

## Conduite de la distillation pour l'optimisation de la qualité d'un arôme d'orange.

### Résumé :

Bien que certaines liqueurs soient produites depuis très longtemps, leur élaboration demeure souvent empirique par manque de données scientifiques. En couplant des analyses sensorielles et chimiques des matières premières et du produit fini, des composés marqueurs de l'arôme d'orange ont été identifiés. Ils ont alors servi à étudier chaque étape du procédé et proposer des améliorations ou des simplifications. Il ressort de cette étude que la distillation est l'étape clef. L'étude du comportement des composés d'arômes durant celle-ci, la mesure de leurs données d'équilibre liquide-vapeur en fonction de la teneur en éthanol et la mise en place d'un module de simulation, ont permis de mieux comprendre les phénomènes et donc de proposer une conduite mieux maîtrisée.

### Contexte de la réalisation :

L'objectif de l'industriel partenaire était d'acquérir une connaissance approfondie de la composition de ses matières premières et de l'influence de celle-ci et du procédé sur les caractéristiques chimiques et organoleptiques de l'arôme, afin de définir des critères objectifs pour l'optimisation des différentes étapes du procédé.

### Résultats :

L'analyse combinée de la chromatographie en phase gazeuse couplée soit à la spectrométrie de masse, soit à l'olfactométrie, a permis d'identifier 51 composés volatils dans la matière première et 37 dans l'arôme produit. Parmi ces composés, seuls 7 ont été retenus par olfactométrie comme composés marqueurs d'arôme (**fig.1**). Ils ont été utilisés pour l'étude des étapes d'élaboration. La distillation s'est avérée être l'étape avec le plus grand impact sur la qualité de l'arôme. La quantification des marqueurs durant la distillation a permis d'étudier l'influence des paramètres de conduite et de caractériser leur comportement durant cette étape clef. Cette connaissance, associée à celle de leurs propriétés physico-chimiques, nous a conduits à proposer des modifications pertinentes validées par des essais sur site industriel.

Une simulation de l'étape de distillation a ensuite été réalisée en utilisant le logiciel BatchColumn développé par ProSim®. Les données d'équilibre liquide-vapeur de certains marqueurs n'étant pas disponibles dans les bases de données, elles ont dû être mesurées afin de déterminer le modèle thermodynamique approprié. La structure de la colonne de distillation, la composition de la charge et les paramètres de conduite (taux de reflux et débit de distillat) ont servi à programmer le module de simulation. La simulation donne une bonne représentation de la distillation telle qu'elle est menée sur site industriel et du comportement des composés d'arôme (**fig. 2**). Elle a mis en évidence l'influence de la présence des écorces dans le bouilleur (retard de la sortie de composés d'arômes et formation de certains par réactions chimiques) et permis d'expliquer le choix des coupes. Le partenaire industriel a d'ores et déjà modifié plusieurs étapes du procédé d'obtention de l'arôme.

### Perspectives :

Il serait intéressant d'élargir le nombre de composés d'arômes pris en compte pour caractériser plus finement la qualité sensorielle du distillat d'oranges amères d'une part et mettre en évidence d'autres réactions chimiques. Les outils de simulation permettent de tester l'impact de la composition de la charge du bouilleur, et de paramètres de conduite sur la composition du distillat. Il serait également intéressant de pouvoir automatiser la prise en compte des recyclages dans la simulation.

### Partenaires :

UMR1145 GENIAL (AgroParisTech, INRA), UMR782 GMPA (INRA, AgroParisTech), UMR5503 LGC (CNRS, INPT, UPS), ProSim®, Industriel

## Références :

Le travail a fait l'objet de 5 publications internationales, 3 posters avec actes et 2 conférences.

- Deterre S., Albet J., Joulia X., Baudouin O., Giampaoli P., Decloux M., Athes V. (2012). Vapor-Liquid Equilibria Measurements of Bitter Orange Aroma Compounds Highly Diluted in Boiling Hydro-Alcoholic Solutions at 101.3 kPa. *Journal of Chemical and Engineering Data*, 57(12), 3344-3356.
- Deterre S., Delarue J., Innocent C., Giampaoli P. (2012). Evaluation of bitterness intensity of citrus products by an untrained panel using relative-to-reference rating. *Food and Nutrition Sciences*, 3(1), 80-88.
- Deterre S., Rega B., Delarue J., Decloux M., Lebrun M., Giampaoli P. (2012). Identification of key aroma compounds from bitter orange (*Citrus aurantium* L.) products: Essential oil and macerate-distillate extract. *Flavour and Fragrance Journal*, 27, 77-88.
- Deterre S., Rega B., Delarue J., Teillet E., Giampaoli P. (2014). Classification of bitter orange essential oils (*Citrus aurantium* L.), based on a combination of chemical and sensory analyses of specific odor markers. *Journal of Essential Oil Research*, 26, 4, 254-262.
- Esteban-Decloux M., Deterre S., Kadir S., Giampaoli P., Albet J., Joulia X., Baudouin O. (2014) Two industrial examples of coupling experiments and simulations for increasing quality and yield of distilled beverages. *Food and Bioproducts Processing*, 92, 343-354.

## Contacts :

pierre.giampaoli@agroparistech.fr  
martine.esteban-decloux@agroparistech.fr

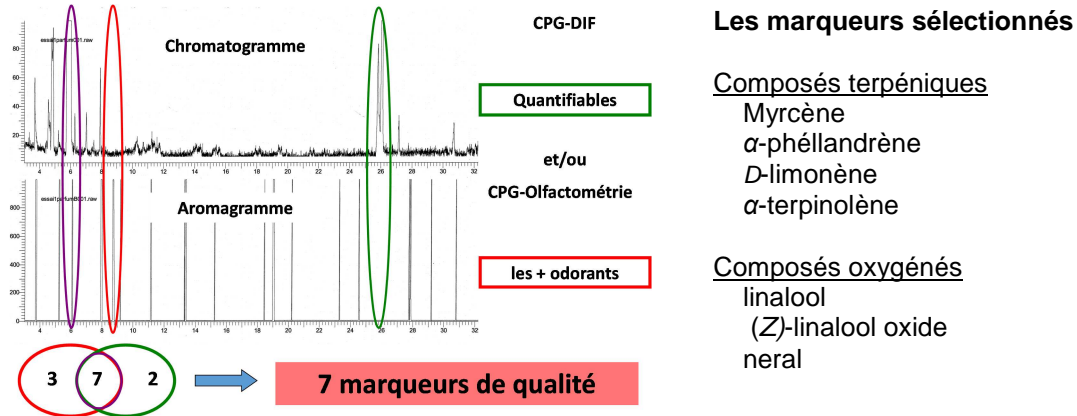


Figure 1 : Caractérisation des marqueurs d'arôme

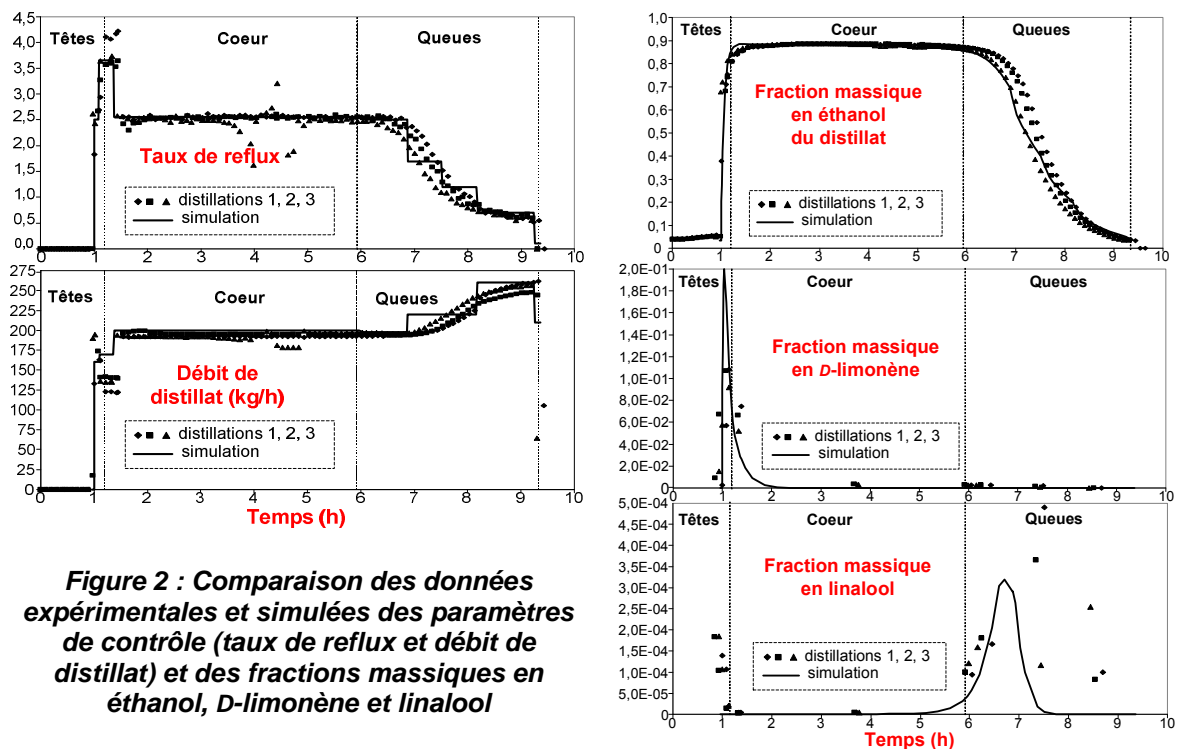


Figure 2 : Comparaison des données expérimentales et simulées des paramètres de contrôle (taux de reflux et débit de distillat) et des fractions massiques en éthanol, D-limonène et linalool