

# Impact du procédé Diamant® sur les caractéristiques organoleptiques de la farine de liège

**Alain Bobé\***

GAEA Analytic - Perpignan - France.

**Christophe Loisel**

Oeneo Bouchage - Céret - France.

## Introduction

Le liège est utilisé depuis de très nombreuses années en tant qu'obturbateur pour les Vins & Spiritueux. De par ses propriétés physiques exceptionnelles et jusqu'à ce jour inégalées, le matériau liège reste une solution incontournable pour une parfaite conservation des vins.

Néanmoins, les exigences croissantes des consommateurs pour des produits avec « zéro défaut » obligent toute la filière liège à développer des solutions techniques pour proposer des bouchons parfaitement homogènes tant sur le point de leurs propriétés physiques que sur leur garantie d'absence de déviations organoleptiques. Un grand nombre de travaux de recherche a porté sur l'éradication des « goûts et odeurs de moisi » liés à la présence de molécules de la famille des chloroanisoles et tout par-

ticulièrement le 2,4,6-trichloroanisole.

Un certain nombre de fournisseurs de bouchons en liège proposent aujourd'hui des procédés innovants pour tenter d'apporter une solution à ce défaut de « goût de moisi ».

Oeneo Bouchage a ainsi développé, conjointement avec le Laboratoire des Fluides Supercritiques et des Membranes de Pierrelatte (Commissariat à l'Énergie Atomique), un procédé d'extraction par CO<sub>2</sub> supercritique (procédé Diamant®) qui élimine avec la meilleure efficacité d'extraction possible les composés organiques indésirables cibles, les chloroanisoles et leurs précurseurs (chlorophénols).

Le principe de l'extraction par fluide supercritique est décrit dans l'article « *Les fluides supercritiques: une innovation au service du bouchon de liège - Partie 1/2* » (1). Les étapes de validation du procédé Diamant® sont reprises dans l'article « *Les fluides supercritiques: une innovation au service du bouchon de liège - Partie 2/2* » (2).

Ils confirment à la fois que les résultats en 2,4,6-TCA relargable résiduel sur liège traité en phase industrielle sont systématiquement au-dessous de la limite de

quantification de la méthode analytique (soit < 0,5 ng/L.) et que les performances organoleptiques du bouchon Diam® sont excellentes (*AWRI - 36 mois*).

Tout au long de la phase de validation de ce procédé et durant les tests de dégustation comparative menés par des dizaines de clients et prospects partout dans le monde, il est apparu à Oeneo Bouchage que les vins bouchés avec le bouchon Diam® se caractérisent par une plus grande netteté organoleptique, un meilleur fruité, une meilleure franchise (*Wine Estate Special edition 2005*).

Suite à ces résultats, Oeneo Bouchage a lancé début 2005 un programme de recherche avec l'objectif de vérifier si la netteté organoleptique des vins bouchés Diam® est uniquement corrélée à l'éradication du 2,4,6-trichloroanisole ou à l'extraction d'autres molécules aromatiques présentes dans le matériau liège.

Le travail présenté dans cet article résume les premiers résultats de cette étude.

## Matériel et méthodes

### Matières analysées

Afin d'accentuer les différences éventuelles tant sur le plan des descripteurs sensoriels que des résultats analytiques, nous avons fait le choix de travailler directement sur de la farine de liège et sur les extraits correspondants (récupérés en sortie de séparateur après détente du CO<sub>2</sub>).

Sur une durée de 2 mois, 5 lots de production de farine de liège (avant et après traitement par le procédé Diamant®) sont prélevés de manière aléatoire afin de travailler sur un échantillonnage de farine de liège le plus diversifié possible. Les teneurs en 2,4,6-TCA relargable sont comprises entre 10 et 15 ng/l pour la farine non traitée et sont inférieures à la limite de quantification pour la farine traitée.

Le procédé Diamant® étant aujourd'hui industrialisé, nous avons eu l'opportunité de disposer d'extraits résultants de l'extraction de molécules par CO<sub>2</sub> supercritique sur plusieurs batches de liège (6 tonnes au total). Ces extraits sont fortement concentrés ce qui nous a permis d'accéder à des molécules qui sont naturellement présentes dans le matériau liège en très faibles concentrations ou à l'état de traces. Les extraits collectés se présentent sous la forme d'une émulsion liquide avec un léger surnageant. Les fractions liquides et solides sont séparées par filtration sur membrane et analysées individuellement.

\* Nous remercions les intervenants suivants ainsi que leurs équipes pour leur contribution à l'obtention de ces résultats au cours de cette étude: Laboratoire d'Analyses des Arômes et d'Œnologie de l'université de Zaragoza (LAAE - Espagne); Martin Vialatte Œnologie (Epernay - France); Laboratoire d'Œnologie Rière (Perpignan - France); Fabrice Rayroux - Œnologue expert (Suisse); Jean-Marie Aracil - AJM Conseil (Le Boulou - France).

(1) Lumia Guy et Perre Christian, *Les fluides supercritiques - une innovation au service du bouchon de liège - partie 1/2. Revue des Œnologues n° 117 spécial, 2005.*

(2) Lumia Guy et Aracil Jean-Marie, *Les fluides supercritiques - une innovation au service du bouchon de liège - partie 2/2. Revue des Œnologues n° 118, 2006.*

**Tableau 1: Inventaire des molécules identifiées dans les fractions liquide et solide de l'extrait du procédé Diamant®.**

| Composés                                       | Méthode | m/z           | Extrait          |                 |
|--|---------|---------------|------------------|-----------------|
|  |         |               | Fraction liquide | Fraction solide |
| 2-propanone                                    | MS      | 43-58         | D                |                 |
| 2-butenal                                      | MS      | 41-69-70      | D                |                 |
| 3-buten-2-one,3-methyl                         | MS      | 43-69-84      | D                |                 |
| pentanal                                       | MS      | 41-44-57-58   | D                |                 |
| butanal,3-methyl-                              | MS      | 44-58-71-86   | D                |                 |
| acetic acid                                    | MS      | 43-45-60      | D                |                 |
| furan,tetrahydro-2,5-dimethyl                  | MS      | 41-43-56-85   | D                |                 |
| 2-propanone-1-hydroxy                          | MS      | 43-74         | D                |                 |
| 1-pentanol                                     | MS      | 42-55-70      | D                |                 |
| 2-buten-1-ol,3-methyl ou 3-buten-2-ol,2-methyl | MS      | 41-53-71-86   | D                |                 |
| 2-butenal-3-methyl                             | MS      | 41-55-84      | D                | D               |
| 2-hexanone ou 3-hexanone                       | MS      | 43-58         | D                | D               |
| hexanal  | MS, GC  | 44-56-57      | D                | D               |
| 2-butanone, 4-hydroxy                          | MS      | 43-70-88      | D                | D               |
| furfural                                       | MS      | 39-95-96      | D                |                 |
| 2-furanmethanol ou 3-furanmethanol             | MS      | 53-81-97-98   | D                | D               |
| 2-hexanone,3,4-dimethyl                        | MS      | 43-72         | D                | D               |
| cyclohexene,1-acetyl                           | MS      | 81-43-109     | D                | D               |
| cyclopentene, 1,2-dimethyl-4methylene          | MS      | 77-91-93-108  | D                | D               |
| 2-heptanone                                    | MS      | 43-58         | D                | D               |
| heptanal                                       | MS, GC  | 44-55-70      | D                | D               |
| cyclopentene, 1-ethenyl-3-methylene            | MS      | 91-106        | D                |                 |
| 2-acetylfuran                                  | MS      | 95-110        | D                |                 |
| 2(5H)-furanone                                 | MS      | 55-84         | D                |                 |
| phenol, dimethyl (2,5 ou 2,4 ou 3,4)           | MS      | 107-122       | D                | D               |
| 2,5-hexanedione                                | MS      | 43-99         | D                | D               |
| 2-heptenal                                     | MS, GC  | 41-55-83-70   |                  | D               |
| benzaldehyde                                   | MS      | 77-105-106    | D                | D               |
| 6-hepten-1-ol                                  | MS      | 54-67-81      | D                |                 |
| cycloheptanol                                  | MS      | 57-68-81-96   | D                |                 |
| 1-heptanol                                     | MS      | 43-56-70      | D                | D               |
| 1-octen-3-ol                                   | MS, GC  | 43-57-72      | D                | D               |
| 5-hepten-2-one-6-methyl                        | MS      | 43-55-69-108  | D                |                 |
| beta-myrcene                                   | MS      | 41-69-93      |                  | D               |
| 5-hetpen-2-ol, 6-methyl                        | MS      | 41-69-95-110  | D                |                 |
| decane   | MS      | 43-57-71-85   |                  | D               |
| octanal  | MS, GC  | 41-57-84-69   | D                | D               |
| benzene,1,4-dichloro                           | MS      | 111-146-148   | D                |                 |
| 1H-pyrrole-2-carboxaldehyde                    | MS      | 66-94-95      | D                |                 |
| benzene,1- methyl-3-(1-methylethyl)            | MS      | 91-119-134    |                  | D               |
| limonene                                       | MS, GC  | 68-93-107-136 | D                | D               |
| 1-hexanol,2-ethyl                              | MS,GC   | 41-57-70-83   | D                |                 |
| 2,5 furandione,3,4-dimethyl                    | MS      | 54-82-126     |                  | D               |
| benzyl alcohol                                 | MS      | 77-79-107-108 | D                | D               |
| benzene alkyl (ethyl,dimethyl)                 | MS      | 91-119        |                  | D               |
| 2-octenal                                      | MS,GC   | 41-55-70-83   |                  | D               |
| benzaldehyde,4-methyl ou (2-methyl)            | MS      | 91-119-120    | D                | D               |
| benzene alkyl (ethyl,dimethyl)                 | MS      | 91-119        |                  | D               |
| p-cresol (phenol-4-methyl)                     | MS,GC   | 77-107-108    | D                | T               |
| benzene alkyl (ethyl,dimethyl)                 | MS      | 91-119        |                  | D               |
| guaïacol (phenol, 2-methoxy-)                  | MS,GC   | 81-109-124    | D                | T               |
| benzene,1-methyl-4-(1-methylethyl)             | MS      | 91-119-134    | D                | D               |
| furan,3-[4-methyl-3-pentenyl]                  | MS      | 41-69-81-150  |                  | D               |
| undecane                                       | MS      | 43-57-71-85   |                  | D               |
| linalol  | MS,GC   | 55-71-93-121  | D                |                 |
| 6-methyl-3,5 heptadiene-2-one                  | MS      | 43-79-81-109  | D                | D               |
| nonanal  | MS,GC   | 57-82-95-98   |                  | D               |
| maltol   | MS      | 55-71-126     | D                |                 |
| phenyl ethyl alcohol                           | MS      | 65-91-92-122  | D                |                 |
| hexanoïc acid                                  | MS      | 41-60-73-87   | D                |                 |

## Analyses des farines de liège

### Approche sensorielle

Des analyses sensorielles comparatives sont mises en place sur macérât de farine de liège avant et après traitement :

- Par deux jurys de dégustation indépendants
- Dans différentes matrices (vin, solution hydro-éthanolique à 12 % v/v acidifiée à pH 3,5),
- Dans diverses conditions de stockage de durée et de température (10 jours à 40 °C - 15 jours à température ambiante).

Les objectifs sont les suivants :

1. Comparer les profils sensoriels avant et après traitement
2. Mettre en évidence les descripteurs organoleptiques les plus caractéristiques
3. Mesurer les intensités de ces descripteurs sur une échelle de 0 (absence de défaut) à 3 (seuil de saturation à la dégustation).

### Approche analytique

Les farines de liège sont analysées par différentes techniques de préparation d'échantillon complémentaires (headspace-microextraction en phase solide, extraction liquide-liquide, extraction en phase solide...).

Les échantillons sont analysés (approche qualitative) par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (méthodologies internes développées par GAEA Analytic). Les composés sont identifiés par comparaison de leur spectre de masse avec les spectres de masse des bases de données Nist et Wiley, ou pour certaines molécules par les temps de rétention et spectre de masse des standards chimiques.

### Analyse des extraits Diamant®

#### Approche sensorielle

L'impact organoleptique de l'extrait est évalué par enrichisse-

ment d'un vin blanc (chardonnay) par les fractions liquide ou solide (dissoutes dans l'éthanol) à différents pourcentages (0,05 - 0,1 - 0,2 - 0,4 - 0,8 - 1,6 et 3,2 % - v/v). Les analyses sensorielles sont réalisées par deux jurys de dégustation indépendants. Les objectifs sont :

1. Comparer les profils sensoriels des vins blancs témoin et surchargés.
2. Mettre en évidence les descripteurs organoleptiques les plus caractéristiques.
3. Mesurer les intensités de ces descripteurs sur une échelle de 0 (absence de défaut) à 10 (seuil de saturation à la dégustation).

### Approche analytique

La même approche analytique que précédemment est suivie sur les fractions liquides et solides des extraits collectés afin de vérifier si le procédé Diamant® permet d'extraire des molécules aromatiques autres que le 2,4,6-TCA.

### Résultats et discussion

#### Farine de liège

Les résultats du premier panel de dégustation (4 œnologues) dans un vin blanc révèlent des profils aromatiques différents entre les macérâts de farine de liège avant et après traitement. Avant traitement, le macérât de liège a une forte intensité aromatique caractérisée par la présence de notes légère et moisie prédominantes.

Après traitement Diamant®, le macérât de liège se caractérise par une intensité aromatique nettement plus faible et une franchise remarquable liée à l'absence de notes légère et moisie, et une perception en bouche beaucoup plus « ronde et soyeuse ».

Un second panel de dégustation (8 sujets entraînés) montre dans un simulat vin un changement complet du profil aromatique de

■ **Tableau 1 (suite): Inventaire des molécules identifiées dans les fractions liquide et solide de l'extrait du procédé Diamant®.**

| Composés  | Méthode | m/z              | Extrait          |                 |
|---|---------|------------------|------------------|-----------------|
|   |         |                  | Fraction liquide | Fraction solide |
| benzene alkyl   | MS      | 91-119           |                  | D               |
| benzene alkyl   | MS      | 91-119           |                  | D               |
| benzyl alcohol, o-methyl  | MS      | 91-104-107-122   | D                | D               |
| benzene,1,2-dimethoxy   | MS      | 77-95-123-138    | D                |                 |
| 2-nonenal   | MS,GC   | 43-55-70-83      |                  | D               |
| phenol,alkyl  | MS      | 107-121-150      | D                |                 |
| benzoïc acid  | MS      | 51-77-105-122    | D                |                 |
| 1-nonanol   | MS      | 43-56-70         |                  | D               |
| p-cresol (phenol-2-methoxy-4-methyl)                                    | MS      | 95-123-138       | D                |                 |
| octanoïc acid   | MS, GC  | 43-60-73-85-101  | D                | T               |
| 4-methyl-acetophenone   | MS      | 91-119-134       | D                |                 |
| alpha terpineol   | MS      | 59-93-121-136    | D                | D               |
| octanoïc acid, ethyl ester  | MS      | 41-57-88-101-127 | D                |                 |
| dodecane  | MS      | 43-57-71-85      |                  | D               |
| decanal   | MS,GC   | 43-57-70-82      | D                | D               |
| 2,5-cyclohexadiene-1,4-dione,2,3,5-trimethyl                            | MS      | 79-107-122-150   | D                |                 |
| ethanol,2-phenoxy   | MS      | 77-94-138        | D                |                 |
| 2,6 octadien-1-ol,3,7-dimethyl  | MS      | 41-69-154        | D                | D               |
| benzothiazole   | MS      | 69-82-108-135    | D                |                 |
| bicyclo [2,2,1] hept-2-ene,1,7,7-trimethyl (bornylene)                  | MS      | 93-108-121-136   | D                |                 |
| anisole, isopropyl,methyl (isomere)                                     | MS      | 149-164          | D                | D               |
| anisole,isopropyl,methyl (isomere)                                      | MS      | 149-164          | D                | D               |
| 2-oxabicyclo[2,2,2] octan-6-ol,1,3,3-trimethyl                          | MS      | 43-71-108-126    | D                |                 |
| bicyclo[2,2,1]heptane-2,5-dione,1,7,7-triméthyl                         | MS      | 83-109-123-166   | D                |                 |
| 2,6 octadienal,3,7-dimethyl   | MS      | 41-69-84-152     | D                | D               |
| 1-dodecene  | MS      | 41-55-69-83      | D                |                 |
| nonanoïc acid   | MS      | 60-73-115-129    | D                | T               |
| 2-undecanone  | MS      | 43-58-71         |                  | D               |
| benzene methanol,4-(1-methylethenyl) (p-cymene-7-ol)                    | MS      | 105-119-135-150  | D                |                 |
| nonanoïc acid, ethyl ester  | MS      | 88-101-141       | D                |                 |
| 4-decenoïc acid,methyl ester  | MS      | 55-69-74-110     |                  | D               |
| phenol-2-methoxy-4-vinyl  | MS      | 77-107-135-150   | D                |                 |
| p-benzoquinone,2,3,5,6-tetramethyl                                      | MS      | 93-121-136-164   | D                | D               |
| benzene,1,3,5-trichloro-2-methoxy (2,4,6-trichloroanisole)              | MS, GC  | 195-210-212      | T                | D               |
| 2(3H)-furanone,dihydro-5-pentyl   | MS      | 85-              | D                | D               |
| 2-undecenal   | MS      | 41-55-70-83      |                  | D               |
| inconnu sesquiterpene   | MS      | 105-119          |                  | D               |
| 5-tetradecene   | MS      | 55-69-83-97      |                  | D               |
| 2-dodecanone  | MS      | 43-58-71         |                  | D               |
| decanoïc acid, ethyl ester  | MS      | 43-73-88-101     | D                |                 |
| tetradecane   | MS      | 43-57-71-85      |                  | D               |
| 2-undecanone,6,10-dimethyl  | MS      | 43-58-71-180     |                  | D               |
| vanillin (benzaldehyde-2-hydroxy-3-methoxy)                             | MS      | 106-109-152      | D                |                 |
| dodecanal   | MS      | 43-57-82         | D                |                 |
| caryophyllene   | MS      | 63-69-93-105     |                  | D               |
| 1,2-dimethoxy-3,5-dichloro-benzene                                      | MS      | 128-163-191-206  |                  | D               |
| naphthalene, 2,7-dimethyl   | MS      | 115-128-141-156  | D                |                 |
| 5,9-undecadien-2-one-6,10-dimethyl (geranyl acetone)                    | MS      | 41-43-69         | D                | D               |
| vanillyl alcohol (4-hydroxy-3-methoxybenzyl alcohol)                    | MS      | 93-125-137-154   | D                |                 |
| 1H cycloprop[e]azulene, decahydro1,1,7- triméthyl-4-méthylene           | MS      | 105-119-161-204  |                  | D               |
| 2,5-cyclohexadiene-1,4-dione,2,6-bis(1,1-diméthylethyl)-                | MS      | 135-177-205-220  | D                |                 |
| azulene,1,2,3,4,4a,5,6,8a-octahydro-1,4-diméthyl-7-(1-méthylethenyl)    | MS      | 105-119-204      |                  | D               |
| inconnu sesquiterpene   | MS      | 105-119          |                  | D               |
| cyclododecane   | MS      | 41-55-69-83-97   |                  | D               |
| cis[-]-2,4a,5,6,9a hexahydro-3,5,5,9-tetraméthyl (1H)-benzocycloheptene | MS      | 105-119-133-204  |                  | D               |
| inconnu sesquiterpene   | MS      | 105-119          |                  | D               |
| benzene alkyl   | MS      | 91-119           | D                | D               |
| acetovallinone (phenol-2-methoxy-4-acetyl)                              | MS      | 108-123-151-166  | D                |                 |
| longifolene   | MS      | 105-119-161-204  |                  | D               |
| 2H-pyran-2-one,tetrahydro-6-pentyl                                      | MS      | 55-77-99-114     | D                |                 |

■ **Tableau 1 (suite et fin): Inventaire des molécules identifiées dans les fractions liquide et solide de l'extrait du procédé Diamant®.**

| Composés   | Méthode | m/z              | Extrait          |                 |
|--|---------|------------------|------------------|-----------------|
|  |         |                  | Fraction liquide | Fraction solide |
| naphtalene,1,2,4a,5,6,8a,hexahydro-4,7-dimethyl-1-(methylethyl)                          | MS      | 105-119-161-204  |                  | D               |
| benzene,1-methyl-4-(1,2,2-trimethylcyclopentyl) (cuparene)                               | MS      | 105-119-132-202  |                  | D               |
| naphtalene,1,2,3,4,4a,5,6,8a,octahydro-7-methyl-4-methylene-1-(methylethyl) (mururolene) | MS      | 105-119-161-204  |                  | D               |
| 3,5,9-undecatrien-2-one-6,10-dimethyl  | MS      | 41-69-81-109-124 | D                |                 |
| 1H-2-benzopyran-1-one,3,4-dihydro-8-hydroxy-3-methyl                                     | MS      | 134-149-160-178  | D                |                 |
| 1,6,10-dodecatrien-3-ol,3,7,11-trimethyl   | MS      | 41-69-93-107     |                  | D               |
| vanillic acid  | MS      | 97-125-153-168   | D                |                 |
| inconnu sesquiterpene  | MS      | 105-119          |                  | D               |
| dodecanoic acid  | MS      | 60-73-129-200    | D                |                 |
| 2,6,10-dodecatrien-3-ol,3,7,11-trimethyl   | MS      | 41-69-93-107     |                  | D               |
| hexadecane   | MS      | 43-57-71-85      |                  | D               |
| inconnu sesquiterpene  | MS      | 105-119          |                  | D               |
| naphthalene,2,3,4,4a,5,6-hexahydro-1,4a-dimethyl-7(1-methylethyl)                        | MS      | 105-119-161-204  | D                |                 |
| inconnu sesquiterpene  | MS      | 105-119          |                  | D               |
| inconnu sesquiterpene  | MS      | 105-119          |                  | D               |
| inconnu sesquiterpene  | MS      | 105-119          |                  | D               |
| copaene ou cucubene  | MS      | 105-119-161-204  |                  | D               |
| inconnu sesquiterpene  | MS      | 105-119          |                  | D               |
| syringaldehyde (benzaldehyde, 4-hydroxy-3,5-dimethoxy)                                   | MS      | 139-167-181-182  | D                |                 |
| inconnu sesquiterpene  | MS      | 105-119          |                  | D               |
| naphtalene,1,6,dimethyl-4-(1-methylethyl)  | MS      | 153-168-183-198  |                  | D               |
| heptadecane  | MS      | 43-57-71-85      |                  | D               |
| 4-hydroxy-2-methoxycinnamaldehyde  | MS      | 135-147-161-178  | D                |                 |
| 2,6,10-dodecatrienol,3,7,11-trimethyl  | MS      | 41-69-84         |                  | D               |
| 3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzaldehyde  | MS      | 191-203-219-234  | D                |                 |
| tetradecanoic acid   | MS      | 43-55-60-73      | D                |                 |
| octadecane   | MS      | 43-57-71-85      |                  | D               |
| benzophenone,2,4,6-trimethyl   | MS      | 77-147-209-223   | D                |                 |
| phenol,2,3,5,6-tetrachloro-4-methoxy   | MS      | 246-247-260-262  | D                |                 |
| longifolenaldehyde   | MS      | 109-135-205-220  | D                |                 |
| 2-pentadecanone,6,10,14-trimethyl  | MS      | 43-58-71-109     |                  | D               |
| 1-hexadecene   | MS      | 55-69-83-97-111  | D                |                 |
| nonadecane   | MS      | 43-57-71-85      |                  | D               |
| inconnu sesquiterpene  | MS      | 105-119          |                  | D               |
| hexadecanoic acid  | MS      | 43-60-73-129     | D                |                 |
| hexadecanoic acid, ethyl ester   | MS      | 43-88-101-157    | D                |                 |
| heptadecanoic acid   | MS      | 60-73-129-270    |                  | D               |
| 1-heptadecene  | MS      | 55-69-83-97-111  |                  | D               |
| 9,12-octadecadienoic,acid  | MS      | 55-67-81-95-110  |                  | D               |
| 9-octadecenoic acid  | MS      | 41-55-69-83-97   |                  | D               |
| octadecanoic acid  | MS      | 43-57-60-73      | D                |                 |
| 15-heptadecenal  | MS      | 55-69-83-97      |                  | D               |
| 1-octadecene   | MS      | 55-69-83-97-111  |                  | D               |
| 2-nonadecanone   | MS      | 43-58-71-85-96   |                  | D               |
| octadecanal  | MS      | 57-69-82-96-109  |                  | D               |
| eicosanoic acid  | MS      | 57-73-129-312    |                  | D               |
| 5-nonadecene   | MS      | 69-83-97-111-266 |                  | D               |
| 1,19-eicosadiene   | MS      | 55-69-82-96      |                  | D               |
| 1-eicosanol  | MS      | 57-69-83-97-111  |                  | D               |
| 3-eicosene   | MS      | 57-69-83-97-111  |                  | D               |
| docosanoic acid  | MS      | 57-73-129-140    |                  | D               |
| 1-docosene   | MS      | 55-97-111-308    |                  | D               |
| 1-docosanol  | MS      | 55-97-111-308    |                  | D               |
| 1-tricosene  | MS      | 57-83-97-111-322 |                  | D               |
| 1-tetracosanol   | MS      | 55-97-111-336    |                  | D               |
| squalene   | MS      | 81-121-137-149   |                  | D               |

MS: identification basée sur les bases de données Nist, Wiley. D : détecté / T : traces.

GC: identification confirmée par le temps de rétention et le spectre de masse du stanford chimique.

la farine de liège traitée Diamant® avec:

- Une plus grande neutralité organoleptique de la farine de liège traitée,
- Une élimination du descripteur moisi ainsi qu'une nette diminution des notes type humus/champignon - cuir/synthétique - phénol et alcool/notes agressives
- Une meilleure expression des notes florale et vanillée (*figure 1*).

Les résultats de ces deux panels de dégustation indépendants sont similaires. Ils confirment une meilleure neutralité organoleptique de la farine traitée.

Ils montrent que l'élimination de certaines notes négatives de type moisi, champignon, humus... permet une meilleure expression d'autres notes aromatiques positives naturellement présentes dans le matériau liège.

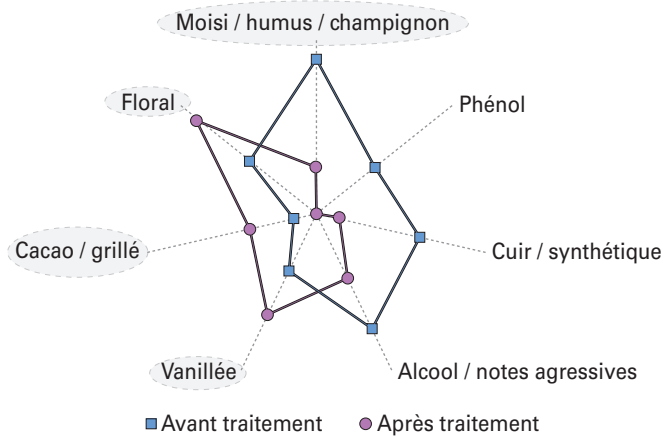
La présence des notes vanillée et cacao/grillé pour la farine de liège traitée Diamant® n'est pas liée à une dégradation thermique. Le traitement par CO<sub>2</sub> supercritique a lieu à basse température (proche de 50 °C) et est couramment utilisé en agroalimentaire et en parfumerie pour justement préserver les molécules volatiles sensibles à la température.

#### Extraits Diamant®

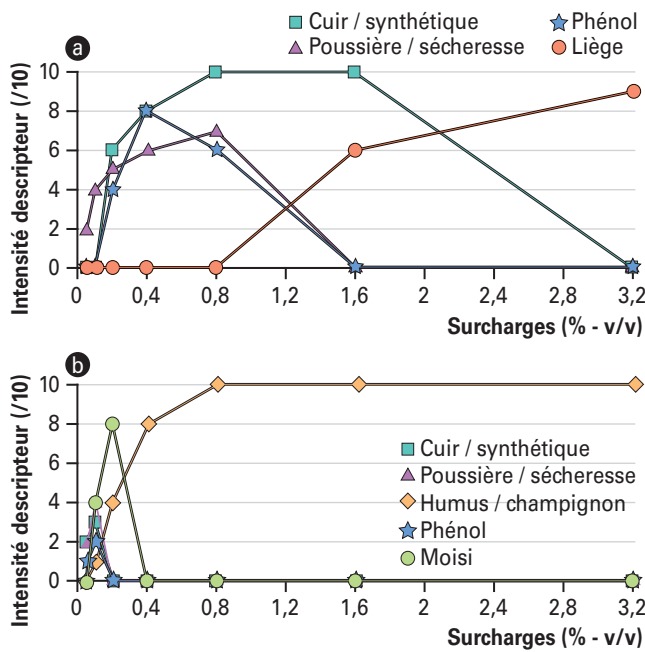
Les résultats de deux panels de dégustation indépendants montrent une modification très significative du profil organoleptique des vins enrichis en extraits par rapport au vin témoin.

Pour les vins surchargés en fraction liquide de l'extrait, des notes de type cuir/synthétique - phénol - poussière/sécheresse apparaissent dès les faibles concentrations avec une intensité qui augmente avec les pourcentages d'enrichissement. Néanmoins, au plus fort enrichissement, les descripteurs phénol, poussière et sécheresse sont masqués par la note liège qui est prédominante

■ **Figure 1:** Profils sensoriels des macérâts de farine de liège avant et après traitement par le procédé Diamant®. Les descripteurs entourés signalent une différence significative (95 %) en appliquant le test chi-carré.



■ **Figure 2:** Résultats d'analyse sensorielle descriptive quantitative (sur une échelle de 10) de vin surchargé à différents enrichissements de fractions liquide (2a) et solide (2b) de l'extrait du procédé Diamant®.



avec une très forte intensité de 10/10. Une perception agressive est alors perçue en bouche (figure 2a).

Pour les vins surchargés en fraction solide, les notes de type poussière/sécheresse évoluent progressivement vers des notes humus, sous-bois, champignon en passant par un descripteur moisi d'intensité moyenne à forte lorsque le pourcentage d'enrichissement augmente.

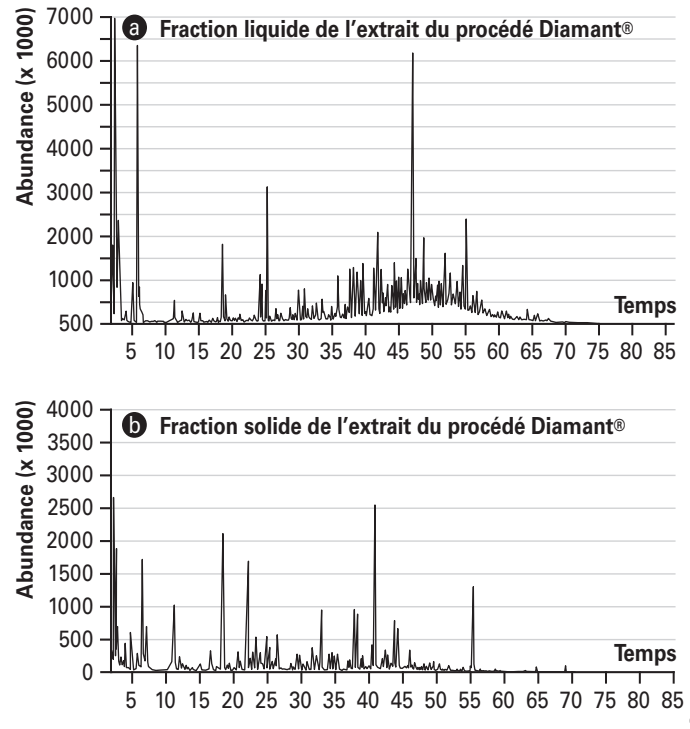
Aux fortes surcharges, le descripteur humus, sous-bois, cham-

pignon est prédominant avec une très forte intensité (10/10) (figure 2b).

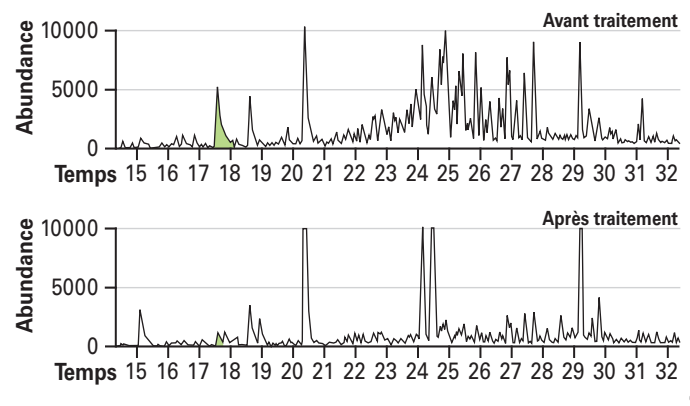
Les notes aromatiques décrites au cours de cette étude d'enrichissement (synthétique/cuir - poussière/sécheresse - liège - moisi - humus/champignon) sont identiques à celles citées par les panels de dégustations lors des analyses organoleptiques réalisées avec des macérâts de farine de liège non traitée.

Les analyses chromatographiques réalisées sur les fractions solide et liquide des extraits Dia-

■ **Figure 3:** Exemples de chromatogrammes (spectrométrie de masse courant ionique total) des fractions liquide (3a) et solide (3b) de l'extrait du procédé Diamant® (technique de préparation: headspace - micro-extraction en phase solide).



■ **Figure 4:** Exemples de chromatogrammes du 1-octen-3-ol (spectrométrie de masse extract ion 57) de farine de liège avant et après traitement par le procédé Diamant®.



mant® mettent en évidence la présence de plus de 150 molécules, dont un très grand nombre peut être identifié (figures 3a, 3b et tableau 1).

Ces molécules appartiennent à diverses familles chimiques: alcools, cétones, aldéhydes, acides, esters, composés phénoliques, anisoles, furanes, furanones, pyranones; alkylbenzènes, hydrocarbures; terpènes, sesquiterpènes...

Les analyses chromatographiques réalisées sur le liège avant et après traitement montrent des différences de profils sur les familles chimiques précédemment citées. À titre d'exemples, l'impact du procédé sur les sesquiterpènes, les anisoles isopropyl méthyl (isomères) et le 1-octen-3-ol est illustré sur les figures 4, 5 et 6.

Certaines des molécules identifiées précédemment par GC-MS. peuvent être associées à des notes aromatiques mises en évidence lors de cette étude:

- 1-octen-3-ol associé au descripteur humus/champignon
  - p-cresol; guaiacol et acide octanoïque associés aux descripteurs phénol - cuir - synthétique.
  - vanilline (et autres dérivés) associés aux descripteurs vanille
  - furanes associés aux descripteurs Cacao/Grillé
- Ces corrélations sont confirmées par des analyses GC-Olfactométrie (non détaillées dans cet article).

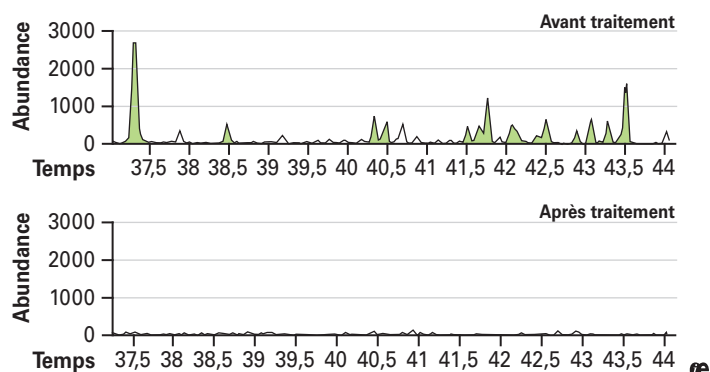
Cette étude met clairement en évidence que le procédé Diamant® développé pour l'éradication du 2,4,6-TCA de la farine de liège permet d'extraire un très grand nombre d'autres molécules aromatiques appartenant à diverses familles chimiques (alcools, cétones, aldéhydes...).

Cette extraction induit un changement très significatif du profil sensoriel de la farine de liège après traitement. La farine de liège ainsi traitée par CO<sub>2</sub> supercritique est caractérisée par une neutralité organoleptique nettement plus grande ainsi que par l'expression de certaines notes aromatiques positives de type floral, vanille, cacao (grillé) naturellement présentes dans le matériau liège mais masquées en temps normal par d'autres notes aromatiques moins positives (humus/champignon, phénol - cuir/synthétique...).

Ces résultats constituent une première explication aux commentaires des panels de dégustation lors des tests comparatifs, en particuliers concernant les caractères plus fruités, plus francs, plus nets des vins bouchés avec Diamant®.

Cette étude se poursuit actuellement afin de quantifier les molécules présentes dans le liège et d'évaluer leur impact organoleptique réel. ■

■ **Figure 5 :** Exemples de chromatogrammes de structures sesquiterpènes (spectrométrie de masse extract ion 119) de farine de liège avant et après traitement par le procédé Diamant®.



■ **Figure 6 :** Exemples de chromatogrammes d'isomères d'anisole isopropyl méthyle (spectrométrie de masse extract ion 149) de farine de liège avant et après traitement par le procédé Diamant®.

