Titre : "Emballages et vins, évaluation et gestion des risques sanitaires et organoleptiques : aptitude au contact alimentaire, déviation organoleptique, évolution profil sensoriel"

Auteurs : B. NICOLINI[1], D. GRANES[1], E. BONTEMPS
[1] Groupe Institut Coopératif du Vin La Jasse de Maurin F34970 LATTES

Résumé : De la vinification au conditionnement, le vin peut-être en contact avec de nombreux emballages ou contenants. Les matériaux entrants dans la composition de ces derniers sont de différents types chimiques et peuvent ne pas être inertes. Les interactions sont de 3 types : migration des composés de l'emballage vers le vin, sorption des molécules du vin vers l'emballage et transfert des gaz au travers de l'emballage. Les risques encourus peuvent être soit sanitaires soit organoleptiques. La maîtrise du risque sanitaire passe par le respect d'une démarche de validation de conformité d'aptitude au contact alimentaire. Elle doit être accompagnée par une validation de l'inertie organoleptique mais cette dernière n'est pas systématiquement prise en compte.

Nos travaux montrent que des substances du contenant ou de l'emballage bien que conformes aux prescriptions réglementaires peuvent amener un défaut organoleptique.

Par ailleurs, ces mêmes études indiquent que des contenants ou des emballages aptes au contact alimentaire, sans amener de défauts organoleptiques peuvent conduire à des profils organoleptiques différents. Enfin, des outils d'aide à la décision pour l'évaluation et la prévention des risques à la fois sanitaires et organoleptiques, liés aux matériaux d'emballages, sont présentés.

1. Introduction

L'une des évolutions majeures du conditionnement des vins, dans la dernière décennie, est l'émergence croissante d'emballages alternatifs à la bouteille en verre et au bouchon en liège, un très important développement de nouveaux matériaux d'emballages synthétiques tels que des bouchons, des outres à vin ou encore des bouteilles en PET. Le sujet de cet article est né de l'absence de références bibliographiques concernant les interactions entre les emballages synthétiques et les vins. Qu'en est-il de l'évolution des profils sensoriels des vins conservés avec des matériaux synthétiques polymériques de nature différente ? Existe-t-il des tests prédictifs permettant d'évaluer les risques organoleptiques des emballages avant leur utilisation ?

Cette étude fait partie d'un projet collaboratif de Recherche et Développement à 3 partenaires, dénommé TAPVIN, labellisé dans le cadre du pôle de compétitivité Qualiméditerrannée. Démarré en juin 2009, le projet est subventionné par la région Languedoc-Roussillon et par OSEO. Le Groupe ICV est le porteur de projet.

Nous présentons les essais comparatifs d'évaluation de l'impact sensoriel de différents emballages testés en conditions simulées et de tests en conditions réelles d'utilisation.

2. Matériel et Méthodes

2.1. Vin

L'étude est effectuée sur un vin blanc, cépage Chardonnay du millésime 2009, de l'Aude, choisi pour ses qualités aromatiques.

2.2. Emballages testés

Les emballages choisis sont les bouchons synthétiques car le mode de conditionnement des vins permet d'obtenir un conditionnement homogène pour toutes les modalités d'essais.

Les 7 bouchons synthétiques testés, sont choisis sur les critères suivants : représentativité du marché, variété des modes de fabrication, variété des matériaux de constitution. Ils appartiennent tous à une même gamme de bouchons quand à leur préconisation d'utilisation commerciale soit une conservation de vins de 6 à 24 mois. Les bouchons sont issus de lots de production industrielle. Des tests préliminaires d'aptitude au bouchage et d'analyse sensorielle (1) nous permettent de vérifier leur conformité aux spécifications de fabrication des fournisseurs ***et l'hétérogénéité entre les différents types de bouchons***. Ils présentent des propriétés mécaniques variables. Chaque lot est homogène et apte au bouchage. Les bouchons sont rendus anonymes pour les essais et pour toute communication. Ils sont dénommés de la façon suivante : A, B, C, D, E, F et G (tableau 1).

Tableau 1: caractéristiques des bouchons synthétiques sélectionnés pour l'étude

Code	**Mode de fabrication**	**Composition (*)**	**Préconisation d'emploi de conservation (*)**
A	Co-extrusion	Mousse centrale : 95% LDPE Pellicule : HDPE	24 mois
B	Injection-moulage	SBS (Styrène-Butadiène-Styrène)	24 mois
C	Extrusion-injection	PE (Polyéthylène Expansé)	12 mois
D	Extrusion + moulage + fermeture des têtes	LDPE (Low Density Polyethylene Expanse)	6 mois
E	Mono-extrusion	PE + 15% d'EVA	12 mois
F	Injection-moulage	LDPE	12 mois
G	injection	Plastomère® expansé	24 mois

(*) : Données annoncées par les fabricants

2.3. Caractérisation sensorielle des emballages avant utilisation

La caractérisation sensorielle se fait par test de contacts en conditions simulées. Des bouchons sont mis en contact avec un vin selon des rapport volume surface réduits afin d'augmenter les contacts et réduire le temps de réponse du test. L'inertie organoleptique des bouchons est évaluée par analyse sensorielle de macérations de bouchons dans du vin blanc selon la méthode précédemment décrite (6 bouchons dans du vin pour un volume final de 250 ml, (1)). Les macérations se font dans un vin blanc choisi pour ses caractères aromatiques expressifs.

2.4. Caractérisation des emballages en conditions réelles d'utilisation

Les emballages sont utilisés en conditions normales d'utilisation, au cours du conditionnement d'un vin blanc. Leur impact sera étudié par suivi de conservation des profils sensoriels du vin au cours du temps.

Des essais préliminaires sont effectués sur une ligne de conditionnement industrielle de 6000 bouteilles/heure afin de s'assurer de l'acceptation par la chaîne de conditionnement des différents bouchons et de garantir un conditionnement optimal de l'essai à cadence de tirage et bouchage industrielle constante.

Le vin est filtré sur une membrane de porosité de 0,65 µm afin de garantir l'absence de microorganismes pouvant altérer les vins en cours de conservation ce qui pourrait constituer un biais dans notre étude.

Le conditionnement est effectué en avril 2010. Nous nous assurons du respect des bonnes pratiques de tirage et de bouchage au cours du conditionnement. Les profils de cols des bouteilles sont conformes à la norme EN 12726 (2) permettant de garantir l'étanchéité du bouchage. Les différents lots de bouchons sont conditionnés en une seule fois, les uns derrière les autres, sans interruption, en milieu d'un tirage d'une cuve de 220 hl déjà effectué avec un bouchon synthétique.

2.5. Protocole d'étude

Les essais sont conservés dans une vinothèque à température maîtrisée de 12 à 18°C. La moitié des échantillons conditionnés est stockée «tête en bas» (terme abrégé en «TB»), l'autre moitié est stockée «tête en haut» (terme abrégé en «TH»). Il y a donc 14 modalités analysées à chaque stade de conservation.

3 échantillons de bouteilles de chaque lot de conditionnement ont fait l'objet d'une analyse œnologique classique (titre alcoométrique, SO_2 libre, SO_2 total, SO_2 actif, Acidité volatile, acidité totale, pH, sucres résiduels) et d'une analyse sensorielle aux stades de conservation en bouteilles (2 jours, 3 mois, 6 mois, 9 mois et 12 mois). Les résultats des analyses œnologiques sont exploités par ailleurs. Seuls les résultats des analyses sensorielles sont présentés dans cet article.

L'étude de conservation à 2 jours après mise en bouteilles permet de vérifier l'homogénéité du conditionnement des 14 modalités testées et l'homogénéité de chaque lot.

2.6. Méthodes d'analyse sensorielle

Les sujets sont des experts, œnologues ou intervenants des Services Conditionnement du Groupe ICV.

Le jury est composé de 12 sujets experts pour la sélection des descripteurs et de 10 sujets experts pour l'évaluation des échantillons selon la méthode du profil conventionnel et le test de classement par rangs. Ce jury est composé à 65% d'hommes, et les âges des sujets vont de 22 à 50 ans.

Tests en conditions de contact simulé
Les échantillons sont caractérisés par la méthode du profil conventionnel. Les caractérisations sensorielles des macérations de bouchons nécessitent, au préalable, la sélection de descripteurs pertinents et discriminants. Ce travail passe par la définition d'une liste de descripteurs, l'association à des standards organoleptiques et l'apprentissage des standards par les sujets pour aboutir à une liste de descripteurs pertinents et discriminants.
Les résultats obtenus font l'objet de différents traitements statistiques, analyse de la variance, test de Neumann et Keuls et Analyse en Composante Principale. Les données seront également traitées par la méthode de la Classification Ascendante hiérarchique.

Test en conditions réelles
Les échantillons sont analysés par Analyse Sensorielle Descriptive Quantifiée (3). Les jurys sont experts. Les mêmes jurys effectuent toutes les analyses. Les échantillons sont rendus anonymes et présentés en verre INAO laqué noir dont les dimensions répondent à la norme AFNOR V09-110. Les jurys notent chaque descripteur aromatique et gustatif sur une échelle continue de 10 cm. Seules les composantes aromatiques ont été prises en compte pour cet article.
L'exploitation des moyennes des notes des jurys est effectuée par Analyse en Composantes Principales. Cette méthode permet de mesurer les liens entre les données et d'essayer d'en tirer des groupes ou des sous-groupes.

3. Résultats et discussion
3.1. Tests en conditions de contact simulé
Les échantillons sont également analysés par Analyse Sensorielle Descriptive Quantifiée Le traitement des résultats par différentes méthodes statistiques, permet de réduire et affiner le choix des descripteurs (tableau 2).

Tableau 2 : Descripteurs retenus pour le profil conventionnel et leur standard organoleptique

Descripteur	Standard
Agrumes	1 ml de sirop de pamplemousse + ¼ de d'une tranche de citron (5 mm d'épaisseur) + 30 ml d'eau
Fleurs blanches	A définir
Fruits blancs	4 ml de jus de poires au sirop + 5 ml de jus de pêches au sirop + 5 ml de jus d'abricots au sirop + 30 ml d'eau
Acétone	30 ml d'acétone pure
Caoutchouc	20 élastiques (caoutchouc blond étroits, 60 mm) e+ 125 ml d'eau, macération pendant 7 jours
Huile de moteur	30 ml d'huile de moteur neuve (pour diesel 15W40)
Latex	1 gant MAPA découpé dans une flacon de 125 ml
Plastique	Cubitainer neuf
Poussières	A définir
Glue	Super Glue
Sécheresse	Solution de craie à usage alimentaire à 50 g/L

Le traitement des données en Analyse en Composante Principale permet de sélectionner les descripteurs et de regrouper les macérations.
4 composantes principales ressortent et sont présentées dans les figures 1 à 3. Les échantillons sont discriminés par la présence les notes exogènes. Les macérations

présentent toutes des notes aromatiques du vin en des intensités variables en fonction des modalités d'essais.

La représentation des individus sur les axes 1 et 2 (Figure 1), permettent de représenter presque 67% de la variance totale. L'axe 1 porte à lui seul 50% des données et oppose les descripteurs «floral», «agrumes», «fruits blancs», «amertume» et «acide», associés au témoin, aux descripteurs «éthanol» et «sécheresse» corrélés aux macérations de bouchons.
L'axe 2 oppose l'échantillon E et les descripteurs Gomme et Poussière aux échantillons A et G corrélés aux descripteurs Acétone et Plastique.

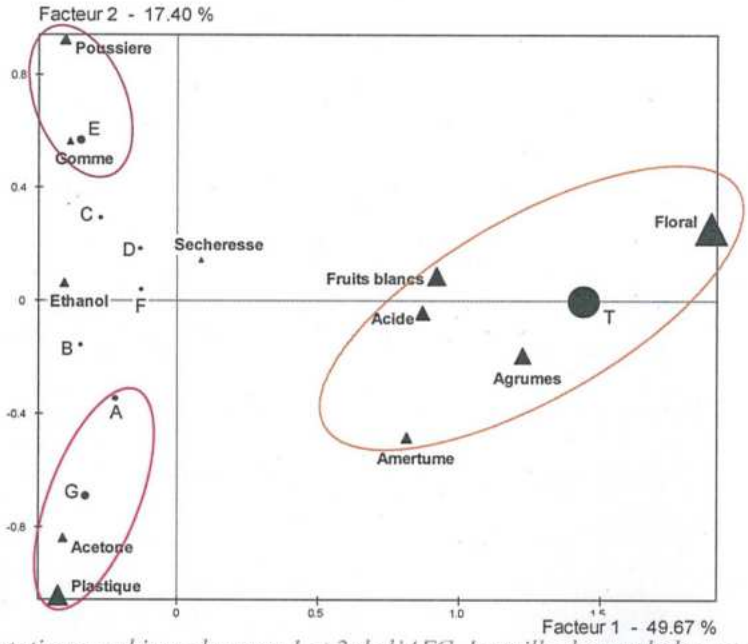

figure 1 *Représentation graphique des axes 1 et 2 de l'AFC. La taille des symboles est proportionnelle à la contribution de l'individu (•) ou de la variable (▲) dans le plan.*

La représentation des individus sur les axes 1 et 3 (Figure 2) confirme l'axe principal précédemment décrit. L'axe 3 oppose les échantillons A, D, E et G caractérisés par une note «éthanol» et de légères notes de «gomme» et «tannique» aux échantillons B et C caractérisés par les descripteurs «caoutchouc», «colle» et «gras».

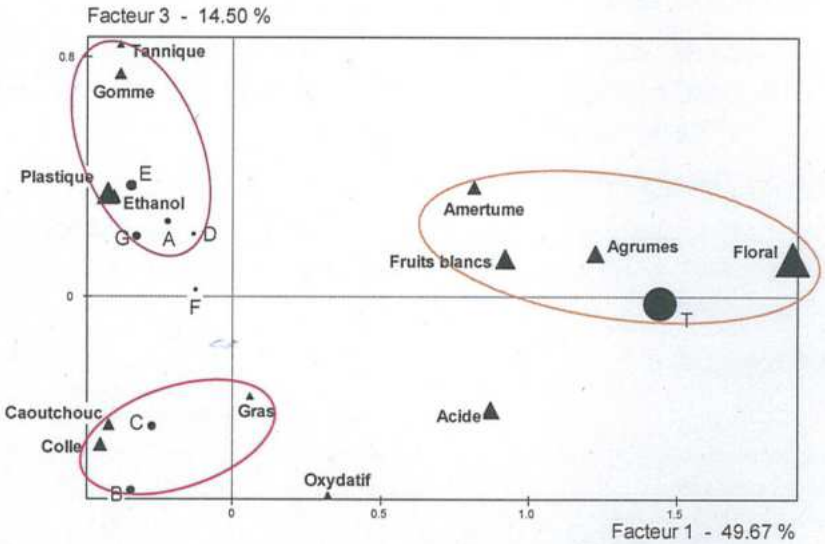

figure 2 *Représentation graphique des axes 1 et 3 de l'AFC. La taille des symboles est proportionnelle à la contribution de l'individu (•) ou de la variable (▲) dans le plan.*

La représentation des individus sur les axes 1 et 4 (Figure 3) confirme ici aussi l'axe principal précédemment décrit. L'axe 4 oppose les échantillons B, D, et E associés aux descripteurs « dissolvant », «colle », «latex » et « brûlant » aux échantillons C et F corrélés au descripteur «éthanol».

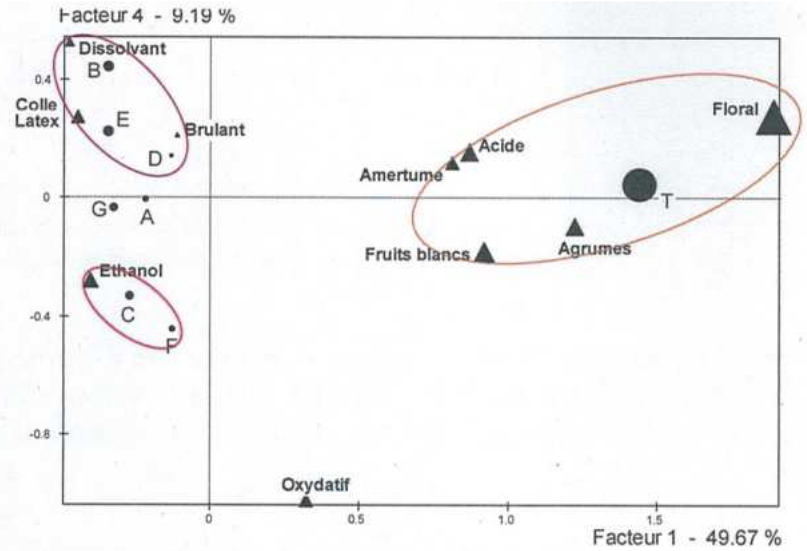

figure 3 : *Représentation graphique des axes 1 et 4 de l'AFC. La taille des symboles est proportionnelle à la contribution de l'individu (•) ou de la variable (▲) dans le plan.*

Après traitement des données nous obtenons la Classification Ascendante hiérarchique suivante (figure 4) des macérations :

- le premier groupe ne contient que le témoin (T) correspondant à un groupe sans défauts organoleptiques et caractérisé par des notes aromatiques «floral», «fruits blancs», «agrumes» et par une certaine «amertume» et «acidité» en bouche
- le deuxième groupe contient les bouchons A et G corrélés aux descripteurs «plastique» et «acétone»
- le troisième groupe ne contient que les macérations des bouchons B dominées par des notes «caoutchouc» et «colle»
- le quatrième groupe contient les échantillons C et F fortement corrélés au descripteur «éthanol»
- le cinquième et dernier groupe rassemble les échantillons D et E reliés par le descripteur «gomme».

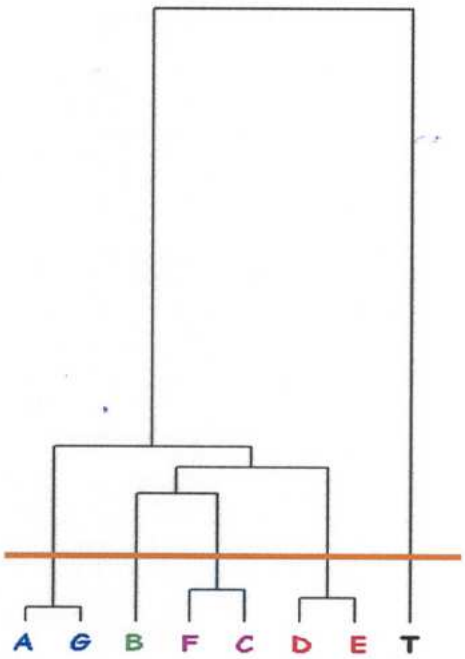

figure 4 : *Dendrogramme résultant de la CAH.*

La Classification Ascendante Hiérarchique des emballages tient compte à la fois de moindres perceptions aromatiques, des perceptions trigéminales et de l'apparition de notes exogènes de type plastique par exemple. Ainsi l'emballage A serait le meilleur compromis permettant de limiter les moindres perceptions aromatiques du vin et la présence d'une note exogène de faible intensité alors qu'à l'opposé, les emballages D, E, F et G sont les échantillons qui se distinguent le plus du témoin, ils sont les plus impactant.

3.2. Tests en conditions réelles

Les analyses sont effectuées sur les différentes modalités d'essais sur le vin blanc, obturateurs A, B, C, D, E, F et G, conservés pour une partie en stockage «tête en haut» et une autre partie en stockage «tête en bas». Les analyses sensorielles sont effectuées à 3, 6, 9 et 12 mois. Les notes sont complétées par les commentaires des jurys.

Les moyennes des notes des analyses des jurys des différentes modalités et des différents stades de conservation sont exploitées en Analyse par Composantes Principales et représentées dans la figure 5. Il est possible de regrouper les résultats selon le stade de conservation. **L'évolution intrinsèque du vin est le facteur prédominant**. Le facteur obturateur influe à un second niveau. Au cours du temps, les notations, évoluent essentiellement vers une moindre perception des notes de fruits et une perception accrue des notes de type boisé torréfié, sciure, sève:

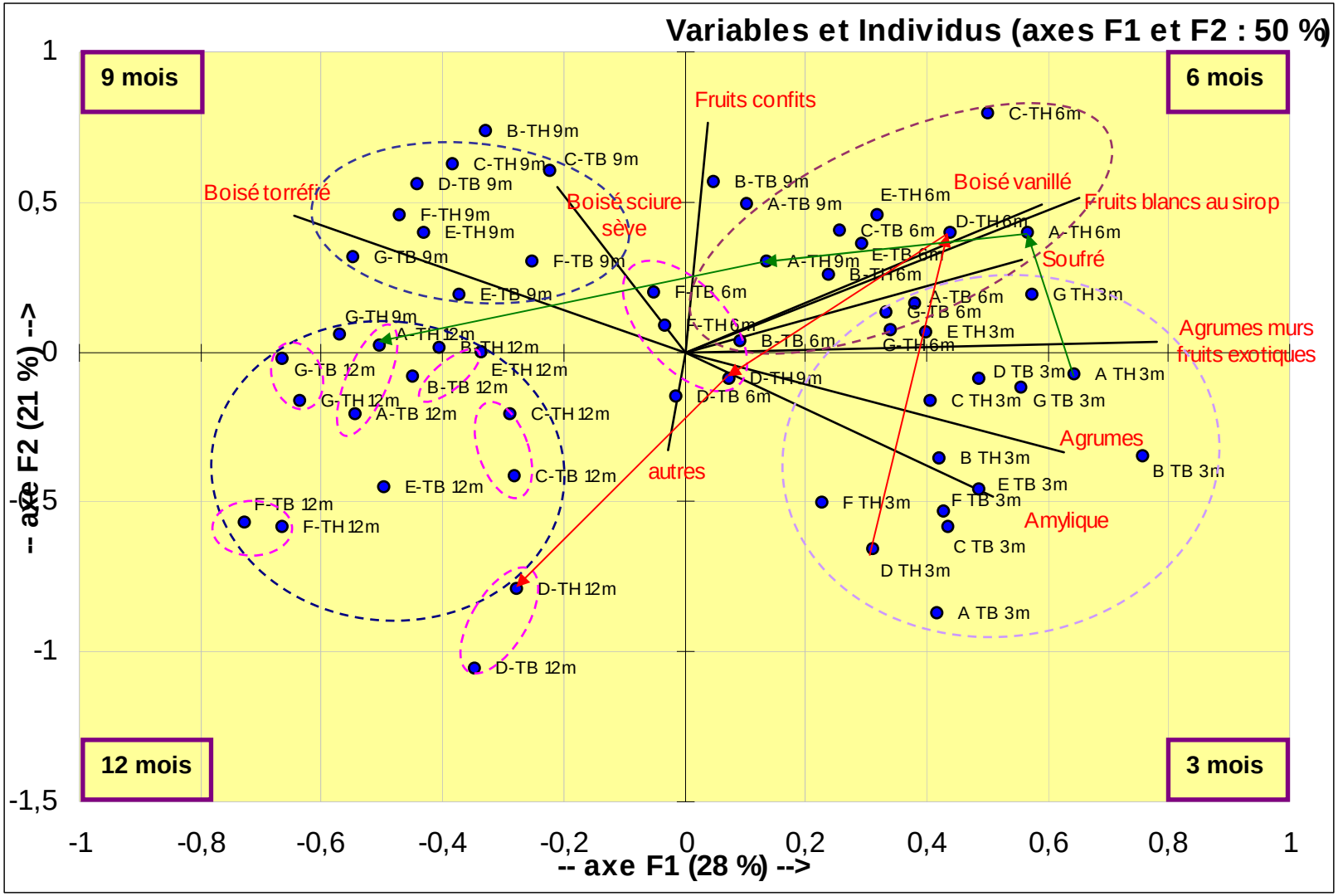

Figure 5 : Analyse en Composantes Principales des analyses sensorielles effectuées à 3, 6, 9 et 12 mois pour les 7 types d'obturateurs

- **A 3 mois de conservation**, les profils sensoriels des vins sont dominés par des notes de type fruité, des notes «Amylique», «Agrumes» et «Agrumes mûrs/Fruits exotiques» et présentent quelques notes de type boisé vanillé. Les obturateurs n'ont pas d'influence car il n'est pas possible de former des sous-groupes en fonction d'un obturateur. Le nuage de point est assez étalé. F et G sont perçus et qualifiés comme différents en ACP car leurs positions sont les plus éloignées du centre du nuage de point. Les profils sensoriels des vins stockés TH et les profils sensoriels des vins stockés TB sont perçus significativement différents pour un même obturateur. La position de stockage, le contact physique du bouchon avec le vin joue donc un rôle dans le profil sensoriel des vins.

- A 6 mois de conservation, les profils sensoriels des vins des différentes modalités sont assez proches et caractérisés par des notations moins importantes des notes fraîches d'agrumes, et des notations plus importantes des arômes «Fruits blancs au sirop», «Boisé vanillé», «Soufré» mais aussi «Fruits Confits». Des différences d'intensité commencent à être perçues. De nouvelles notes aromatiques notées dans «autres» sont également perçues sur le vin avec le bouchon D. Le bouchon F semble se distinguer significativement à 6 mois car il est près du centre de l'ACP qui représente le point zéro de beaucoup de notes. Le profil sensoriel du vin bouché avec le bouchon C conservé en TH, semble être le plus intense aromatiquement, le mieux défini, car éloigné du centre de l'ACP. Les bouchons C, D et F se distinguent donc.

- **A 9 mois de conservation**, les profils sensoriels des vins sont caractérisés par des notes dominantes de type «Boisé torréfié», «Boisé Sciure Sève». Les vins sont moins complexes. Le nuage de point représentant le stade de neuf mois de conservation est plus dense, l'influence des obturateurs est moins perceptible car les notes aromatiques sont moins complexes et moins intenses. L'obturateur A se distingue significativement car il est éloigné des autres points. Il est situé à droite de l'axe F2 dans le nuage de point du six mois, traduisant ainsi encore la présence de notes aromatiques fruitées. Le profil sensoriel du vin obturé par le bouchon A a moins évolué que les autres. Il en est de même pour le vin obturé par le bouchon D conservé TH et pour le vin obturé par le bouchon B conservé TB.

- **A 12 mois de conservation**, les profils sensoriels des vins sont caractérisés par des arômes variés mais peu intenses. Des notes aromatiques non présentes en début de conservation sont également perçues et notées dans «autres», en particulier pour le bouchon D. La note «autre» regroupe des descripteurs tels que "éthanol, solvant, plastique" sur lesquels les jurys n'ont pu arriver à un consensus mais qui traduit la perception commune d'une note nouvelle, étrangère aux descripteurs initiaux. Les modalités peuvent également être couplées 2 à 2 par type de bouchon. La position de stockage ne semble plus significative, excepté pour le bouchon E.

Pour rappel, le bouchon D en position TB, se distingue dès 6 mois de conservation, stade correspondant à sa préconisation d'emploi commercial. Il conviendrait, au niveau des fournisseurs, de préciser voire de standardiser les éléments sous-entendus derrière la notion de «préconisation d'emploi de conservation»: l'optimum de conservation ou la limite de conservation du vin.

L'évolution dans le temps des profils sensoriels des vins conditionnés par des bouchons A et des bouchons D est représentée par la liaison des points entre eux dans la figure 5. Ces mêmes évolutions plus détaillées sont représentées dans la

figure 5 afin de mieux représenter l'effet de l'évolution du vin d'une part et l'effet de l'obturateur d'autre part sur le profil sensoriel du vin.

L'Analyse par Composantes Principales, des données, permet de mettre en évidence certains éléments. Elle ne permet pas de tout expliquer puisqu'elle ne permet pas de représenter tous les résultats. Sur la matrice de données complexes fournie, elle permet de représenter 50% de la variabilité de l'essai. L'interprétation est faite et doit-être faite en fonction également des commentaires recueillis lors des analyses sensorielles.
D'une façon générale, les nuages de points sont espacés, hétérogènes, distincts, il est donc possible de percevoir, pour les consommateurs une différence de profils sensoriels lors de l'évolution du vin mais aussi entre les différents obturateurs quelque soit le mode fabrication ou le matériau composant. Cet élément est d'autant plus important à prendre en compte pour les conditionneurs que les formulations de certains des bouchons utilisés lors de l'étude ont déjà changé**.**
Le choix des bouchons, pour l'essai, et nos données ne permettent pas de mettre clairement en évidence si le type de fabrication à savoir, extrusion ou moulage a une influence sur les profils sensoriels des vins. En effet, les différents bouchons choisis se distinguent à la fois par leur type de fabrication et par leur formulation. Pour répondre à cette interrogation, il aurait fallu avoir une seule et même formulation de matériau d'origine transformée en bouchons par différents procédés et différents fabricants.

3.3. Corrélation des résultats des tests

Les tests des emballages en conditions simulées permettent de prédire partiellement les résultats en conditions réelles. En effet, si l'on considère les axes F1 et F2 de la figure 5 les emballages ayant le plus d'influence sur le profil sensoriel (moindre perception des notes aromatiques et présence de notes exogènes) seront les plus éloignés du centre du graphe. Nous observons que les profils sensoriels des essais D et F se situent en périphérie et sont les plus éloignés du centre. Les profils sensoriels des essais G et A sont très proches. Nous retrouvons 2 grands sous-groupes identifiés par la Classification Ascendante Hiérarchique le groupe A-G opposé au groupe contenant les emballages B, F, C, D et E.
Les essais D et F correspondent aux profils sensoriels jugés comme les moins qualitatifs aussi bien en conditions simulées de test qu'en conditions réelles d'emploi. Il en est de même pour les profils sensoriels des essais A et G notés comme les plus qualitatifs.

Conclusion

Les essais mettent en évidence l'influence de l'emballage sur le profil sensoriel des vins. Dans le temps, l'évolution des profils sensoriels des vins est différente en fonction du bouchon synthétique. Un bouchon synthétique ne peut donc pas en remplacer un autre, la substitution doit être validée par une démarche technique. La position de stockage, c'est-à-dire le contact physique du bouchon avec le vin joue un rôle dans l'évolution des profils sensoriels.
Les tests réalisés en conditions simulées font également apparaître un certain nombre de notes organoleptiques non qualitatives pouvant effrayer l'utilisateur. Elles résultent d'un nombre d'interactions exacerbées dont l'impact ne sera pas forcément perceptible en conditions réelles d'utilisation. Néanmoins, comme le montre les essais, un certain nombre d'entre elles le sont. L'expérimentateur tiendra compte de

ces différents éléments pour pondérer son jugement et évaluer les risques organoleptiques présentés par les fournitures ou l'influence que les fournitures pourront avoir sur le produit.
Les tests en conditions simulées constituent un test prédictif intéressant. Ils permettent d'écarter un certain nombre de fournitures, de réduire le coût de validation des mêmes fournitures et d'être plus réactifs.

Remerciements
L'auteur tient à exprimer sa profonde gratitude aux partenaires terrains du Groupe ICV sans qui ces travaux n'auraient pas pu être possibles : Les Producteurs du Mont Tauch.
L'auteur tient également à remercier tous les participants actifs aux travaux : Marina Mondet, Ingénieur Agroalimentaire Polytech'Montpellier, Pauline Chiesa, Master Sciences, Technologies, Santé-Gestion des Propriétés Sensorielles des Aliments, Ophélie Rivier, Ingénieur Agroalimentaire Polytech'Montpellier, Benjamin Kozlowski, Master ICAP Arômes et Parfums ainsi que tous les œnologues consultants du Groupe ICV.

Références

(1) Nicolini B.2005, Analyse sensorielle de macérations de bouchons synthétiques : La prévention du risque chimique, Revue des Œnologues, n°117.
(2) NF EN 12726 Octobre 2000, Emballage – Bague plate unique ayant un diamètre d'entrée de 18,5 mm pour bouchage liège et capsule témoin d'effraction, AFNOR.
(3) Granès D, Pic L., Negrel J., Bonnefond C., 2009. L'Analyse Sensorielle Descriptive Quantifiée (ASDQ) : Une méthode pour un langage commun, *Revue Française d'œnologie*, 238, 16-21.
(4) Nicolini B, Kozlowski B, Granès D, Bontemps E, 2012, Influence de bouchons synthétiques sur le profil sensoriel d'un vin blanc, *Rhône en VO*, 56-61