

Etude du comportement des composés volatils d'arôme au cours de la distillation des eaux-de-vie et simulation de leur comportement avec des logiciels développés par ProSim®

Contact : Martine ESTEBAN-DECLoux, Professeur AgroParisTech.

martine.decloux@agroparistech.fr

Unité : UMR Ingénierie Procédés Aliments (GENIAL)

Résumé : Fort de travaux antérieurs sur la distillation (Esteban-Decloux et al, 2014) montrant l'intérêt de la simulation pour une meilleure compréhension du comportement des composés volatils d'arôme, plusieurs thèses ont été conduites afin d'une part de mettre en évidence la production des composés néoformés durant la distillation en alambic (Awad et al. 2017) et d'autre part d'étudier le comportement des composés volatils d'arôme au cours des modes de distillation en alambic et en colonne multiétagée (Puentes et al., 2018a,b,c ; Douady et al., 2018). Elle ont permis de fournir des bases scientifiques à la conduite des unités par le biais de modules de simulation avec les logiciels BatchColumn et ProSimPlus développés par ProSim®.

Contexte et enjeux : La qualité des eaux-de-vie dépend de la composition en composés volatils d'arôme. Cette composition résulte de la combinaison de différents facteurs dont la distillation. Malgré le fait que cette opération soit pratiquée depuis plusieurs siècles, sa conduite s'appuie essentiellement sur des connaissances empiriques, sans qu'il existe une véritable compréhension du comportement des composés volatils d'arôme. En France, la production des eaux-de-vie traditionnelles est basée sur deux méthodes de distillation : (i) distillation continue avec reflux dans des colonnes multiétagées et (ii) distillation discontinue dans des alambics simples avec recyclages de nombreuses fractions. Les travaux conduits avaient pour objectifs de fournir des bases scientifiques à la conduite des unités de distillation.

Résultats : Les travaux sur les composés néoformés durant la distillation en alambic (Awad et al., 2017) a montré qu'ils se forment principalement durant la distillation du vin et qu'ils concernent 2 esters, 3 aldéhydes, 3 terpènes et 12 norisoprenoids. 4 actinidols, le furfural et l'isobutanol sont même totalement formés durant cette étape.

La première partie des travaux de la thèse e Puentes (2017) a été consacrée à l'acquisition de données d'équilibre liquide-vapeur des composés volatils d'arôme en milieu hydroalcoolique pour

l'identification du modèle NRTL, en suivant trois approches complémentaires : recherche dans la littérature (Puentes et al., 2018a), détermination expérimentale (Puentes et al., 2018b) et prédiction théorique avec les modèles UNIFAC et COSMO. Grâce à la connaissance acquise sur les volatilités relatives par rapport à l'éthanol et à l'eau, les composés volatils d'arôme ont pu être classés en trois groupes : composés légers, composés intermédiaires et composés lourds. La deuxième partie des travaux a porté sur la construction et la validation des modules de simulation, après réconciliation des données issues de la caractérisation expérimentale des unités de distillation multiétagées à fonctionnement continu (Puentes et al., 2018c) et des unités de distillation en discontinu (Douady et al., 2018). Cette investigation démontre que la simulation est un outil d'ingénierie performant dans le domaine des eaux-de-vie. Les résultats de la simulation ont permis d'affiner la classification des composés intermédiaires en trois catégories supplémentaires selon leur profil de concentration dans la colonne et leur taux de récupération dans le distillat. Enfin, cet outil a mis en évidence que certains paramètres opératoires de la distillation multiétagée en continue, notamment l'augmentation de la teneur en éthanol du distillat ainsi que l'extraction de queues, favorisent la séparation préférentielle de certaines espèces de volatilité faible ou intermédiaire par rapport à l'éthanol.

Perspectives : L'ensemble de ces travaux ont permis de faire un pas significatif dans la compréhension du comportement des composés volatils d'arôme durant la distillation en alambic et la distillation continue multiétagée. Ils vont se poursuivre dans le cadre d'une collaboration avec les syndicats de producteurs de l'armagnac (BNIA) et du calvados (IFPC) et de l'ENSIACET et la société ProSim.

Partenaires : Syndicats des producteurs des eaux-de-vie du réseau mixte technologique Fidèle (RMT-Fidèle) :

- le BNIA (Bureau National Interprofessionnel de l'Armagnac),
- le BNIC (Bureau National Interprofessionnel du Cognac)
- l'IFPC (Institut Français des Producteur de Cidre)
- l'UNGDA (Union Nationale du Groupement des Distillateurs d'Alcool).

Ainsi que :

- la Fondation Poupelain
- UMR GMPA
- LGC-ENSIACET
- ProSim

Références bibliographiques :

1. 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.
2. Awad P., Athès V., Esteban Decloux M., Ferrari G., Snakkers G., Raguenaud P., Giampaoli P. 2017. Evolution of volatile compounds during the distillation of cognac spirit. *Journal of Agricultural of Food and Chemistry*. 65, 7736–7748. DOI: 10.1021/acs.jafc.7b02406
3. Puentes, C., Joulia, X., Paricaud, P., Giampaoli, P., Athès V., Esteban-Decloux, M. 2018a. Vapor-liquid equilibrium of ethyl lactate highly diluted in ethanol-water mixtures at 101.3 kPa. Experimental measurements and thermodynamic modeling using semi-empirical models. *Journal of Chemical Engineering Data*. DOI: 10.1021/acs.jced.7b00770

4. Puentes, C., Joulia, X., Athès V., Esteban-Decloux, M. 2018b. Review and thermodynamic modeling with NRTL model of vapor-liquid equilibria (VLE) of aroma compounds highly diluted in ethanol-water mixtures at 101.3 kPa. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 57 3443-3470. DOI: 10.1021/acs.iecr.7b03857
5. Puentes C., Joulia X., Vidal J.-P., Esteban-Decloux M. 2018c. Simulation of spirits distillation for a better understanding of volatile aroma compounds behavior: Application to Armagnac production. *Food and Bioproducts Processing*, 112, 31-62. DOI: 10.1016/j.fbp.2018.08.010
6. Douady A., Puentes, C., Awad P., Esteban-Decloux M. 2018. Batch distillation of spirits: experimental study and simulation of volatile aroma compounds behaviour. *Journal of Institute of Brewing* (revision soumise).