔ L'ajout d'oxygène sous forme de « pulse » et l'ajout continu ont le même effet sur la production de l'acetate d'éthyle.

Suivi en ligne et Ajout d'oxygène en *tandem*

Exemple d'impact des stratégies d'oxygénation sur le propanol

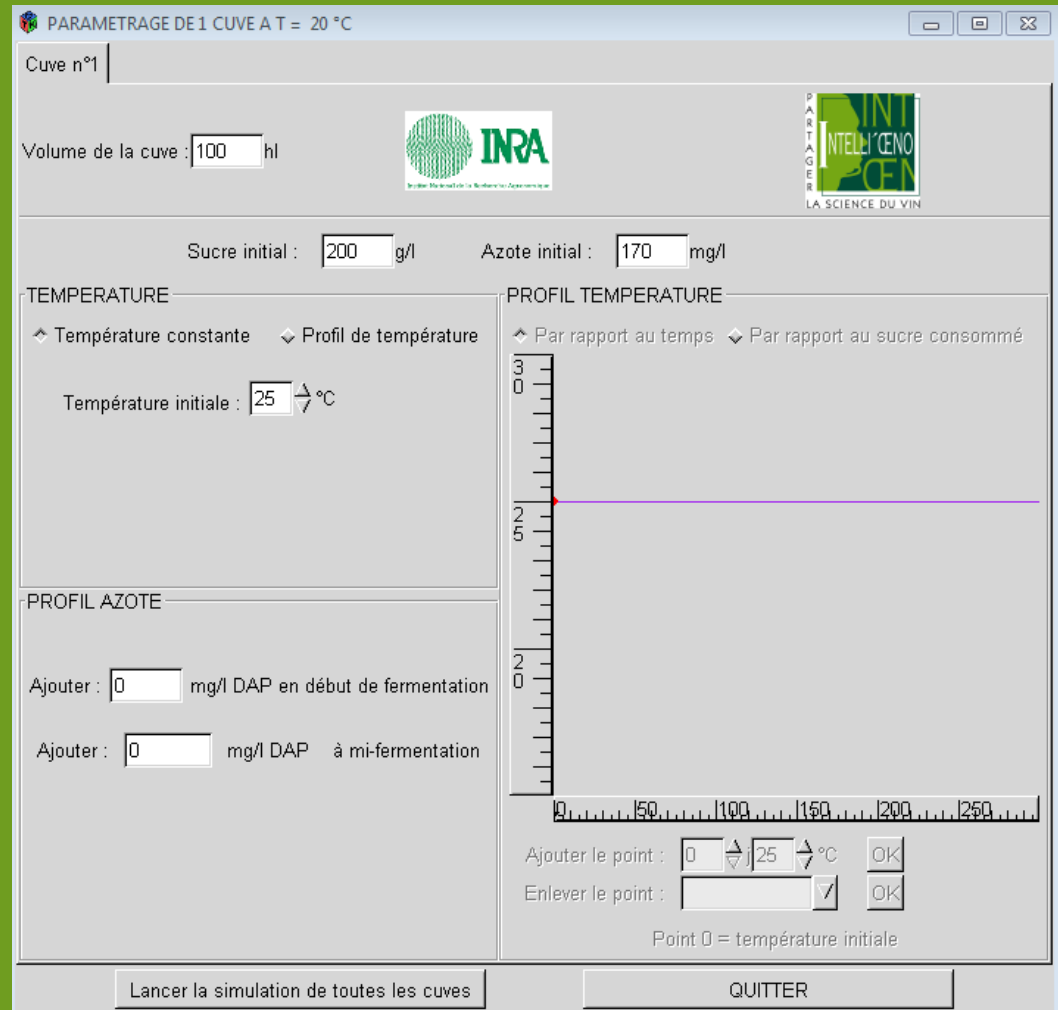
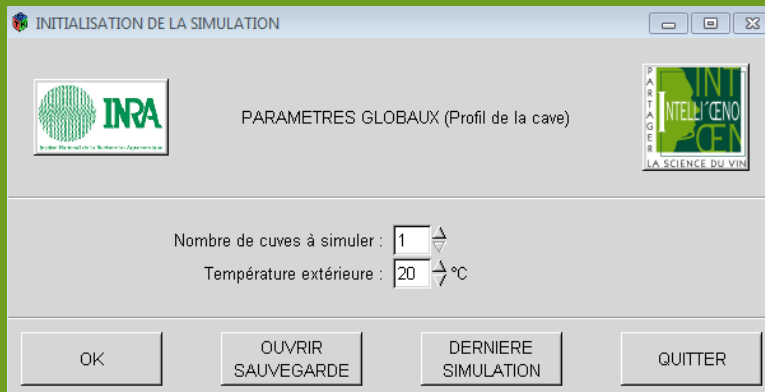


➔ Production de propanol inchangée quelle que soient les stratégies d'oxygénation

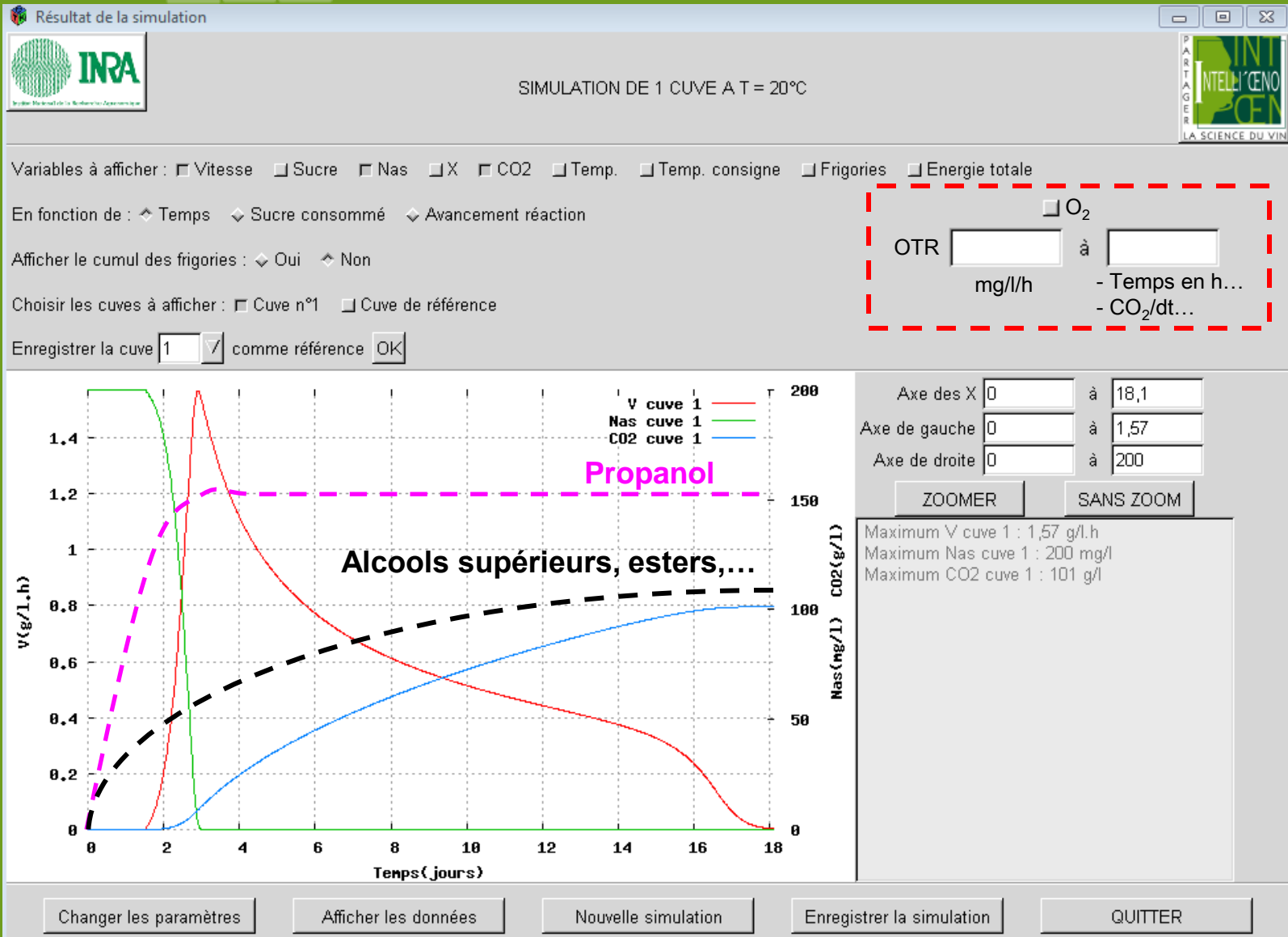
➔ Confirmation du rôle du propanol en tant que marqueur de la consommation de $I'N_{\text{assimilable}}$

Suivi en ligne et Ajout d'oxygène : perspectives

Logiciel SOFA : Simulateur en conditions oenologiques de Fermentations Alcooliques



Suivi en ligne et Ajout d'oxygène : perspectives



Remerciements

Ce travail a été en partie supporté par :

- le projet Européen CAFE 7^{ème} PCRD (KBBE – 212754)



- le BIOFLAVOUR COST Action FA0907



Merci a toute l'équipe INRA impliquée, à Montpellier comme
à l'Unité Expérimentale de Pech Rouge :

Jean-Marie Sablayrolles

Evelyne Aguera

Magaly Angénieux

Jean-Roch Mouret

Christian Picou

Marc Perez

....

MERCI DE VOTRE ATTENTION

DEVELOPPEMENT D'OUTILS INNOVANTS
POUR LE CONTROLE
ET LA MAITRISE
DE LA FERMENTATION ALCOOLIQUE

Farines Vincent, Mouret Jean-Roch, Morakul Sumallika,
Moenne Maria Isabel, Sablayrolles Jean-Marie