

# Réunion Plénière de Performance BIB

Nîmes, France

25 au 27 novembre 2007



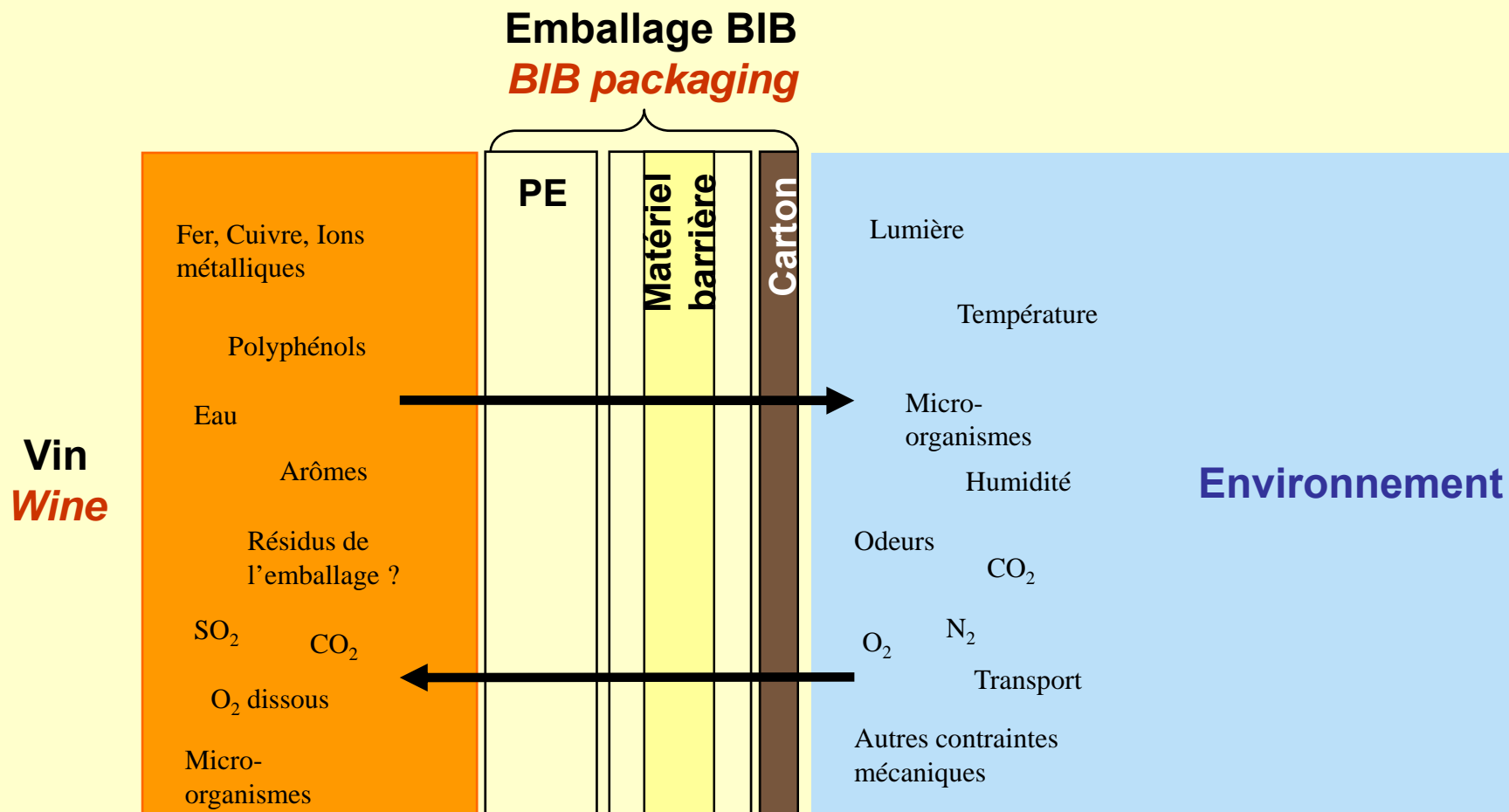
**NÎMES 2007**

**Session :** Techniques de mesure de la sorption des arômes et de la perméabilité aux gaz

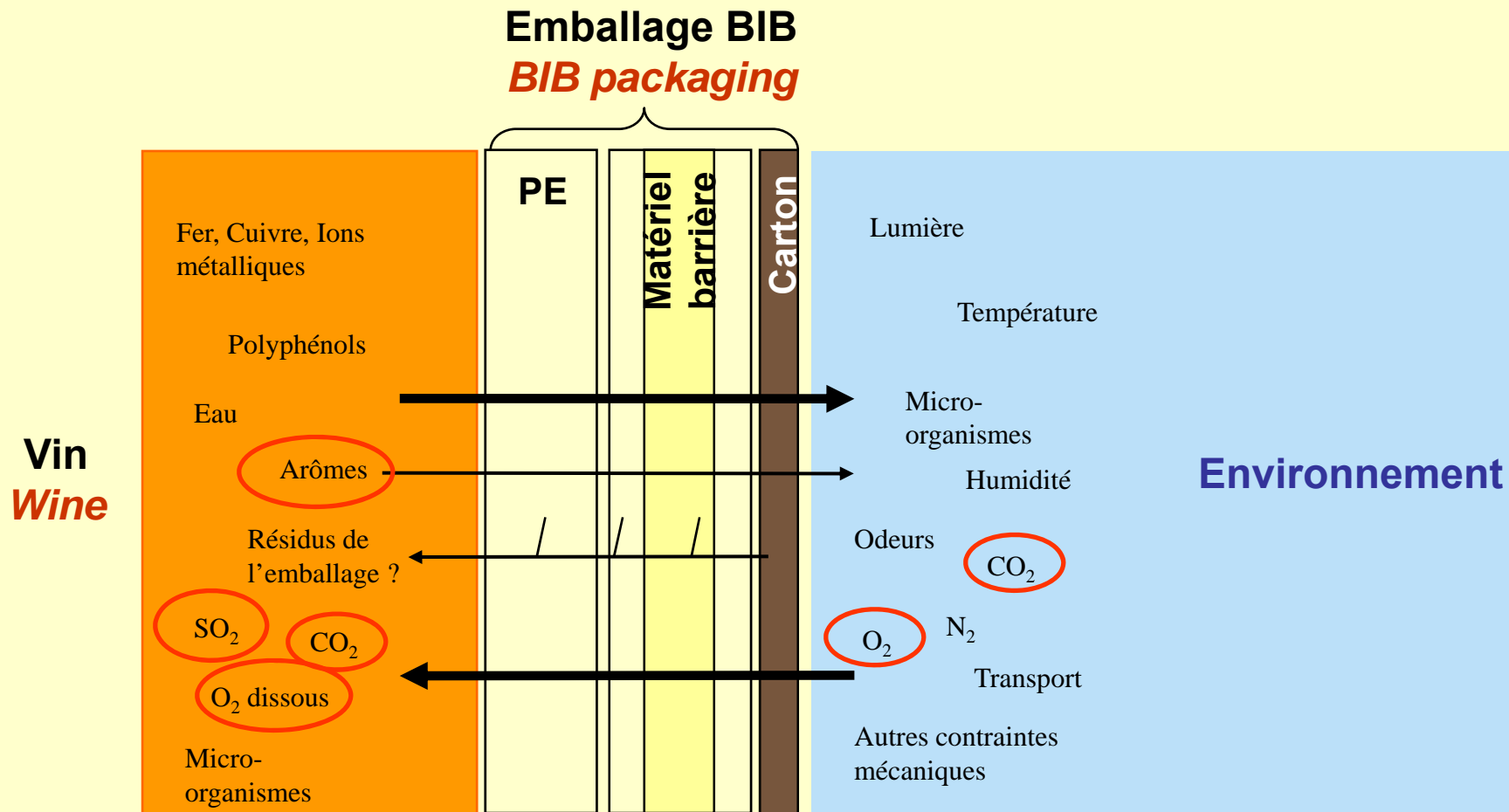
**Titre :** Techniques de mesure de la sorption et de la perméation des arômes

**Intervenant :** Aurélie Peychès





Transfert de gaz et d'arômes → impact sur la conservation du vin  
*Gases and aroma transfer → impact on wine shelf-life*



Paramètres étudiés  
*Studied parameters*

## **Trois volets de la thèse/Three parts of PhD thesis**

Volet 1 : Solutions technologiques (lies de levures) limitant les phénomènes d'oxydation du vin en Bag-in-Box

*Part 1: Technical solutions (yeast lees) to reduce wine oxidation in BIB*

→ Volet traité en 1ère année de thèse

*First part of PhD*

→ Résultats diffusés lors de la Réunion Plénière de Performance BIB en novembre 2006

*Results presented in November 2006 at the General Meeting of Performance BIB*

## Trois volets de la thèse/*Three parts of PhD thesis*

Volet 1 : Solutions technologiques (lies de levures) limitant les phénomènes d'oxydation du vin en Bag-in-Box

*Part 1: Technical solutions (yeast lees) to reduce wine oxidation in BIB*

Volet 2 : Transferts de composés d'arômes dans et à travers les films de Bag-in-Box

*Part 2: Transfers of aroma molecules in and through BIB films*

→ Volet présenté aujourd'hui

*Part presented today*

## Trois volets de la thèse/*Three parts of PhD thesis*

Volet 1 : Solutions technologiques (lies de levures) limitant les phénomènes d'oxydation du vin en Bag-in-Box

*Part 1: Technical solutions (yeast lees) to reduce wine oxidation in BIB*

Volet 2 : Transferts de composés d'arômes dans et à travers les films de Bag-in-Box

*Part 2: Transfers of aroma molecules in and through BIB films*

Volet 3 : Transferts des gaz d'intérêt œnologique ( $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $SO_2$ ) dans et à travers les films de Bag-in-Box

*Part 3: Transfers of enological Gas ( $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $SO_2$ ) in and through Bag-in-Box films*

→ Volet débutant prochainement

*Part beginning soon*

## Volet 2 : Transferts de composés d'arômes dans et à travers les films de Bag-in-Box

### *Part 2: Transfers of aroma molecules in and through BIB films*

Cette présentation se restreint à un bilan des méthodes d'analyse et des facteurs étudiés. Les résultats seront présentés ultérieurement. Ces méthodes permettront de :

*This presentation will remain one of an analytical method rather than results. The results will be presented at a later stage. The methods will allow others to:*

1. Caractériser les films de polyéthylène sur la base de leurs propriétés de transfert aux composés d'arômes

*Define polyethylene films relative to their aroma compound transfers properties*

2. Mesurer l'impact du transfert des composés d'arômes à travers les emballages sur le profil aromatique du vin

*Measure the impact of this aroma compound transfer on the aromatic profile of BIB wine*

Plan de présentation/*Presentation outline*

- I. Démarche expérimentale/*Experimental protocol*
- II. Caractérisation des phénomènes de transfert de composés d'arôme à travers les films/*Transfer of aroma compounds through films*
  - A. Etude de la perméation/*Permeation study*
  - B. Etude de la sorption/*Sorption study*
- III. Impact du transfert des composés d'arômes à travers les emballages par l'étude de la sorption et de la perméation au contact d'une solution modèle de vin  
  
*Impact of aroma compounds transfer in materials BIB by aroma compounds sorption and permeation study in contact with a wine simulant solution*
- IV. Conclusions/*Conclusions*
- V. Perspectives/*Future outlooks*

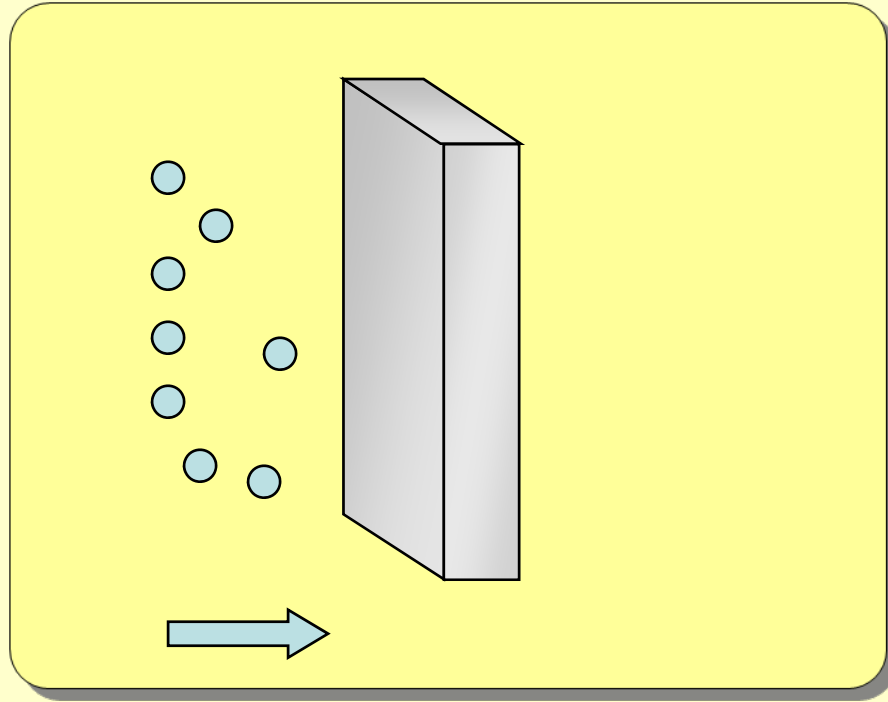


- I. Démarche expérimentale/*Experimental protocol*
- II. Caractérisation des phénomènes de transfert de composés d'arôme à travers les films/*Transfer of aroma compounds through films*
  - A. Etude de la perméation/*Permeation study*
  - B. Etude de la sorption/*Sorption study*
- III. Impact du transfert des composés d'arômes à travers les emballages par l'étude de la sorption et de la perméation au contact d'une solution modèle de vin  
  
*Impact of aroma compounds transfer in materials BIB by aroma compounds sorption and permeation study in contact with a wine simulant solution*
- IV. Conclusions/*Conclusions*
- V. Perspectives/*Future outlooks*

# Phénomènes de transferts des composés d'arômes

## *Transfer phenomena of aroma compounds*

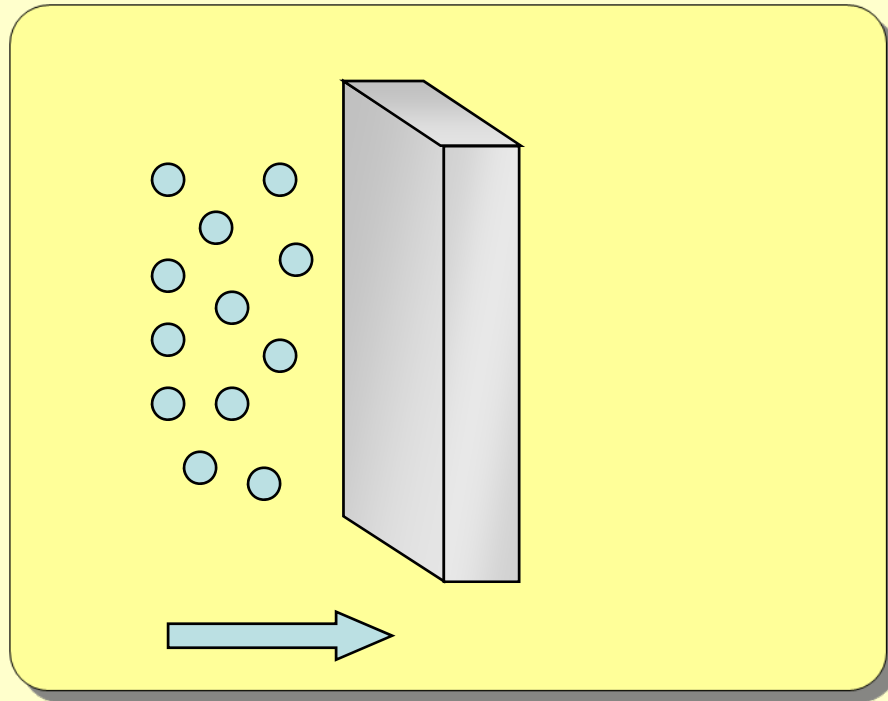
- Composés d'arômes  
*Aroma compounds*



# Phénomènes de transferts des composés d'arômes

## *Transfer phenomena of aroma compounds*

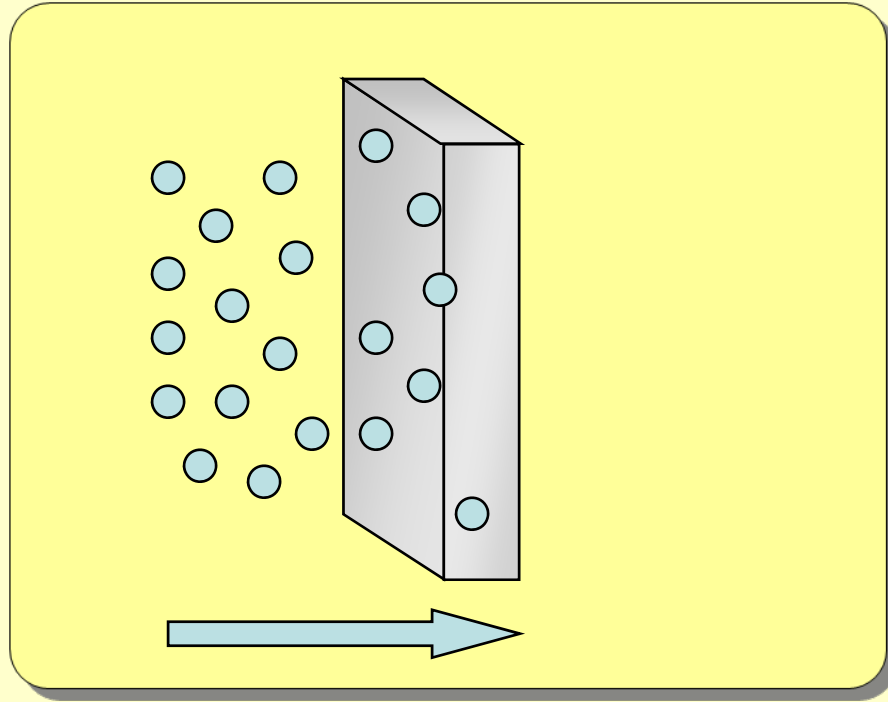
- Composés d'arômes  
*Aroma compounds*



# Phénomènes de transferts des composés d'arômes

## *Transfer phenomena of aroma compounds*

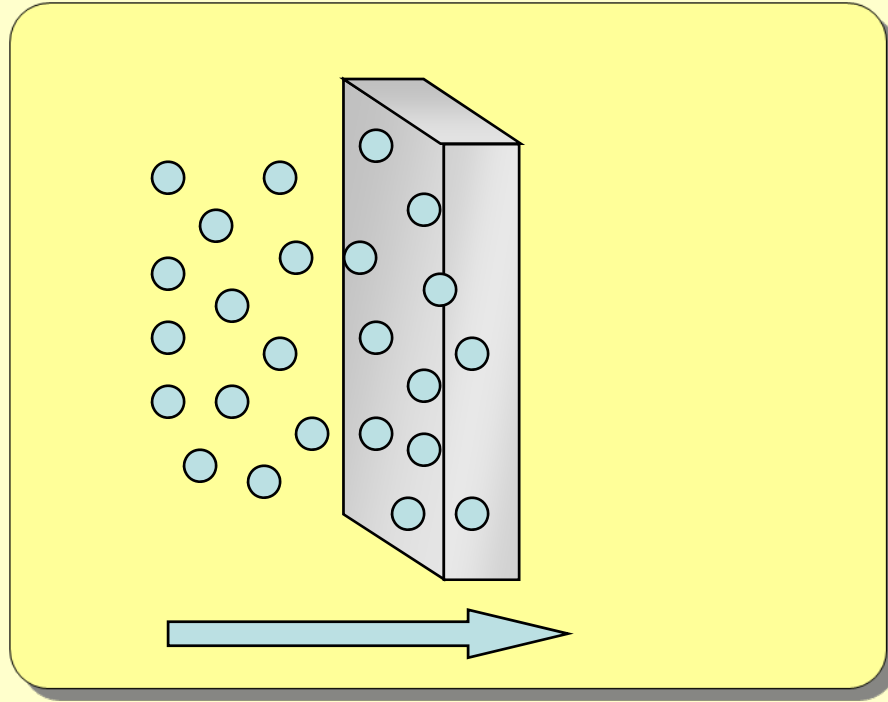
- Composés d'arômes  
*Aroma compounds*



# Phénomènes de transferts des composés d'arômes

## *Transfer phenomena of aroma compounds*

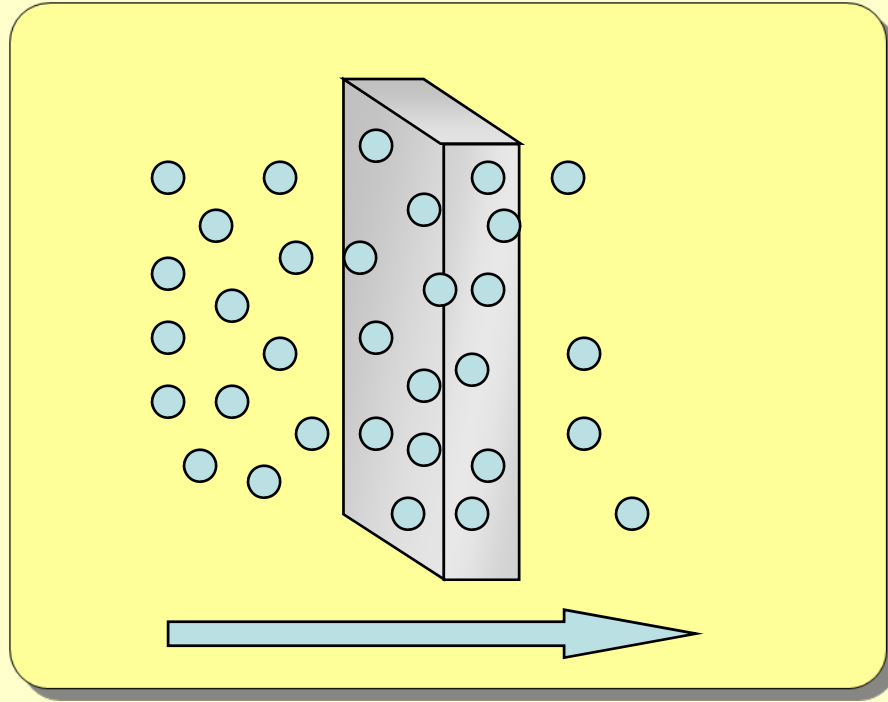
- Composés d'arômes  
*Aroma compounds*



# Phénomènes de transferts des composés d'arômes

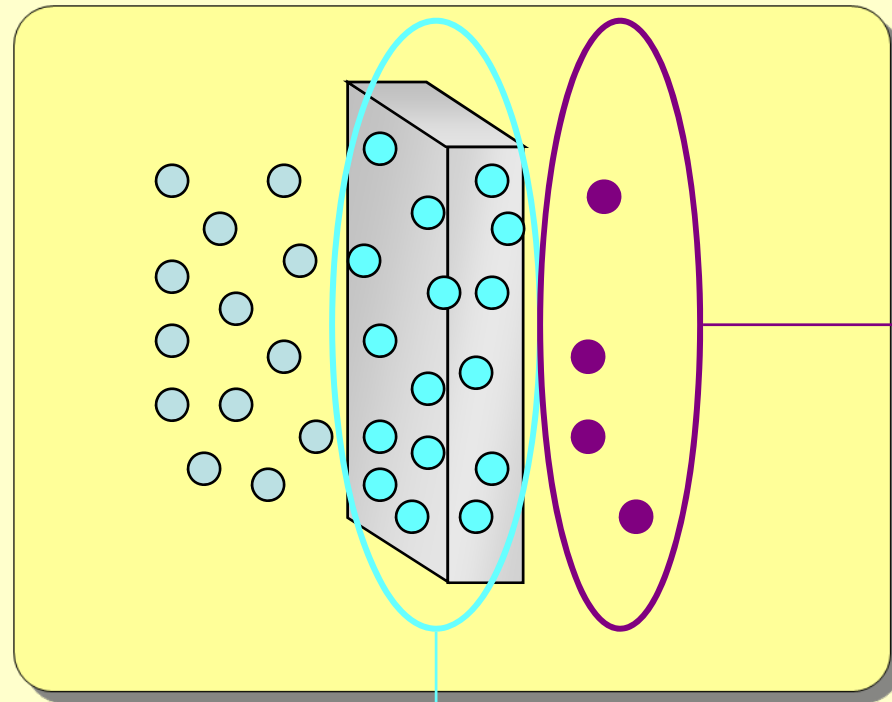
## *Transfer phenomena of aroma compounds*

- Composés d'arômes  
*Aroma compounds*



# Phénomènes de transferts des composés d'arômes

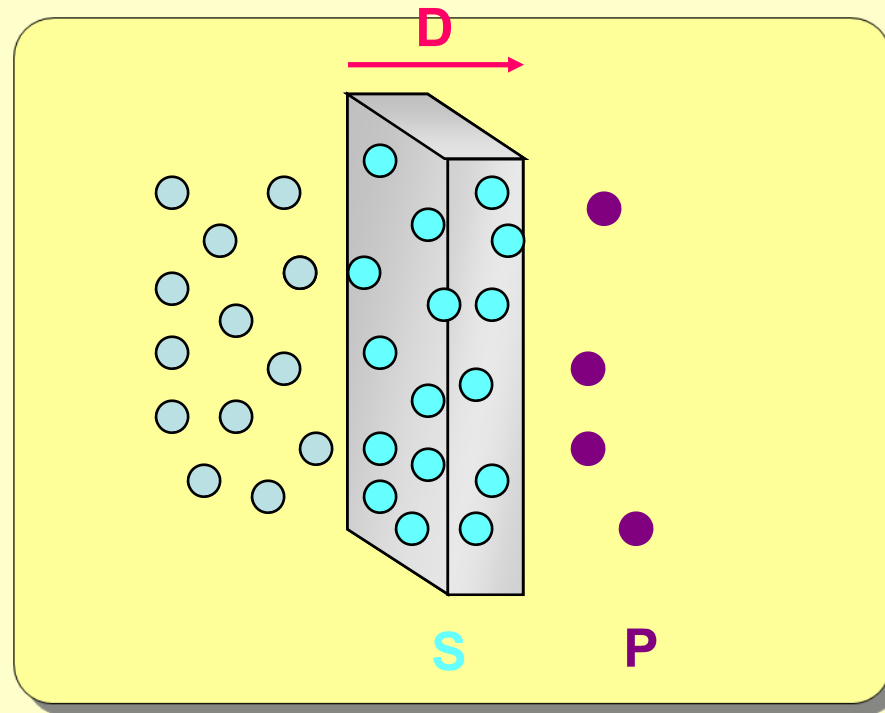
## *Transfer phenomena of aroma compounds*



Composés d'arômes sorbés  
*Scalped aroma compounds*

Composés d'arômes ayant traversés  
*Permeated aromas*

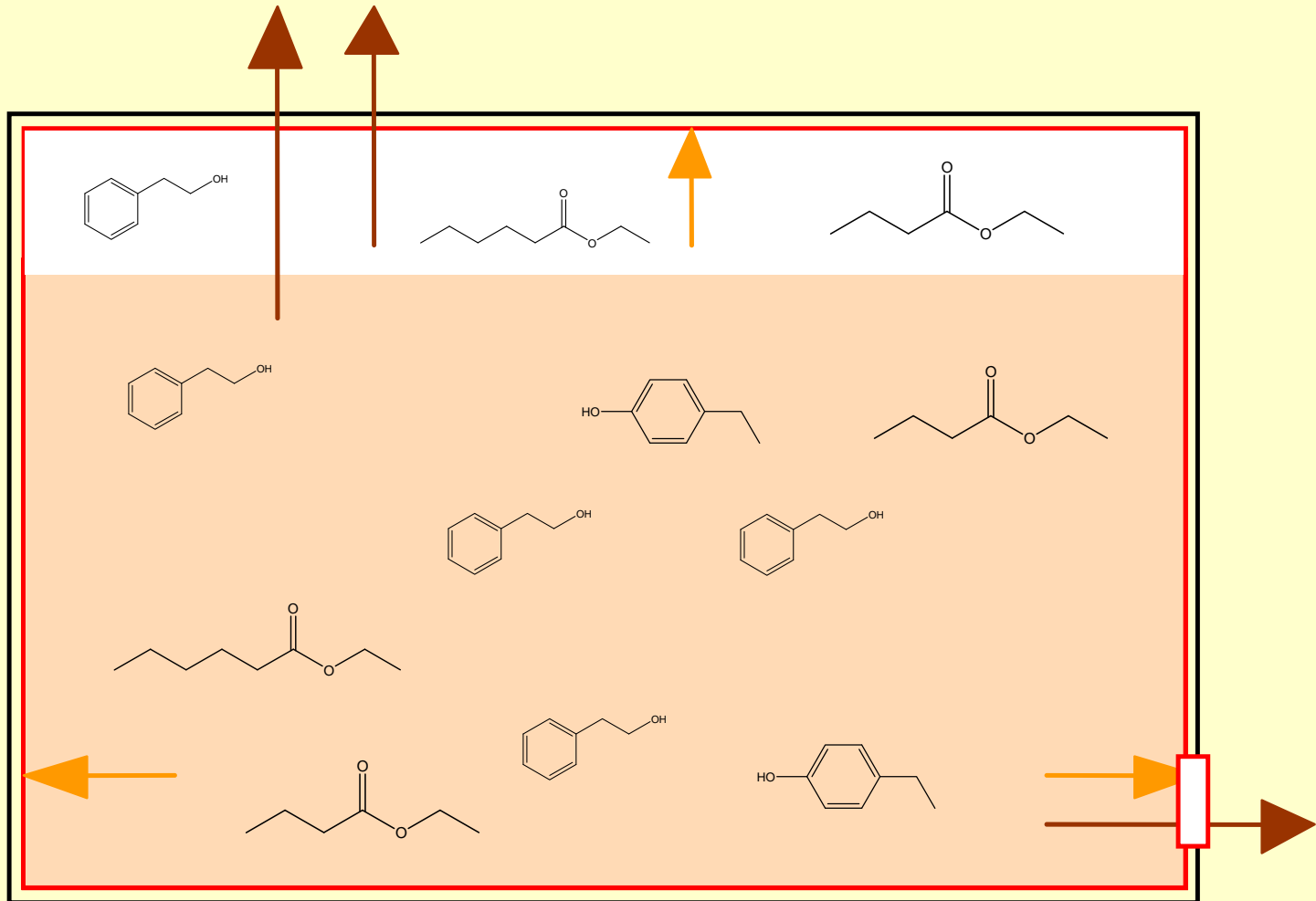
Phénomènes de transferts des composés d'arômes  
*Transfer phenomena of aroma compounds*



Composés  
d'arômes ayant  
traversés  
*Permeated  
aromas*

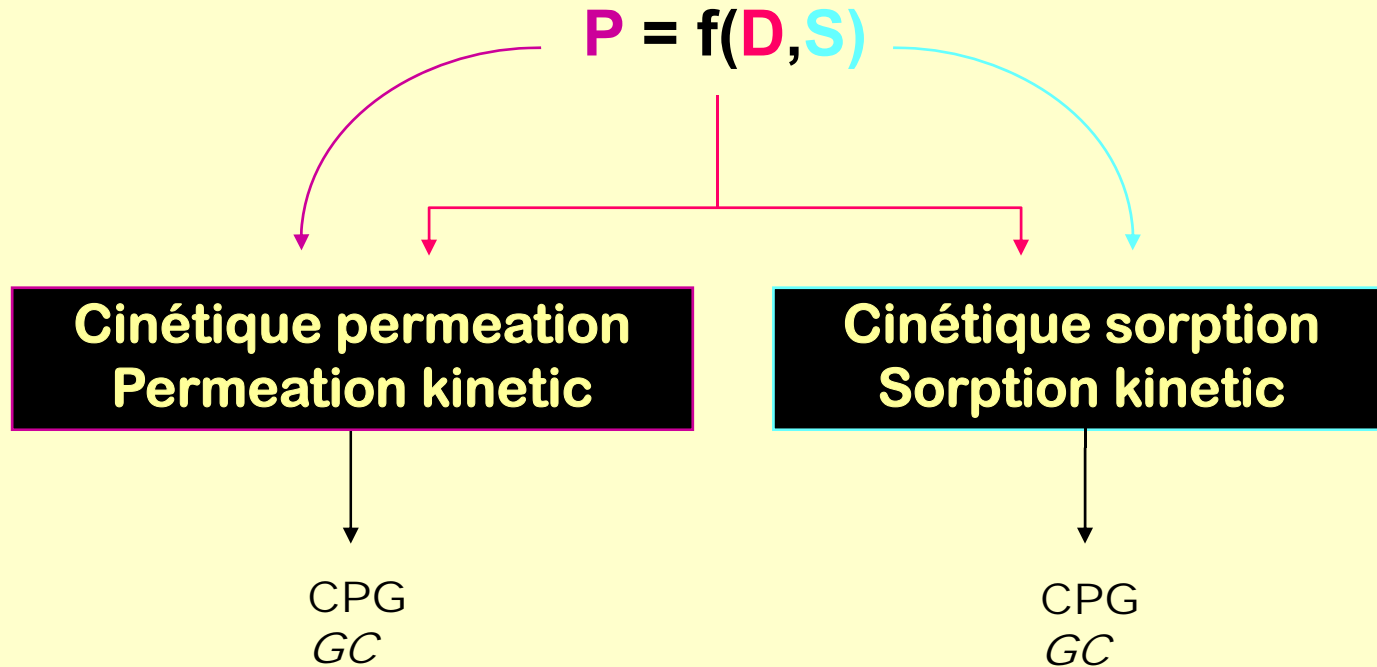
Composés d'arômes sorbés  
*Scalped aroma compounds*





Transfert de composés d'arômes :  
*Transfer of aroma compound:*

—→ permeation  
—→ sorption



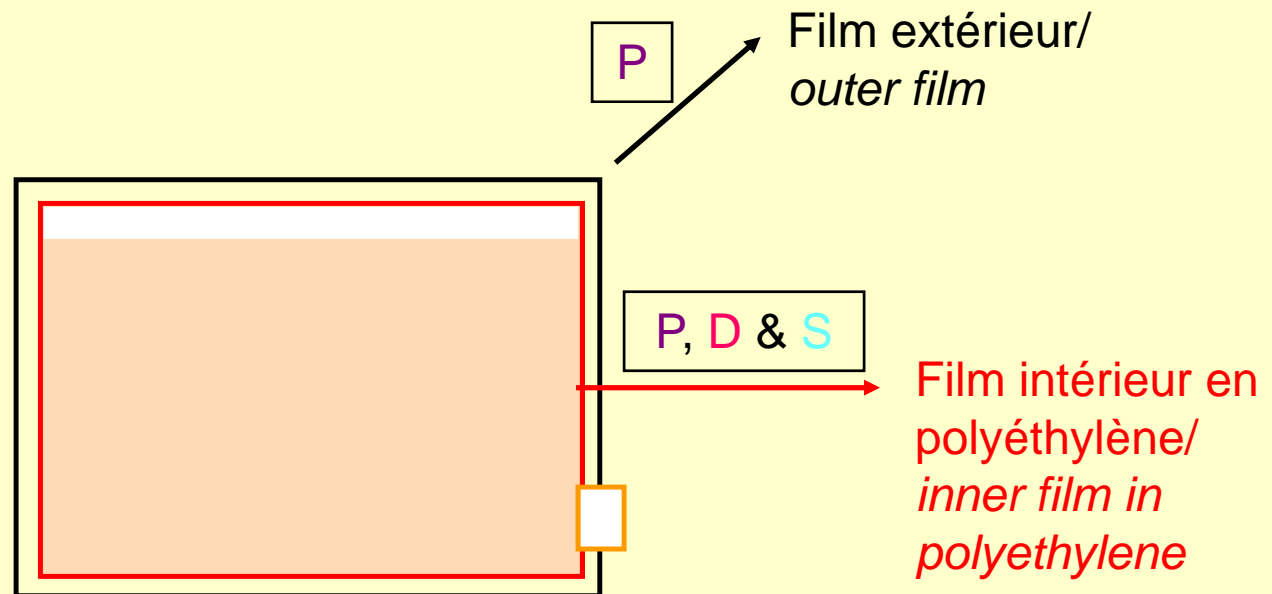
Objectifs : Mettre en évidence les effets sur les coefficients

*Objectives: Underline effects on coefficients*

**Matériau/ *Material***  
nature, cristallinité,  
procédé de fabrication  
*nature, crystallinity,  
manufacturing process*

**Matrice « vin »/ *“Wine” matrix***  
concentration en éthanol  
*ethanol concentration*  
nature, état et concentration des arômes  
*nature, state and concentration of aroma*

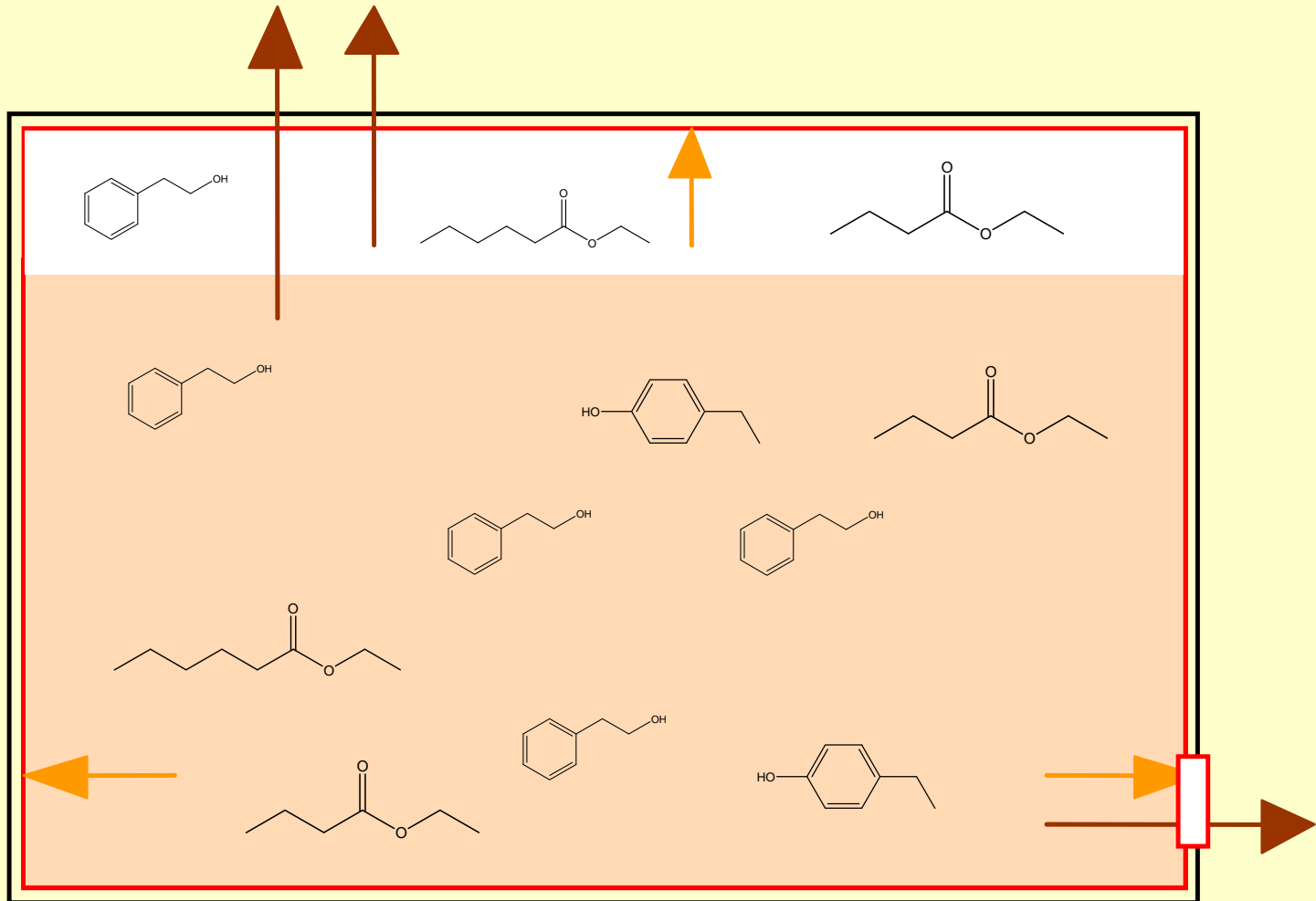
- 3 films de polyéthylène/*3 polyethylene films* : PE 1, PE 2 & PE 3
- 3 films extérieurs/*3 outer films* : PET 1, PET 2 & EVOH



- 4 composés d'arôme/*aroma compounds*
- *Ethanol*

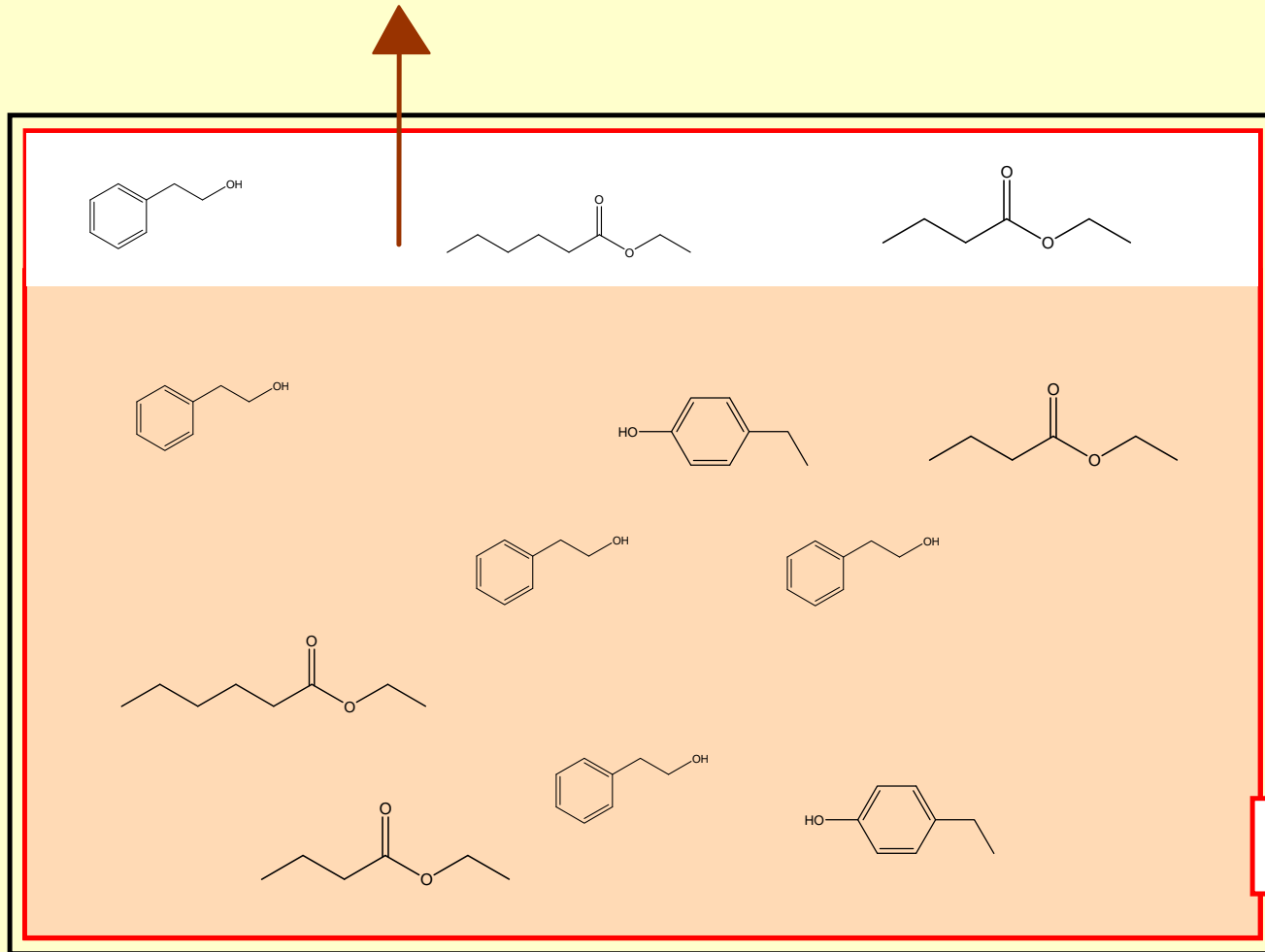
Composés <i>Compounds</i>	Taille <i>Size</i>	Polarité <i>Polarity</i>	Volatilité <i>Volatility</i>	Odeur <i>Flavour</i>
Hexanoate d'éthyle	+++	- - - -	+	Ananas <i>Pineapple</i>
Butanoate d'éthyle	+	- -	++	Pomme <i>Apple</i>
Phényl-2-éthanol	++	-	- -	Rose
Ethyl-4-phénol	++	- - -	- -	Phénolé <i>Bret</i>
Ethanol	-	+++	+++	Alcool <i>Alcohol</i>

- I. Démarche expérimentale/*Experimental protocol*
- II. Caractérisation des phénomènes de transfert de composés d'arôme à travers les films/*Transfer of aroma compounds through films*
  - A. Etude de la perméation/*Permeation study*
  - B. Etude de la sorption/*Sorption study*
- III. Impact du transfert des composés d'arômes à travers les emballages par l'étude de la sorption et de la perméation au contact d'une solution modèle de vin  
  
*Impact of aroma compounds transfer in materials BIB by aroma compounds sorption and permeation study in contact with a wine simulant solution*
- IV. Conclusions/*Conclusions*
- V. Perspectives/*Future outlooks*



Transfert de composés d'arômes :  
*Transfer of aroma compound:*

—→ **permeation**  
—→ **sorption**



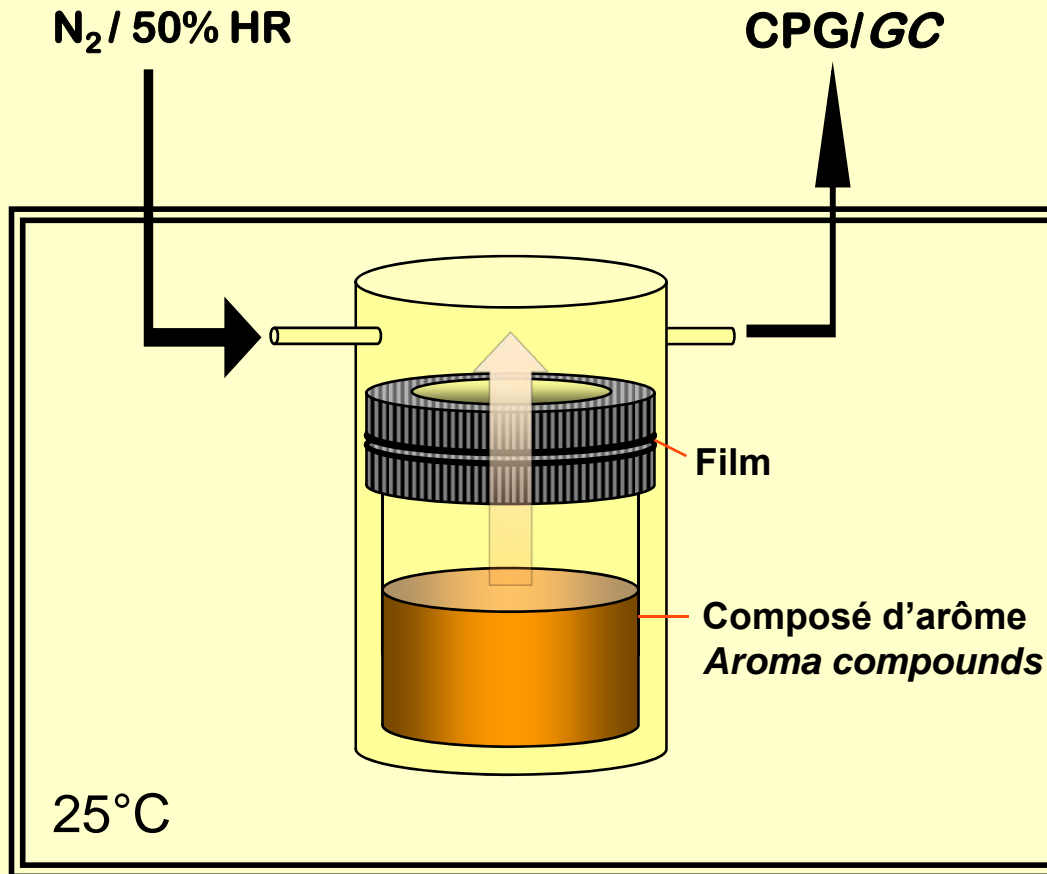
Transfert de composés d'arômes :

*Transfer of aroma compound:*



**permeation**

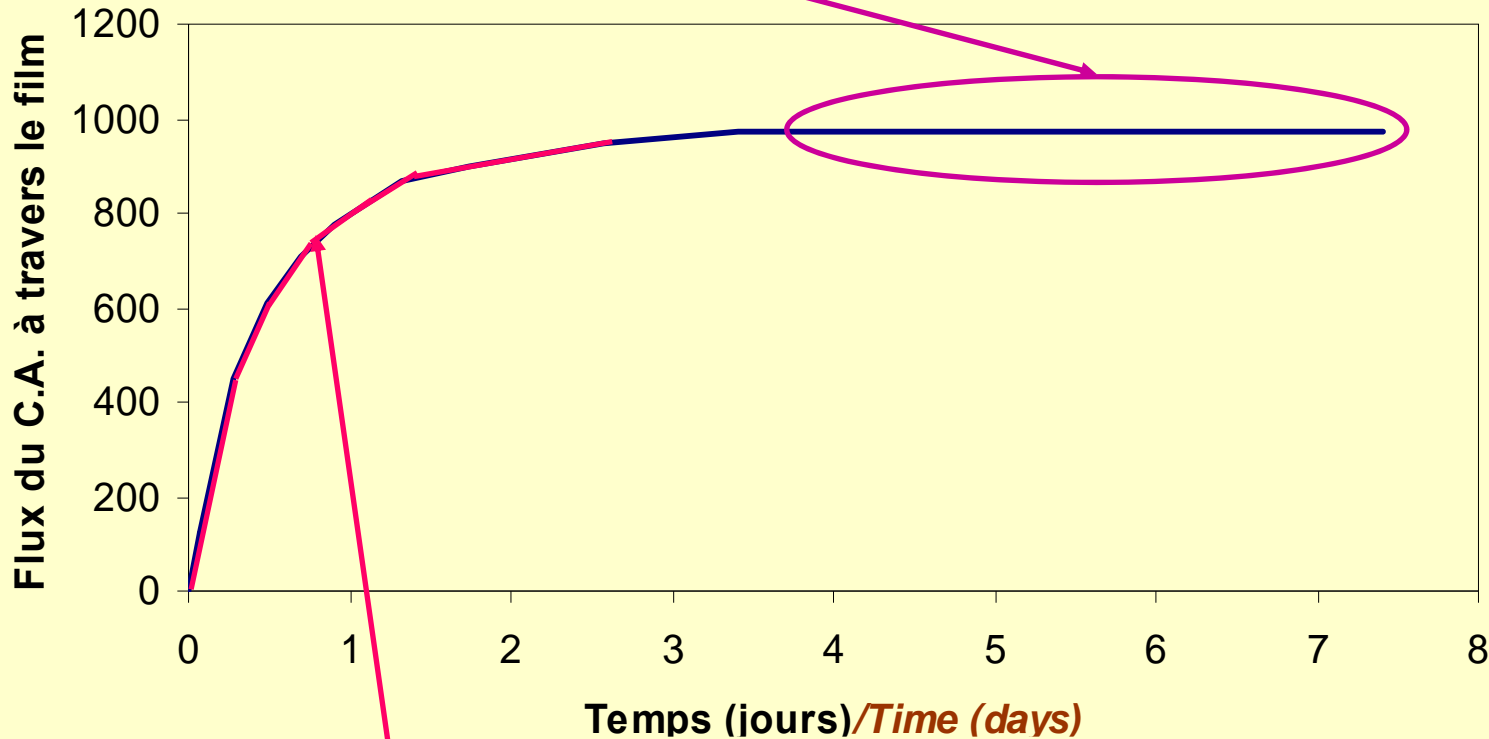
Dispositif de mesure de la perméation  
*System for permeation measurement*





À l'équilibre/*stationary state*

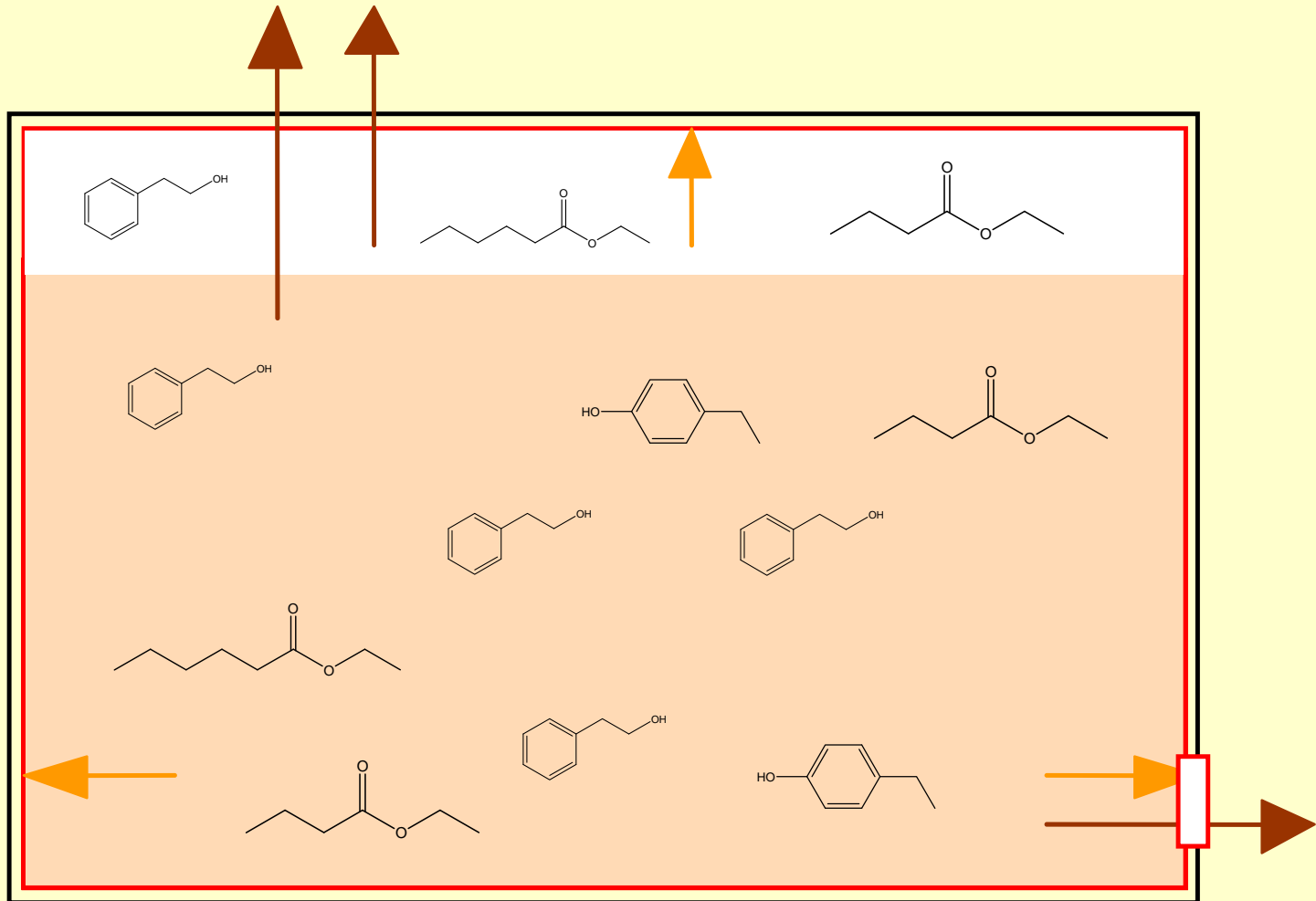
$$P = \frac{q}{t} \frac{l}{A \Delta p} \quad (\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$$



à l'état transitoire/*transient state*:  $D$  ( $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )

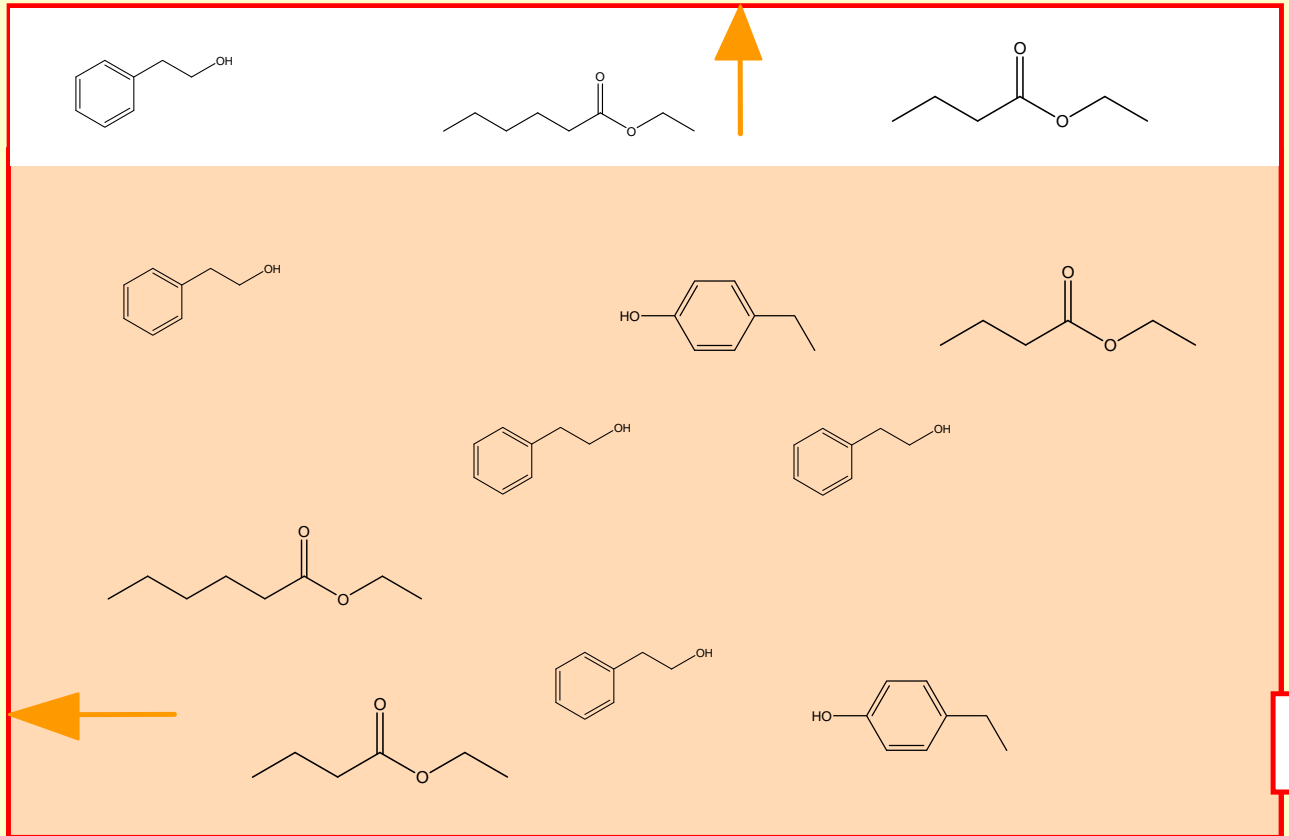
→ Modélisation/*Modelling with MatLab*

- I. Démarche expérimentale/*Experimental protocol*
- II. Caractérisation des phénomènes de transfert de composés d'arôme à travers les films/*Transfer of aroma compounds through films*
  - A. Etude de la perméation/*Permeation study*
  - B. Etude de la sorption/*Sorption study*
- III. Impact du transfert des composés d'arômes à travers les emballages par l'étude de la sorption et de la perméation au contact d'une solution modèle de vin  
  
*Impact of aroma compounds transfer in materials BIB by aroma compounds sorption and permeation study in contact with a wine simulant solution*
- IV. Conclusions/*Conclusions*
- V. Perspectives/*Future outlooks*



Transfert de composés d'arômes :  
*Transfer of aroma compound:*

—→ permeation  
—→ sorption

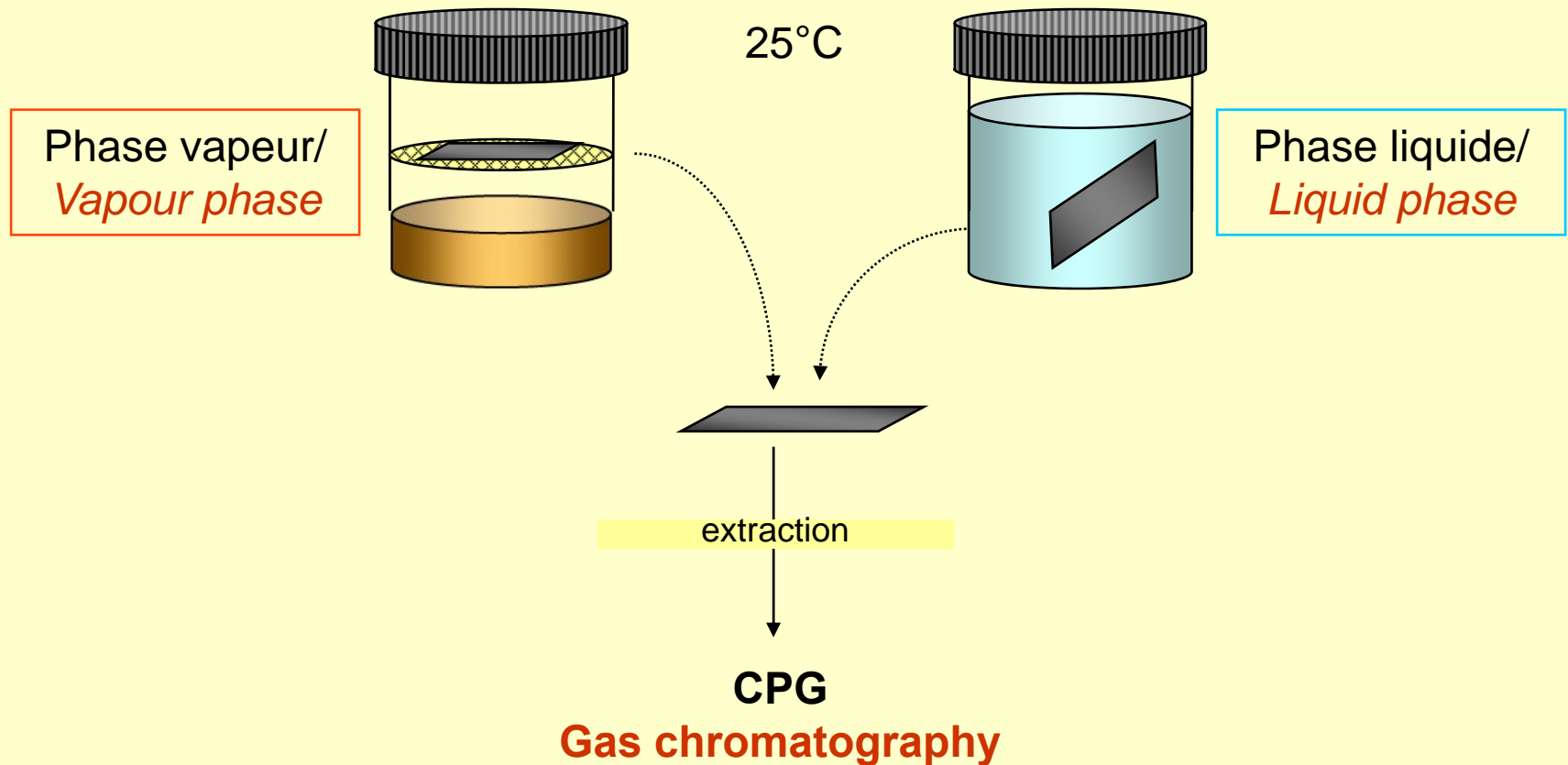


Transfert de composés d'arômes :  
*Transfer of aroma compound:*

→ sorption

# Méthode de mesure de sorption Method for sorption measurement

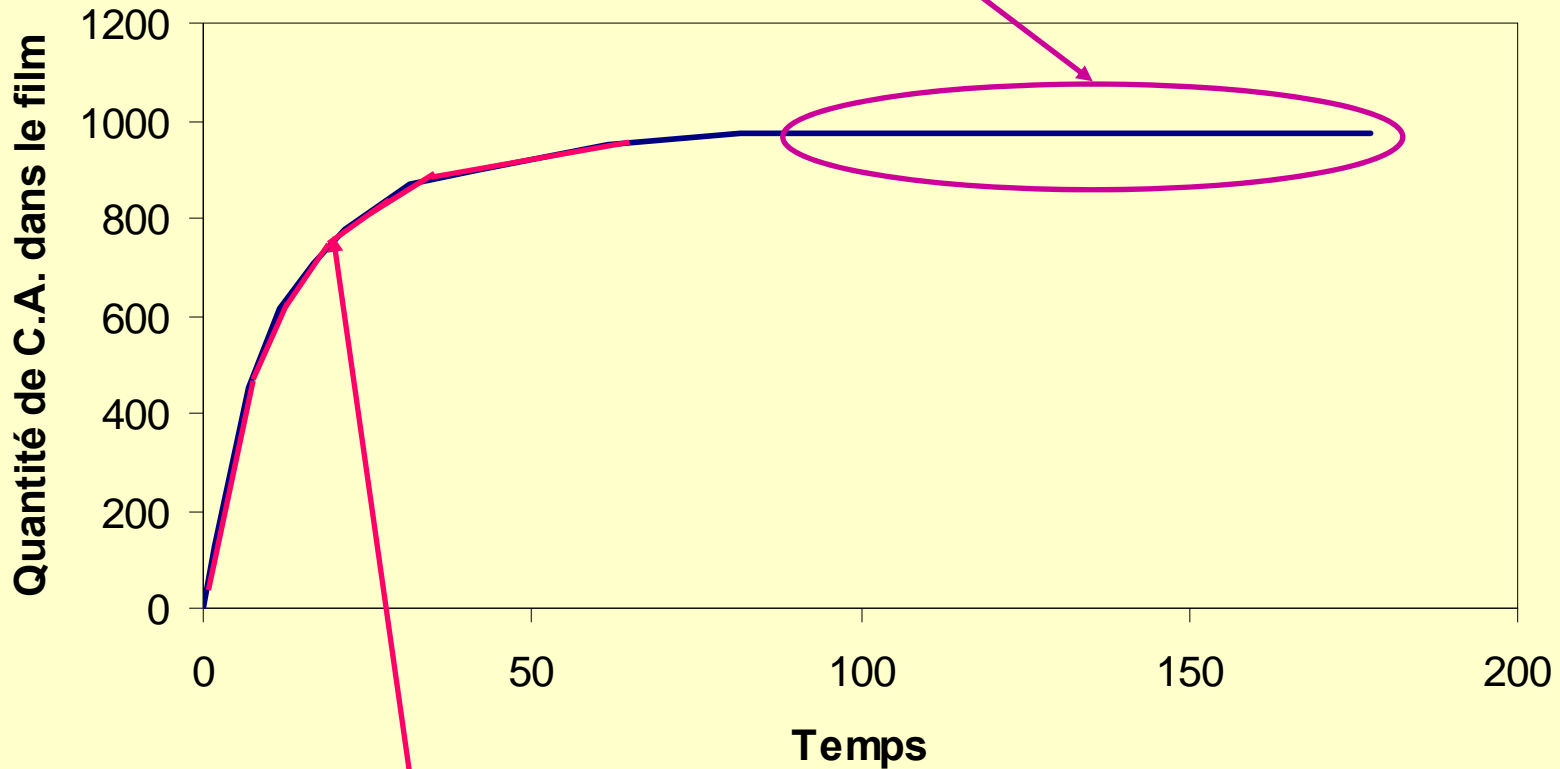
- Arôme pur/*pure aroma compound*



- $[\text{arôme}]_{\text{phase vapeur}} < [\text{arôme}]_{\text{phase liquide}}$

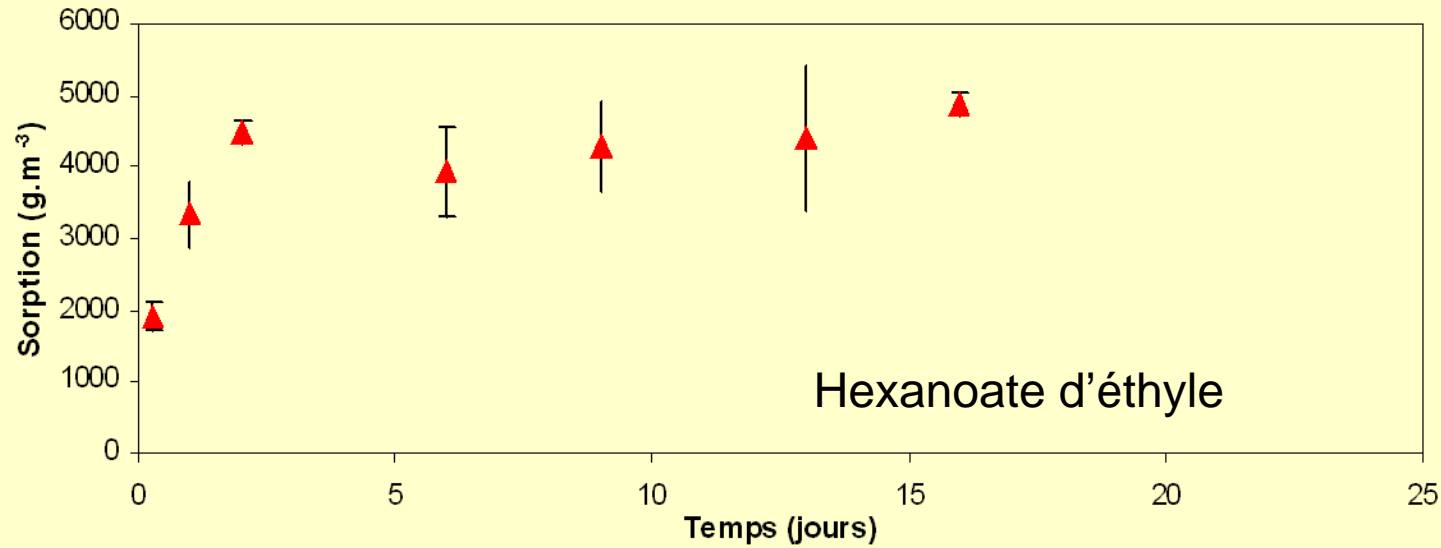
$$[\text{aroma}]_{\text{vapour phase}} < [\text{aroma}]_{\text{liquid phase}}$$

à l'équilibre/*stationary state*:  $S$  ( $\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  ou  $\text{g}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{Pa}^{-1}$ )



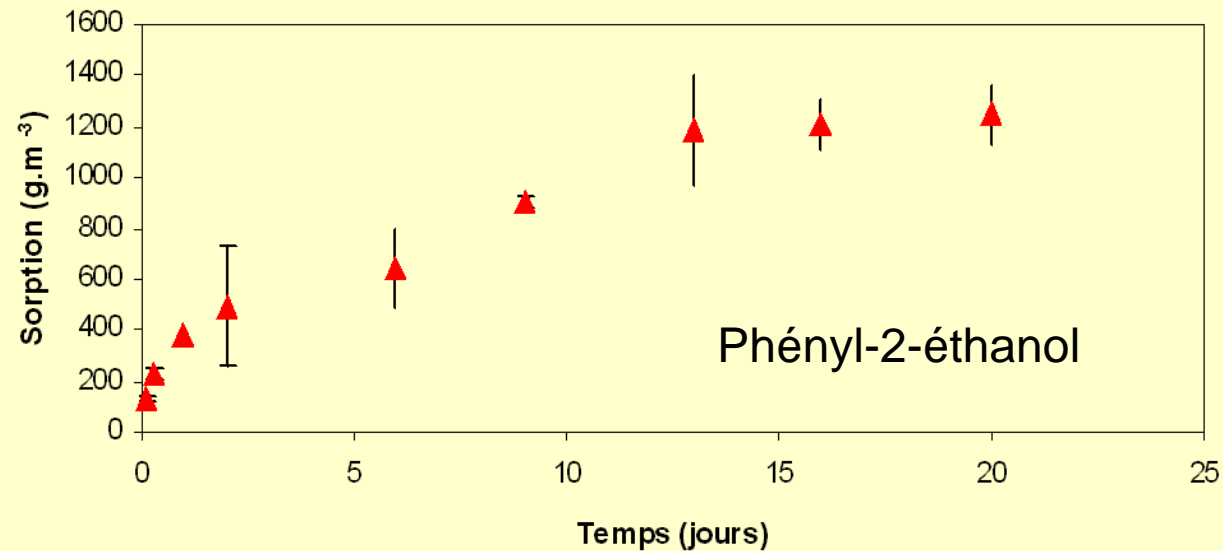
à l'état transitoire/*transient state*:  $D$  ( $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ )

→ Modélisation/*Modelling with MatLab*



→ Fort impact de la nature du composé d'arôme

→ *Strong impact of aroma compounds nature*



- I. Démarche expérimentale/*Experimental protocol*
- II. Caractérisation des phénomènes de transfert de composés d'arôme à travers les films/*Transfer of aroma compounds through films*
  - A. Etude de la perméation/*Permeation study*
  - B. Etude de la sorption/*Sorption study*
- III. Impact du transfert des composés d'arômes à travers les emballages par l'étude de la sorption et de la perméation au contact d'une solution modèle de vin  
  
*Impact of aroma compounds transfer in materials BIB by aroma compounds sorption and permeation study in contact with a wine simulant solution*
- IV. Conclusions/*Conclusions*
- V. Perspectives/*Future outlooks*



Concentration des composés d'arôme dans le vin  
*Concentration of aroma compounds in wine*

Arômes <i>Aroma</i>	Concentrations (ppm)
Phényl-2-éthanol <i>2-phenylethanol</i>	4-197 <sup>f</sup> 11-14 <sup>a</sup> 17-33 <sup>b</sup> 17-58 <sup>c</sup> 17-40 <sup>d</sup>
Hexanoate d'éthyle <i>Ethyl hexanoate</i>	traces-3.4 <sup>f</sup> 0,02-0,04 <sup>a</sup> 0,08-1,8 <sup>c</sup> 0,15 <sup>e</sup>
Butanoate d'éthyle <i>Ethyl butanoate</i>	0,08-1.8 <sup>f</sup> 0,45-0,72 <sup>b</sup> 0,016 <sup>e</sup>
Ethyl-4-phénol <i>4-ethylphenol</i>	0,16-0,39 <sup>a</sup> 0,007 <sup>e</sup> 0,0006-6,48 <sup>f</sup>

a : Gomez-Plaza, *et al*, 1999 ;

b : Pérez-Coello, *et al*, 1999 ;

c : Fretz, *et al*, 2005 ;

d : Vilanova, *et al*, 2006 ;

e : Zoecklein, *et al*, 1999 ;

f : Etiévant, 1991

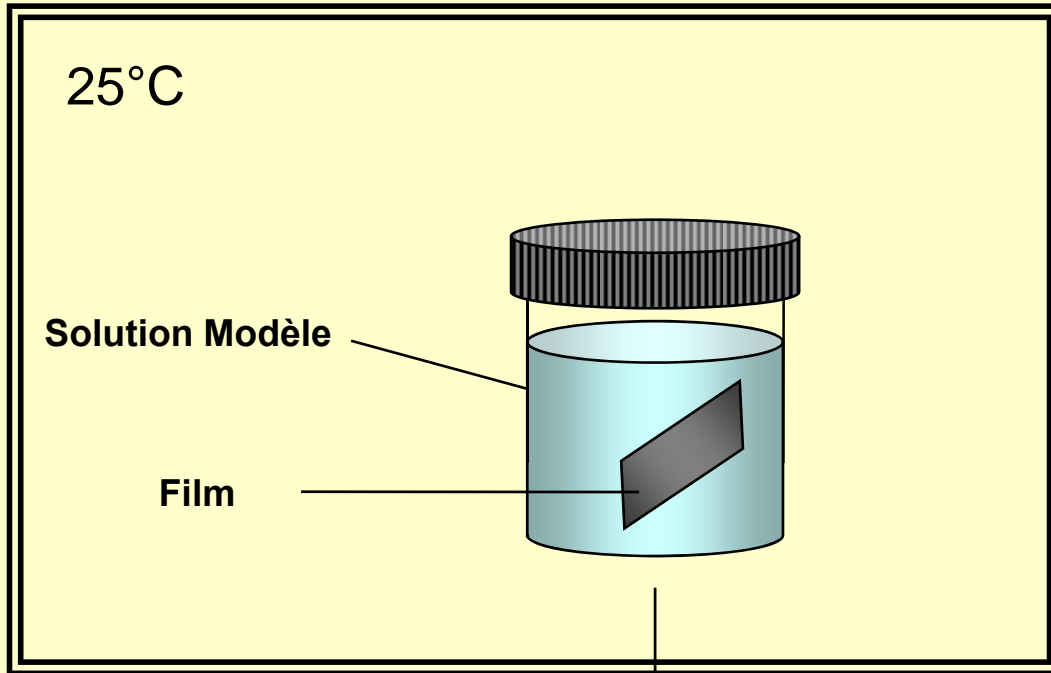
Pour un litre de solution

- 36 mg de phényl-2-éthanol
  - 1 mg d'hexanoate d'éthyle
  - 1 mg de butanoate d'éthyle
  - 1 mg d'éthyl-4-phénol
  - 120 mL d'éthanol
  - 3,5 g d'acide tartrique
- pH = 3,5 avec KOH

*For 1 liter of solution:*

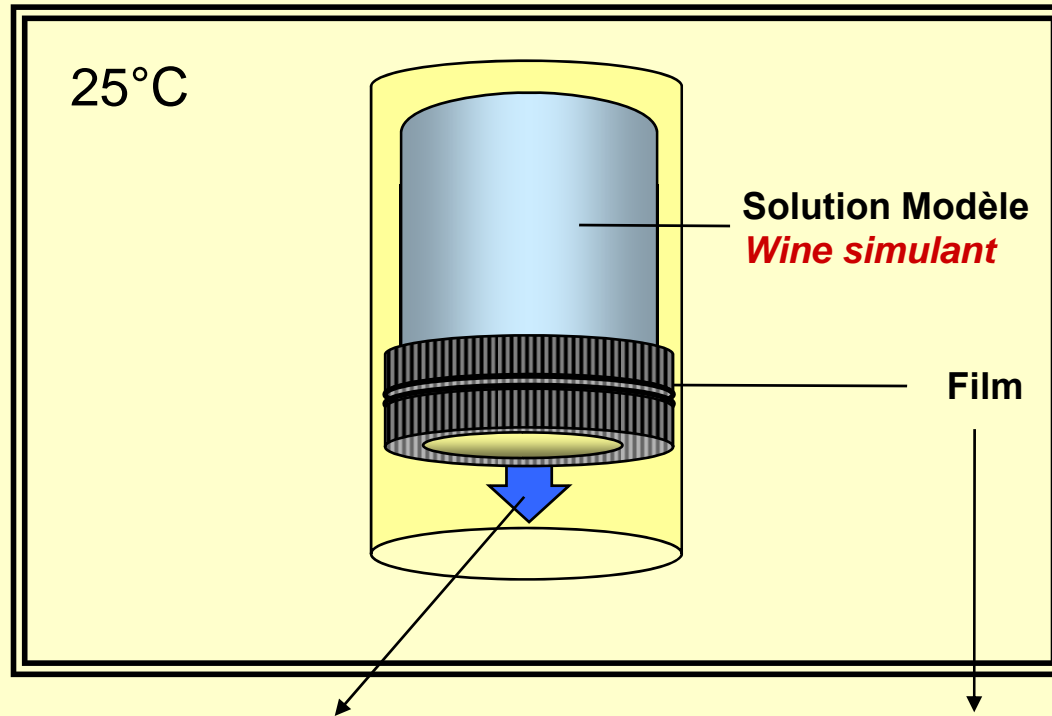
- *36 mg of 2-phenylethanol*
  - *1 mg of ethyl hexanoate*
  - *1 mg of ethyl butanoate*
  - *1 mg of 4-ethylphenol*
  - *120 mL ethyl alcohol*
  - *3.5g tartaric acid*
- pH=3.5 with KOH*

Mesure de sorption avec une solution modèle  
*Sorption measurement with wine simulant*



Immersion  
→ sorption par les 2 faces  
→ *sorption by two sides*

Mesure de sorption avec une solution modèle  
*Sorption measurement with wine simulant*



**SPME/CPG**

**Solid Phase Micro Extraction**

Evaluation perte par perméation  
*Evaluation of losses by permeation*

**CPG**

**Gas chromatography**

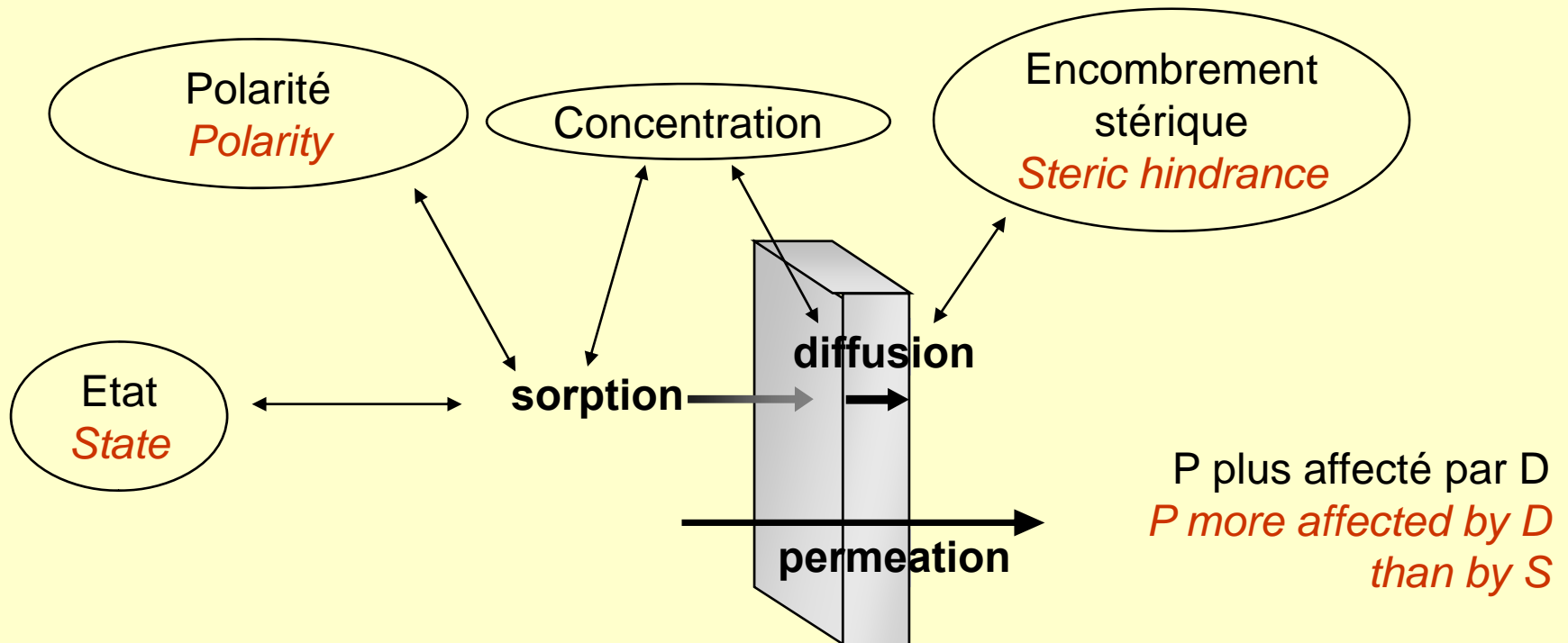
Evaluation perte par sorption (1 face)  
*Evaluation of losses by sorption (1 side)*

- I. Démarche expérimentale/*Experimental protocol*
- II. Caractérisation des phénomènes de transfert de composés d'arôme à travers les films/*Transfer of aroma compounds through films*
  - A. Etude de la perméation/*Permeation study*
  - B. Etude de la sorption/*Sorption study*
- III. Impact du transfert des composés d'arômes à travers les emballages par l'étude de la sorption et de la perméation au contact d'une solution modèle de vin  
  
*Impact of aroma compounds transfer in materials BIB by aroma compounds sorption and permeation study in contact with a wine simulant solution*
- IV. Conclusions/*Conclusions*
- V. Perspectives/*Future outlooks*

Comme indiqué, les résultats seront présentés ultérieurement, mais je peux vous fournir déjà quelques observations :

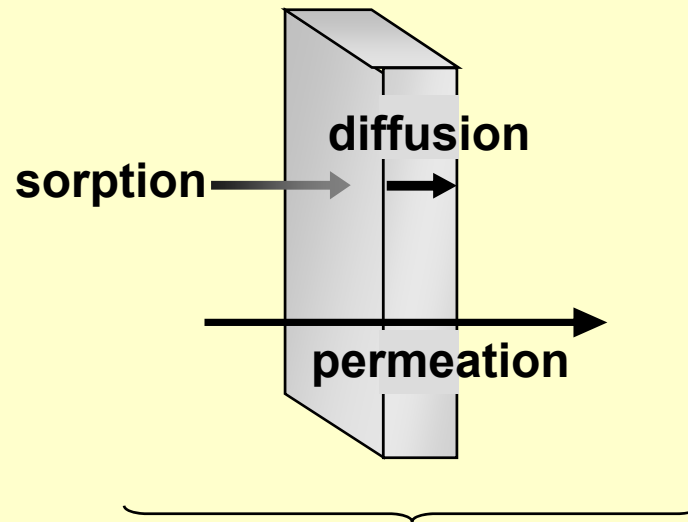
*As indicated the results will be provided later but I can already provide some observations:*

## Effet des composés d'arômes *Aroma compounds effect*



Effet des films de polyéthylène

*Polyethylene film effect*



PE 2 + barrière que PE 1

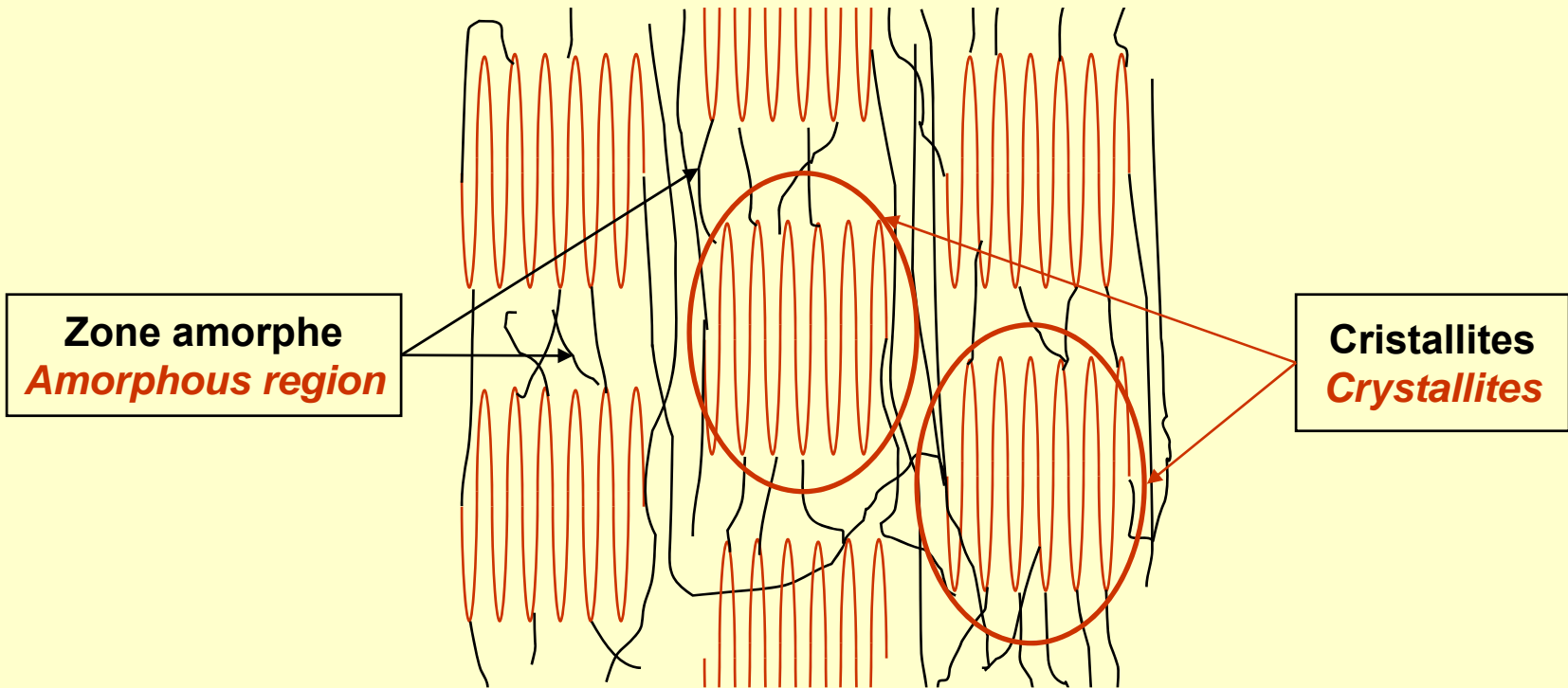
*PE 2 more barrier than PE 1*

Cristallinité, procédé de fabrication ???

*Cristallinity, manufacturing process ???*

Phénomènes de transferts des composés d'arômes  
*Transfer phenomena of aroma compounds*

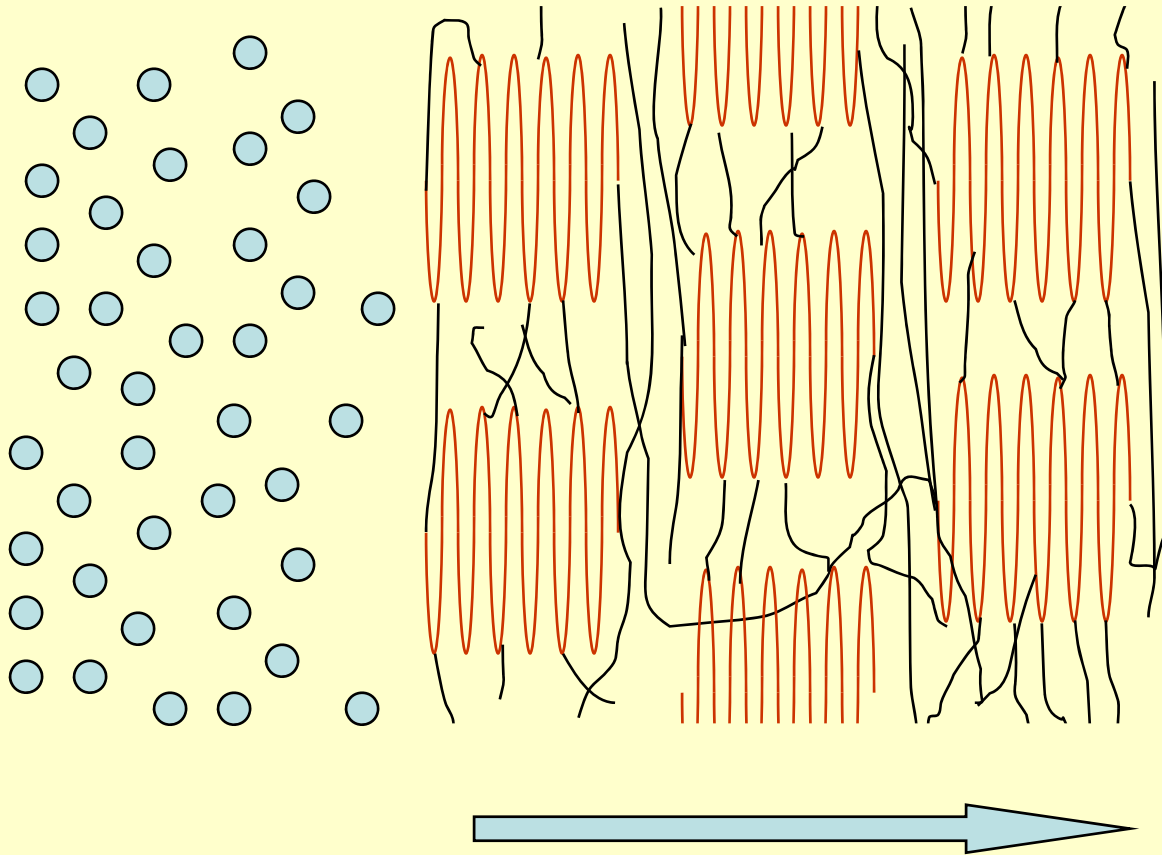
Structure du PE  
*Structure of PE*





Phénomènes de transferts des composés d'arômes  
*Transfer phenomena of aroma compounds*

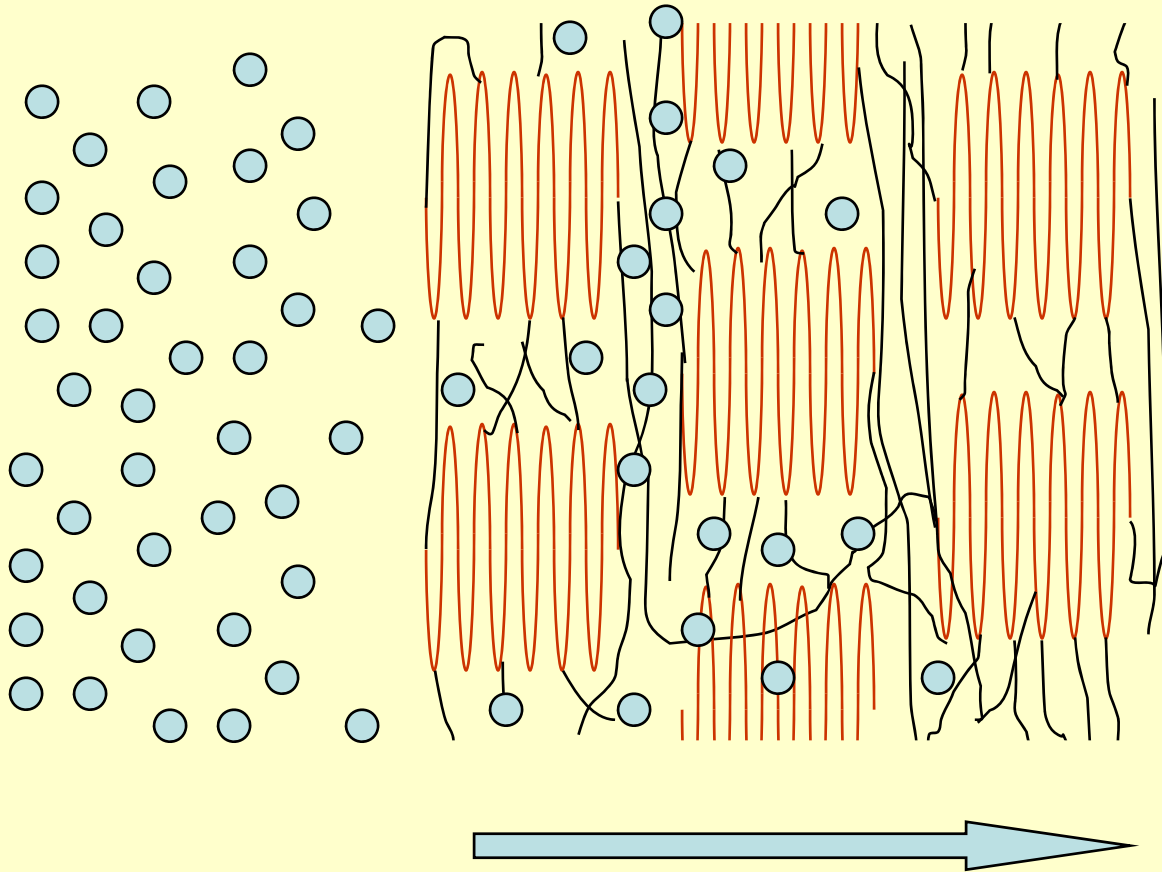
Structure du PE  
*Structure of PE*



Flux de composés d'arôme dans zone amorphe  
*Rate of aroma compound in amorphous region*

Phénomènes de transferts des composés d'arômes  
*Transfer phenomena of aroma compounds*

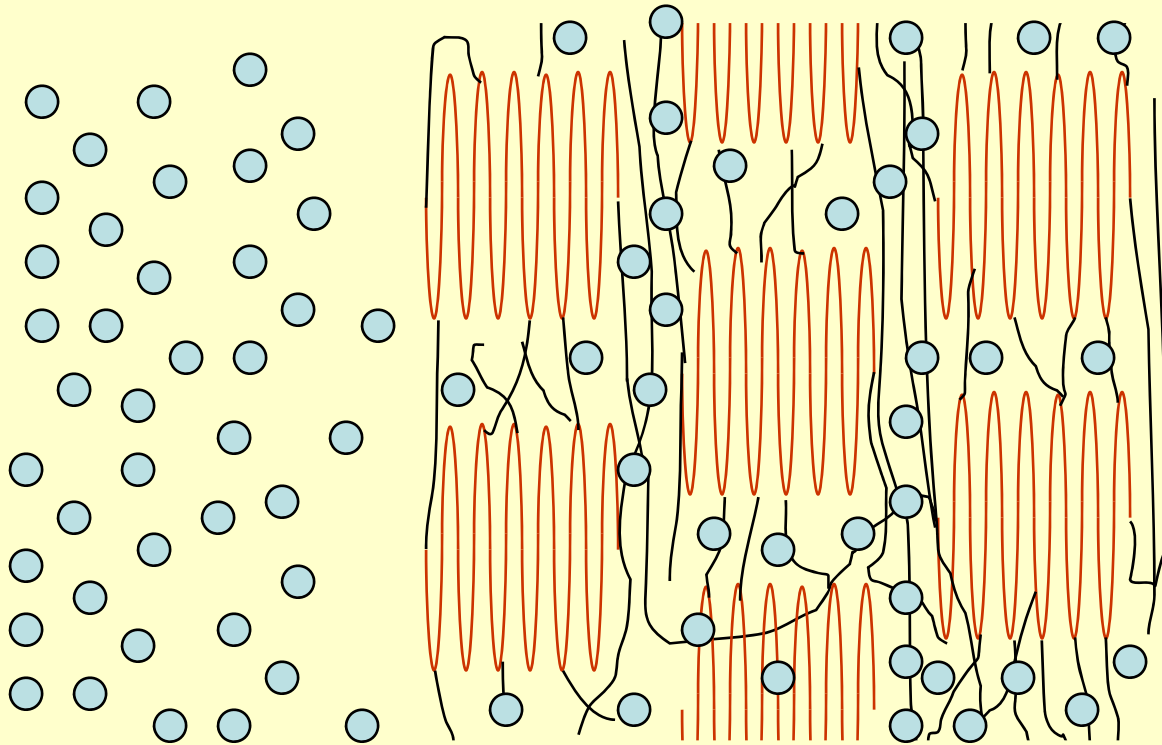
Structure du PE  
*Structure of PE*



Flux de composés d'arôme dans zone amorphe  
*Rate of aroma compound in amorphous region*

Phénomènes de transferts des composés d'arômes  
*Transfer phenomena of aroma compounds*

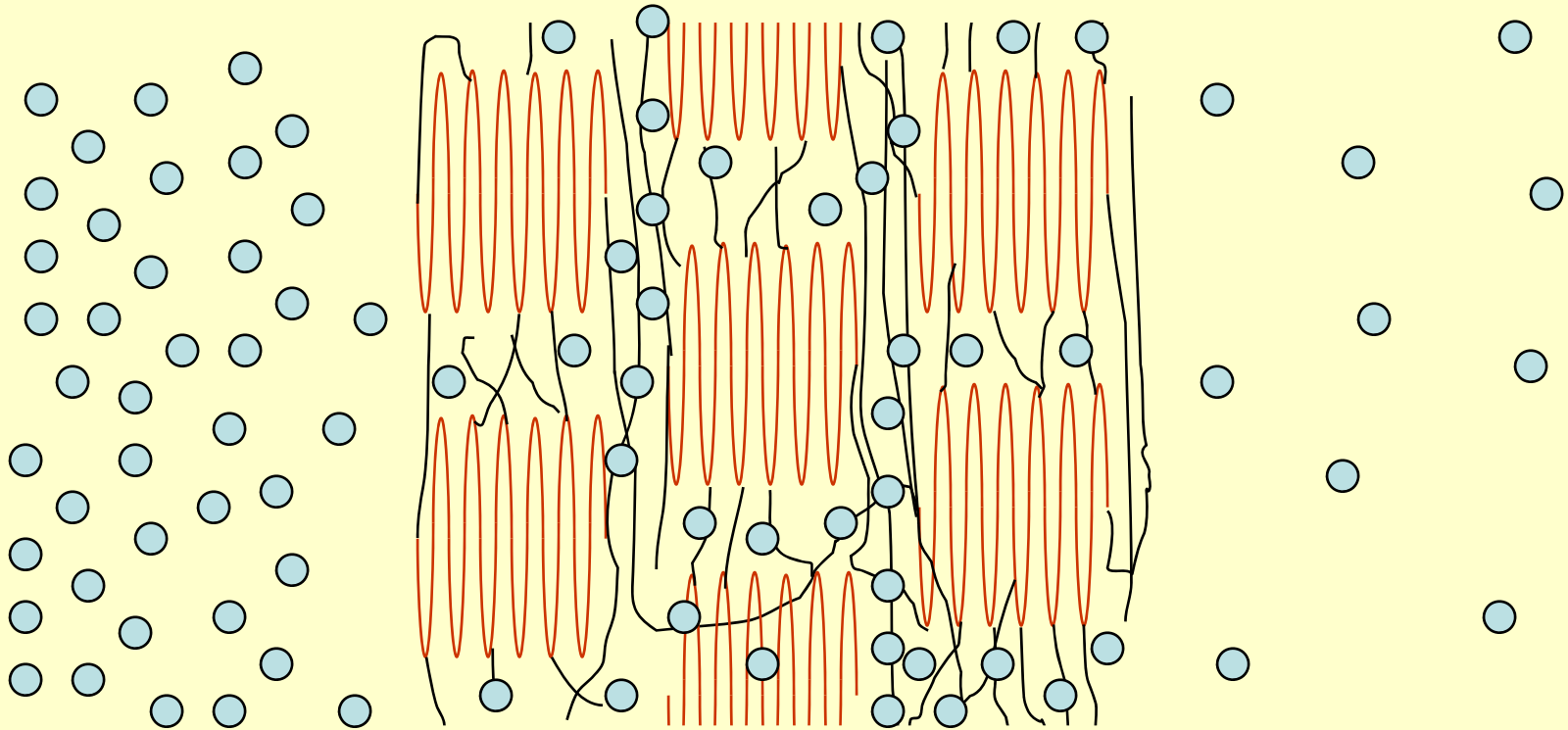
Structure du PE  
*Structure of PE*



Flux de composés d'arôme dans zone amorphe  
*Rate of aroma compound in amorphous region*

Phénomènes de transferts des composés d'arômes  
*Transfer phenomena of aroma compounds*

Structure du PE  
*Structure of PE*



Flux de composés d'arôme dans zone amorphe  
*Rate of aroma compound in amorphous region*

Solution modèle  
*Wine simulant*

Effet de la polarité sur la sorption

*Effect of polarity on sorption*

Effet de la taille sur la diffusion

*Effect of size on diffusion*

Effet de l'éthanol sur la sorption

*Ethyl alcohol effect on sorption*

Effet du matériau ???

*Effet of material ???*

- I. Démarche expérimentale/*Experimental protocol*
- II. Caractérisation des phénomènes de transfert de composés d'arôme à travers les films/*Transfer of aroma compounds through films*
  - A. Etude de la perméation/*Permeation study*
  - B. Etude de la sorption/*Sorption study*
- III. Impact du transfert des composés d'arômes à travers les emballages par l'étude de la sorption et de la perméation au contact d'une solution modèle de vin  
  
*Impact of aroma compounds transfer in materials BIB by aroma compounds sorption and permeation study in contact with a wine simulant solution*
- IV. Conclusions/*Conclusions*
- V. Perspectives/*Future outlooks*

Objectif : mettre au point des méthodes d'analyse permettant de contrôler les transferts de gaz en conditions réelles

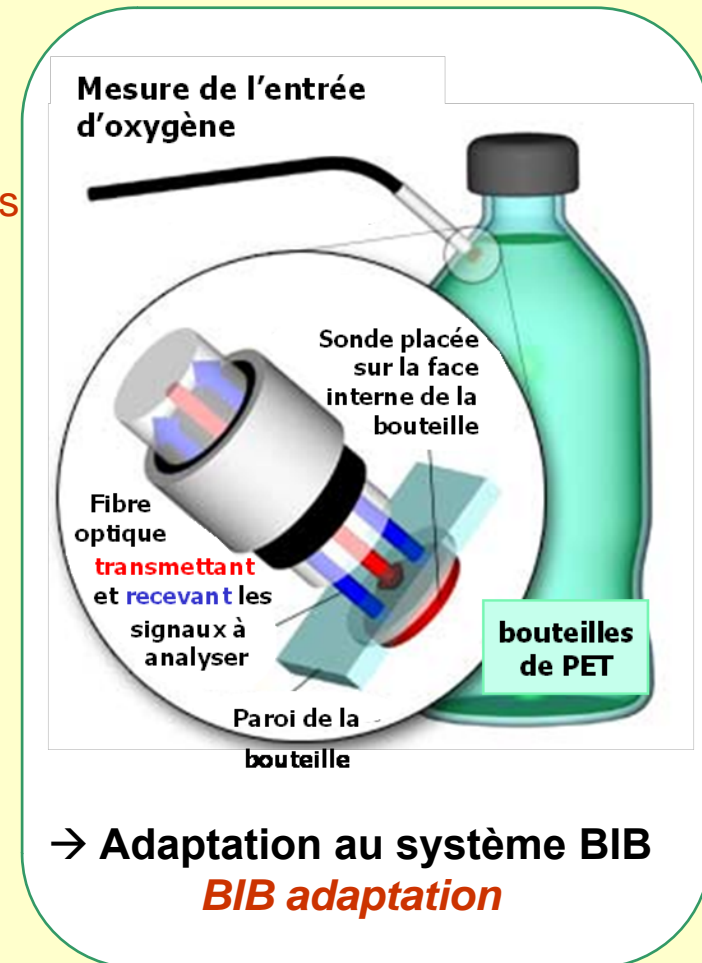
*Aim: Development of analytical methods allowing control of gas transfers in realistic conditions*

### Quantification O<sub>2</sub>

Méthodes électrochimiques/*electrochemical methods*  
: électrode de Clark/*Clark electrode*

Chromatographie en phase gazeuse/*gas chromatography*

Méthode optique/*optical method* : **Luminescence**



**Objectif : mettre au point des méthodes d'analyse permettant de contrôler les transferts de gaz en conditions réelles**

***Aim: Development of analytical methods allowing control of gas transfers in realistic conditions***

### **Quantification O<sub>2</sub>**

Méthodes électrochimiques/*electrochemical methods*  
: électrode de Clark/*Clark electrode*

Chromatographie en phase gazeuse/*gas chromatography*

Méthode optique/*optical method* : **Luminescence**

### **Quantification CO<sub>2</sub>**

Méthode de référence OIV/*reference method of OIV*

Chromatographie en phase gazeuse/*gas chromatography*



**Objectif : mettre au point des méthodes d'analyse permettant de contrôler les transferts de gaz en conditions réelles**

***Aim: Development of analytical methods allowing control of gas transfers in realistic conditions***

### **Quantification O<sub>2</sub>**

Méthodes électrochimiques/*electrochemical methods*  
: électrode de Clark/*Clark electrode*

Chromatographie en phase gazeuse/*gas chromatography*

Méthode optique/*optical method* : **Luminescence**

### **Quantification CO<sub>2</sub>**

Méthode de référence OIV/*reference method of OIV*

Chromatographie en phase gazeuse/*gas chromatography*

### **Quantification SO<sub>2</sub>**

Méthode de Ripper (iodométrie)/*ripper method (iodometry)*

Analyseur par fluorescence UV/*UV fluorescence analyser*

# Remerciements

## *Aknowledgments*



Michel Moutounet



**VINO BAG**

Pascale Chalier

Stéphane Peyron



***Merci***

***Thank you***