



(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 27645 A1** (51) Cl. internationale : **B27K 7/00**

(43) Date de publication :
01.12.2005

(21) N° Dépôt :
28282

(22) Date de Dépôt :
12.05.2005

(30) Données de Priorité :
12.05.2004 PT 103.117

(71) Demandeur(s) :
**CENTRO TECNOLOGICO DA CORTICA, RUA AMELIA CAMOSSA, APARTADO 96
4536-904 SANTA MARIA DE LAMAS (PT)**

(72) Inventeur(s) :
ALZIRA QUINTANILHA ; SERGIO MOUTINHO

(74) Mandataire :
ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY(TMP AGENTS)

(54) Titre : **PROCEDE DE TRAITEMENT DU LIEGE INHIBITOIRE DU DEVELOPPEMENT DE
SUBSTANCES CAUSANT DEVIATIONS ORGANOLEPTIQUES.**

(57) Abrégé : PROCEDE DE TRAITEMENT DU LIEGE INHIBITOIRE DU DEVELOPPEMENT DES SUBSTANCES CAUSANT DEVIATIONS ORGANOLEPTIQUES La présente invention se rapporte à un procédé de traitement du liège facilitant l'ajout de sels inorganiques au liège pour les fins d'inhiber le développement de substances causant des déviations organoleptiques. Le mélange de sels ajoutés sous forme de solutions liquides et/ou solides à l'eau de traitement ou directement de à la matrice de liège sous forme de vapeur. Les composés du mélange à ajouter sont caractérisés par leur potentiel chimique et physique d'actionnement dans les matrices organiques d'origine naturelle, leur conformité aux règlements communautaires relatifs aux matériaux pour contact alimentaire étant assurée. Le degré des concentrations du mélange des composés dans la solution liquides varie entre 0,01% et la saturation de l'eau (à 20°C). La solubilisation des additifs et la fixation conséquente dans la matrice du liège entraîne le changement du métabolisme de l'activité microbienne. Ainsi, on évite la dégradation du substrat phénolique de la matrice du liège, inhibant les réactions de méthylation des composés phénoliques halogènes.

RESUME**PROCEDE DE TRAITEMENT DU LIEGE INHIBITOIRE DU DEVELOPPEMENT DES
SUBSTANCES CAUSANT DEVIATIONS ORGANOLEPTIQUES**

La présente invention se rapporte à un procédé de traitement du liège facilitant l'ajout de sels inorganiques au liège pour les fins d'inhiber le développement de substances causant des déviations organoleptiques.

Le mélange de sels ajoutés sous forme de solutions liquides et/ou solides à l'eau de traitement ou directement de à la matrice de liège sous forme de vapeur.

Les composés du mélange à ajouter sont caractérisés par leur potentiel chimique et physique d'actionnement dans les matrices organiques d'origine naturelle, leur conformité aux règlements communautaires relatifs aux matériaux pour contact alimentaire étant assurée.

Le degré des concentrations du mélange des composés dans la solution liquides varie entre 0,01% et la saturation de l'eau (à 20°C).

La solubilisation des additifs et la fixation conséquente dans la matrice du liège entraîne le changement du métabolisme de l'activité microbienne. Ainsi, on évite la dégradation du substrat phénolique de la matrice du liège, inhibant les réactions de méthylation des composés phénoliques halogénés.

PROCEDE DE TRAITEMENT DU LIEGE INHIBITOIRE DU DEVELOPPEMENT DES SUBSTANCES CAUSANT DEVIATIONS ORGANOLEPTIQUES

Parmi les multiples utilisations du liège, les bouchons de liège sont sans doute, en termes de marché de consommation, les produits les plus connus et les plus répondus. En sus, les bouchons de liège comptent pour 68% de la totalité des produits exportés et 90% de tous les produits en liège sont exportés. Ainsi, les bouchons sont des produits structurels et de support de l'industrie du liège.

Afin de combler les besoins techniques et de qualité incessant du marché, l'industrie du liège a lourdement investi dans la recherche, produisant ainsi de nouvelles avancées technologiques qui ont résulté en l'assurance d'un degré de qualité supérieur de ce produit noble.

En dépit de l'évidente évolution technologique qui a eu lieu, il persiste encore à résoudre un problème complexe nécessitant une solution urgente, efficace et globale. Ce problème consiste en un changement qualitatif des caractéristiques du liège en raison d'une contamination métabolite à action mycosique.

Le procédé de préparation industrielle pour la transformation du liège en bouchons comprend la cuisson du liège dans l'eau bouillante et son stockage ultérieur dans un aménagement de stabilisation pour une période nécessaire pour la stabilisation structurelle du liège et l'élimination du gain d'eau découlant du procédé de cuisson.

Au cours de la phase de stabilisation, les planches sont soumises à une croissance mycologique élevée et incontrôlée (en type et en quantité).

Il peut y avoir en raison de l'activité microbienne la formation de métabolites fongiques, notamment les chloroanisoles (éthers aromatiques chlorinés) et, particulièrement, 2,4,6-trichloroanisole (2,4,6-TCA). Le composé 2,4,6-trichloroanisole est caractérisé par son potentiel d'odeur élevé et il décrit comme étant "moisi". L'activation du récepteur olfactif humain par les molécules 2,4,6-trichloroanisole se produit à un très faible niveau de concentration (de la magnitude en parties par billion), ainsi étant un composé des plus bas seuils de détection en termes de stimulation de l'olfactif humain.

Ainsi, la contamination par le 2,4,6-trichloroanisole et un facteur de forte dégradation tenant en compte les caractéristiques sensorielles d'un produit de consommation.

Un bouchon de liège portant du 2,4,6-trichloroanisole agit comme un véhicule physique pour la transmission du composé susmentionné au vin. Suivant les niveaux de transmission, un changement dans les caractéristiques organoleptique du vin peut se révéler, ainsi produisant le changement souvent appelé "goût moisi".

Comme noté en ce qui précède, l'industrie du liège a beaucoup investi dans l'innovation technologique afin de régler avec succès ce problème de "goût moisi". La majorité des solutions proposées sont axées sur le traitement des bouchons en liège. Comme exemple, nous pourrions faire référence, entre autres, aux systèmes de lavages des bouchons dans les solutions extractives; l'utilisation des régimes de pression thermique et/ou de sous pression à l'aide de la vapeur d'eau; l'ozonation de l'eau de traitement et de la chambre de séchage; l'utilisation de la radiation électromagnétique (UV,

2842

micro ondes or rayons gamma); utilisation des barrières physiques à la transmission du 2,4,6-TCA.

Prenant compte de la spécificité et de la capacité de fixation des molécules du 2,4,6-TCA dans la matrice du liège, toute technique de traitement qui se base sur son utilisation sur le produit des bouchons de liège a certaines limitations quand on considère son efficacité.

Les systèmes de traitement actuels visent essentiellement l'établissement d'un compromis entre la réduction en contenu du 2,4,6-TCA, des niveaux de contamination acceptables et le changement structurel possible dû au procédé lui-même. Cette situation n'est pas souvent dans l'intérêt du producteur de liège, qui devra rejeter ou retraiter les lots non conformes.

En conséquence, il est évident que le "goût moisi" dans les bouchons de liège, même en en étant en nette réduction, persiste encore comme problème auquel fait face l'industrie des bouchons de liège.

La présente invention fait référence à l'introduction d'une nouvelle technique de traitement. L'invention est préférablement basée sur le changement chimique du moyen de cuisson des planches de liège, dans le but du conditionnement de l'activité mycologique au cours de la phase de stabilisation post cuisson, mais également sur les bouchons de liège, les lambeaux de liège et le traitement des granules de liège ultérieurement.

Grâce au système de traitement proposé, les caractéristiques chimiques du moyen de fixation des microorganismes changera, poussant ainsi le conditionnement de son activité biologique avec l'inhibition de la formation du chloroanisole qui en résulte.

Les moisissures sont des microorganismes qui ont un potentiel de production des chloroanisoles. Parmi les nombreuses espèces microbiologiques, les moisissures sont caractérisées par leur capacité élevée de diffusion, étant présentes à peu près par tout. Qu'elles soient aéroportées, transmises par contact physique ou transportées par un véhicule (ex. les insectes), les moisissures prospèrent dans notre milieu physique environnant.

Quand les spores d'une espèce de moisissure sont fixées sur une surface, leur procédé de germination commence avec un filament (hyphe) étant introduits dans le support de la matrice, le branchement de filament dans les multiple hyphes, cherchant la nourriture. Afin d'obtenir du moyen le type de nutritifs et/ou de conditions recherchés, le microorganisme produit des enzymes. Ces enzymes agiront comme catalyseurs dans les réactions de dégradation du moyen, ainsi produisant les conditions et les nutritifs nécessaires pour le métabolisme des moisissures.

La présente invention propose d'agir directement sur les mécanismes biologiques susmentionnés.

Pour cette fin, les composés chimiques, notamment les carbonates et les sels hydrogénocarbonate, sont déposés sur le liège. Le processus de dépôt consistent en: l'enrichissement de l'eau de cuisson avec les sels susmentionnés; ou son application directe dans une solution aqueuse sur les planches de liège, les lambeaux de liège, les granules ou les bouchons de liège.

2842

Les composés utilisés dans la présente invention sont are disponible dans la Nature en tant que partie des systèmes biologiques vivants et leur environnements inorganiques spécifiques (roches, eau, sol, etc.). L'administration des médicaments et de l'alimentation des Etats-Unis classifie de ces composés ayant le don d'ubiquité dans la Nature comme étant "sans danger pour la consommation humaine".

Dans la présente invention, le carbonate et/ou les sels hydrogénocarbonates peuvent être ajoutés individuellement ou ensembles au liège. L'addition de(s) sel(s) susmentionné(s) peut être effectuée lors de la phase de cuisson ou lors des autres phases du procédé de production des bouchons de liège, soit directement dans la forme cristal soit par dosage des solutions liquides du (ou des) sel(s) respectif(s). La tolérance de concentration cible dans le récipient de cuisson et/ou les réservoirs de stockage de l'application intermédiaires sera entre 0,01% (w/v) et la saturation.

Quand l'application des sels est effectuée dans les eaux de cuisson, un changement majeur de pH aura lieu dans le moyen de cuisson, variant entre un régime légèrement acide dans des condition de cuisson traditionnelles à une situation alcaline modérée.

Dans chacun des cas et de méthodes d'application se produit le dépôt des fractions aussi bien anioniques que cationiques des sel(s) sur la couche superficielle du liège, y compris la surface interne de la structure lenticulaire, l'invention ainsi atteignant un degré élevé d'efficacité.

L'hydratation du liège et sa saturation avec des solutions alcalines aqueuses produira un changement dans la moyen de support de la croissance du microorganisme. En conséquence, la croissance du microorganisme sera significativement altérée et retardée. Seule la croissance de souches moins sensibles à la situation basique se produira même si les moisissures préfèrent les conditions acides atténuées.

En sus, il est connu que les ions du carbonate et du hydrogénocarbonate ont la capacité d'induire l'effondrement du mur hyphale et le rétrécissement des conidies.

En conséquence, il est évident que le moyen produit établira une forte barrière au développement interne des hyphes, ne permettant pas la dégradation enzymique des acides de graisse, des lignines et des celluloses entre autres substrats organiques de la matrice du liège.

Les mécanismes de dégradation enzymique agirait, dans des conditions normales, en tant que facteurs précurseurs pour la production de la métabolite non souhaitée dans le liège, soit par voie directe, à la recherche des nutritifs, soit par voix indirecte visant une détoxification moyenne. La grande importance du facteur de barrière susmentionné devient ainsi compréhensible.

Les microorganismes se basent sur une un quantité d'énergie importante pour maintenir l'équilibre et le potentiel de la membrane afin de soutenir leurs fonctions vitales. Pour cette fin, ils échangent des ions positifs avec leur environnement voisin. Si le medium est réduit dans les principaux ions, le microorganisme continuera dans de nouvelles zones, fixant plus fortement le moyen de support à l'aide d'un système hyphal.

2842

Avec la présente invention, les microorganismes trouveront les ions nécessaires pour leur développement sur la surface du liège, ainsi limitant leur activité à ces zones. D'autre part, les microorganismes resteront sur les couches de la surface extérieure où les conditions physiologiques sont propices. De cette manière, on évite la dégradation du liège en raison de la méthylation des composés phénoliques halogénés avec les chloroanisoles qu'en découlent, ce qui produit des changements et des formations organoleptiques.

En conclusion: par la fourniture de nutriments et des conditions nécessaires pour l'activité (inévitables) des microorganismes, la formation de la métabolite qui est responsable par la détérioration du liège du profil sensoriel du liège, est rendue non viable.

En effet, la présente invention combine les facteurs de symbiose localisée avec l'effet de barrière, l'action ainsi abolissant la possibilité de formation du chloroanisole à travers les réactions de méthylation des composés phénoliques halogénés présents dans le liège.

Les exemples suivants sont présentés pour illustrer ce qui est prévu avec le processus de la présente invention et en fournir une validation:

Exemple 1:

Plusieurs expériences en laboratoire ont été réalisées entre septembre et novembre 2003 afin de contrôler les effets résultant de l'utilisation du produit "symbiose" dans le traitement du liège. L'une des expériences les plus concluantes se présente comme suit: Trois planches de liège coupé sur quatre pièces similaires en dimensions. Parmi les douze pièces ainsi produites, six ont été cuites en eau claire pendant 90 minutes dans des conditions simulant celles dites "traditionnelles". Les pièces restantes ont été soumises à une période de cuisson égale dans une eau propre avec l'addition du produit "symbiose" à raison d'une concentration de 5% (w/v).

Après la cuisson, les échantillons de liège ont été placés séparément dans la chambre de stabilisation. Chaque semaine pendant six semaines, les échantillons ont été soumis à une humidification forcée par nébulisation à l'aide de gouttes d'eau. Au terme de la période de stabilisation de six semaines, les échantillons ont été coupés à travers un plan tangentiel, ainsi produisant des pièces ayant un plan "arrière" et des pièces ayant un plan "face". Les pièces ainsi produites ont été testées pour le chloroanisole. Les résultats du test se présentent comme suit:

Référence	Chloroanisoles (ng/l)*					
	TCA		TeCA		PCA	
	Min	Max	Min	Max	Min	Max
Pièce "arrière" (Stabilisant après la cuisson traditionnelle)	66,8	118,2	nd	nd	nd	nd
Valeurs moyennes – pièce "face" (Stabilisant après la cuisson traditionnelle)	12,2	31,0	nd	nd	nd	nd
Valeurs moyennes – pièce "arrière" (Stabilisant après la cuisson "symbiose")	nd	3,4	nd	nd	nd	nd

2842

Valeurs moyennes – pièce “face” (Stabilisant après la cuisson “symbiose”)	nd	nd	nd	nd	nd	nd
Notes: nd – non détecté Seuils de détection : 2,4,6-TCA dans le liège : 0,7 ng/l 2,3,5,6-TeTCA dans le liège : 1,8 ng/l PCA dans le liège : 3,8 ng/l *Essai effectué par un laboratoire certifié						

Les échantillons qui ont été soumis à l'ainsi appelé traitement “traditionnel” ont présenté une forte contamination en 2,4,6-TCA dans la matrice du liège qui a été augmentée par les conditions d'humidification qui ont été enregistrées au cours de la période de stabilisation post cuisson.

L'inhibition du phénomène de bio méthylation dû au procédé de “symbiose” est évident, prenant compte des résultats des tests respectifs.

Exemple 2

En utilisant certains des essais du laboratoire, il a été procédé à un essai à échelle industrielle dans le but de confirmer les résultats optimisés du laboratoire.

Les essais ont été réalisés au cours du mois d'avril 2004 dans une petite société de préparation de liège.

La quantité nécessaire de liège pour le chargement de six récipients de cuisson (environ 9 tonnes) a été prise des stocks de liège brut et stabilisé. Cette quantité de liège a été divisée aléatoirement en deux parties égales. L'une des parties a été préparée suivant le procédé habituel tel que défini par “International Good Practice Code for Cork Stoppers”, étant cuit en trois lots consécutifs dans de l'eau propre.

L'autre partie de liège a également été cuite en trois lots consécutifs dans de l'eau propre avec l'addition de 0,4% (w/v) mélange de carbonates et d'hydrogencarbonates (15/85) qui sera appelée en ce qui suit “symbiose”.

Les planches de liège préparées ont été stabilisées pendant 15 jours, plusieurs échantillons de tests étant prélevés après cette période. Après ce processus les bouchons de liège et les lambeaux de liège (produit dérivé) ont été produits à partir du produit traité suivant les deux méthodes décrites en ce qui précède, les produits ont également été testés.

2842

Les résultats se présentent comme suit:

Référence	Chloroanisoles (ng/l)*					
	TCA		TeCA		PCA	
	Min	Max	Min	Max	Min	Max
Liège brut (Lot initial)	nd	2,6	Nd	nd	nd	nd
Planches "arrière" – procédé traditionnel	5,4	47,6	Nd	nd	nd	nd
Planches "noyau" – procédé traditionnel	1,8	18,0	Nd	nd	nd	nd
Planches "arrière" – procédé de SYMBIOSE	nd	1,5	Nd	nd	nd	nd
Planches "noyau" – procédé de SYMBIOSE	nd	nq	Nd	nd	nd	nd
Bouchons – procédé traditionnel	1,7	12,5	Nd	nd	nd	nd
Bouchons – procédé de SYMBIOSE	nd	nd	Nd	nd	nd	nd
Lambeaux – procédé traditionnel	6,2	35,3	Nd	nd	nd	nd
Lambeaux – procédé de SYMBIOSE	nq	2,8	Nd	nd	nd	nd

*Essai effectué par un laboratoire certifié

Notes:

nd – non détecté

nq – non quantifié

Seuils de détection :

2,4,6-TCA dans le liège : 0,7 ng/l

2,3,5,6-TeTCA dans le liège : 1,8 ng/l

PCA dans le liège : 3,8 ng/l

Référence	Evaluation sensorielle *	Observation microbiologique *
Planches (noyau) - Procédé traditionnel	Liège moisi Mousse/truculent mildiousé/moisi	<i>Les espèces dominantes suivantes ont été observées: Penicillium Sp; Aspergillus Sp; Trichoderma sp; Monilia sp. Hyphe marqué et prolifération des spores avec un branchage significatif du hyphe dans la masse du liège</i>
Planches (noyau) - Procédé de SYMBIOSE	Bois végétal/balsamique Liège moisi	<i>Des traces de hyphe avec du septum des espèces de la Monilia sp et de la Mucro sp. Absence de spores</i>
Bouchons - Procédé traditionnel	Végétal/balsamique Mildiousé/moisi	---
Bouchons - Procédé de SYMBIOSE	Végétal/balsamique Arôme naturel de liège	---

2842

* Essai effectué par un laboratoire certifié

L'exemple que dessus montre un niveau remarquable de réduction de TCA quand le produit de Symbiose est utilisé, l'absence de mildiou et/ou des odeurs moisies dans l'analyse sensorielle étant notable. Tenant compte de l'observation microbiologique, on peut conclure que l'utilisation du produit de Symbiose rends l'hyphale fragile et mène à la non-prolifération des espèces (absence de spores) dans le tissu subéreux.

Les essais physiques et mécaniques ont également été réalisés pour permettre l'évaluation de la préservation des caractéristiques intrinsèques du liège et aucun changement significatif, relativement à la valeur habituelle, n'a été relevé.

REVENDEICATIONS

- 1 – Procédé de traitement de liège qui inhibe le développement de déviations organoleptiques produisant des substances caractérisées en ce qu'il consiste en l'addition et l'enrichissement du liège avec des sels inorganiques de carbonate et/ou d'hydrogénocarbonate des métaux alcalins et alcalins - terre.
- 2 – Un procédé de traitement de liège suivant la revendication 1 caractérisé en ce qu'il consiste en l'addition de solutions liquide des sels indiqués ci-dessus.
- 3 – Un procédé de traitement de liège suivant la revendication 2 caractérisé en ce qu'il consiste en l'addition de solutions liquide des sels indiqués ci-dessus à l'eau du traitement.
- 4 – Un procédé de traitement de liège suivant la revendication 2 caractérisé en ce qu'il consiste en l'addition de solutions liquide des sels indiqués ci-dessus au liège.
- 5 - Un procédé de traitement de liège suivant les revendications 1, 2, 3 et 4 caractérisé en ce que la concentration des solutions liquides susmentionnées varie entre 0,01% et la saturation de l'eau (à 20°C).
- 6 – Un procédé de traitement de liège suivant la revendication 1 caractérisé en ce qu'il consiste en l'addition des sels indiqués ci-dessus sous forme solide à l'eau du traitement.
- 7 – Un procédé de traitement de liège suivant les revendications de 1 à 6 caractérisé en ce que les concentrations des sels susmentionnés dans l'eau de traitement varient entre 0,01% et la saturation de l'eau (à 20°C).
- 8 – Un procédé de traitement suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce qu'il favorise le dépôt des sels sur la couche de surface des planches de liège, y compris la surface interne de la structure lenticulaire.
- 9 – Un procédé de traitement suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce qu'il s'applique aux bouchon de liège.
- 10 – Un procédé de traitement suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce qu'il s'applique au lambeaux de liège.
- 11 – Un procédé de traitement suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce qu'il s'applique aux granules de liège/liège moulu.