

**CONCOURS D'INSPECTEUR
DE LA CONCURRENCE DE LA CONSOMMATION ET DE LA
REPRESSION DES FRAUDES DU 18 janvier 2021**

Concours externe dominante scientifique

ÉPREUVE N° 2 : Option F → Agroalimentaire et Bio-Industrie

Résolution de problèmes et/ou cas pratiques

(Durée 3 heures - coefficient 1)

La calculatrice est autorisée

VANILLE ET VANILLINE

La Vanille est le fruit du Vanillier, communément appelé « gousse ». La plante, une orchidée grimpante originaire du Mexique, est cultivée aujourd'hui dans de nombreux pays dont la Réunion, le Madagascar, les îles Comores et Tahiti.

La Vanille développe un parfum complexe formé de plusieurs centaines de composés aromatiques, parmi ceux-ci, la Vanilline qui caractérise l'arôme. La Vanilline est aussi synthétisée à partir de matières premières peu coûteuses et peut également être obtenue par fermentation.

Ce sujet se propose d'étudier les différentes étapes de production de la Vanille et de la Vanilline.

DE LA FLEUR A LA GOUSSE

Après 8 mois de fécondation de la fleur de Vanille, les gousses sont récoltées vertes et sans parfums

1. Expliquer l'influence de l'état de maturité des fruits sur la qualité organoleptique de la gousse de Vanille
2. La gousse n'est pas un fruit qui se conserve longtemps. Citer et justifier les facteurs favorisant la conservation des fruits

Afin de faire apparaître l'arôme de Vanille bien connu, les gousses vertes vont subir un procédé en trois étapes principales : un traitement thermique, un séchage et enfin une phase d'affinage.

La première étape de transformation de la vanille verte consiste en une immersion courte d'environ 3 minutes dans de l'eau chaude à 62°C, avec comme objectif principal d'empêcher la déhiscence du fruit.

3. Définir la « déhiscence »
4. Expliquer l'intérêt de cette étape

Les gousses sont ensuite immédiatement placées dans des caisses calorifugées et fermées hermétiquement jusqu'à ce que les fruits soient devenus bruns et souples. Ces conditions induiront la production de la Vanilline. C'est ainsi que la Glucovanilline amère, précurseur de la Vanilline, est hydrolysée par la β -glucosidase endogène pour former la Vanilline et un second composé.

5. Citer ce composé
6. Indiquer la nature biochimique des enzymes
7. Les enzymes sont des catalyseurs de réaction, définir catalyseur

La seconde étape de ce procédé consiste en un séchage. La teneur en eau des gousses passe de 85 % jusqu'à 20%.

8. Donner l'objectif de cette étape
9. L'activité de l'eau (a_w) des fruits est généralement comprise entre 0.90 et 0.99. Définir l'activité de l'eau.
10. Expliquer pour quelles raisons une denrée alimentaire ayant une a_w supérieure à 0.87 est considérée comme périssable
11. Le séchage des gousses brunes est traditionnellement effectué au soleil mais pourrait être extrapolé industriellement. Citer une technique de séchage industrielle pouvant être utilisée pour les gousses de Vanille
12. Donner les trois facteurs principaux qui impactent la capacité de l'air à éliminer l'humidité d'un aliment lors du séchage
13. En considérant que la température initiale des gousses brunes est de 21°C à pression atmosphérique, calculer la quantité d'énergie requise par Kg de gousses de Vanille, pour réduire leur teneur en eau de 65% lors du séchage
14. Déterminer la quantité d'énergie nécessaire par kg d'eau évaporée

Données :

Chaleur massique spécifique de la gousse : $C_{p_{gousse}} = 3.8 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$

Chaleur massique spécifique de l'eau : $C_{p_{eau}} = 4.186 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$

Chaleur latente de vaporisation de l'eau : $L_v = 2256 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$

La dernière étape de préparation de la Vanille est un affinage pendant plusieurs mois pour favoriser la maturation aromatique.

15. Afin d'éviter toute contamination microbienne pendant cette période, citer les conditions idéales de conservation

LA COMPOSITION DES « GOUSSES » EN VANILLINE

La gousse de Vanille contient près de 4% de Vanilline à la fin du procédé (**Annexe 1**). La qualité de sa quantification dépend fortement de la méthode d'extraction utilisée pour la récupérer dans la Vanille.

La SPME est devenue en quelques années une technique incontournable pour l'analyse des arômes (**Annexe 2**). Cette méthode a été utilisée pour quantifier la Vanilline dans une purée de Vanille. Trois températures d'extraction ont été testées, les résultats sont représentés à l'**Annexe 3**.

16. Analyser ces résultats

17. Conclure sur le temps et la température d'extraction les plus appropriés

18. La quantification de la Vanilline a été effectuée par chromatographie gazeuse (CPG). Donner le principe de cette technique

Les conditions utilisées en CPG précisent une utilisation d'une colonne capillaire et un gradient de température.

19. Définir le terme « Colonne Capillaire »

20. Quel est l'intérêt du gradient de température en CPG ?

UNE ALTERNATIVE A LA VANILLE : LA FABRICATION DE VANILLINE

La synthèse de la Vanilline à partir de l'Eugénol

Les gousses contiennent peu de Vanilline : 1 kg de gousses de Vanille donnent 25 g de Vanilline. Compte-tenu du prix de revient élevé de la Vanille, la Vanilline naturelle est très souvent remplacée par la Vanilline de synthèse (dont le prix de revient est environ 300 fois moins élevé). Elle peut être synthétisée à faible coût à partir de l'Eugénol. Cela nécessite une extraction préalable de ce dernier à partir des Clous de Girofle. La synthèse de la Vanilline se fait en trois étapes dont uniquement la première sera abordée dans cette partie.

Pour extraire l'huile essentielle des clous de girofle, dont le principale constituant est l'Eugénol (de 75 à 80%), une hydrodistillation est effectuée.

21. Expliquer cette technique d'extraction

22. Décrire les différentes opérations à effectuer

23. Quelle température indique le thermomètre lors de l'hydrodistillation

24. Expliquer le trouble du distillat

Afin de séparer l'eau de l'huile essentielle, du chlorure de sodium et du dichlorométhane sont ajoutés au distillat.

25. Quel est l'intérêt de ces deux ajouts ?

26. Le mélange est introduit dans une ampoule à décanter. Schématiser l'ampoule en précisant les positions des phases

L'Eugénol obtenu est ensuite transformé respectivement en isoeugénol, acétate d'isoeugénol, acétate de vanilline, puis enfin en Vanilline.

La synthèse de la Vanilline par Fermentation

La nécessité tant technique qu'économique de diversifier les voies d'obtention des matières aromatiques ainsi que les progrès réalisés dans le secteur des biotechnologies ont conduit à explorer puis à exploiter les possibilités offertes par celle-ci. Le fait que les substances produites par biotechnologie puissent bénéficier du label naturel a été un élément déterminant dans l'intérêt suscité au cours des dernières années.

De récentes études ont ainsi montré qu'une bioproduction de Vanilline à partir d'un hydrolysât d'épi de maïs contenant de l'Acide Férulique et Coumarique est possible. *Escherichia Coli* (JM109/pBB1) est capable d'effectuer cette bioconversion.

27. Représenter, sous forme d'un schéma simple, le constituant principal de la paroi d'*Escherichia Coli*
28. Préciser les types trophiques énergétique et carboné de cette bactérie
29. Indiquer une condition de culture particulière d'*Escherichia Coli*

La production de Vanilline est réalisée en bioréacteur de laboratoire, sous agitation et régulation du pH.

30. Expliquer, à l'aide d'un schéma, le fonctionnement de la boucle de régulation de pH
31. Indiquer à quel moment il faudrait arrêter la fermentation dans le cadre d'une production industrielle
32. La souche sélectionnée doit répondre à un certain nombre de critères et notamment résister aux bactériophages virulents. Expliquer l'expression « Bactériophage virulent »
33. Décrire le cycle d'un bactériophage virulent
34. Le mécanisme de résistance aux bactériophages peut être lié à la présence d'un plasmide. Définir plasmide

MANAGEMENT DE LA QUALITE

Un agriculteur à la tête d'une exploitation de Vanille à La Réunion est adhérent d'une coopérative certifiée ISO 9001 : 2015. Une charte qualité lui est imposée.

35. Définir le terme "norme"

36. Donner les caractéristiques de la norme ISO 9001 : 2015

37. Citer deux principes de cette norme

L'engagement de l'exploitant auprès de la coopérative implique la réalisation d'audit tous les 2 ans.

38. Définir le terme "Audit"

39. Donner les finalités de l'audit

L'audit réalisé par la coopérative préconise à l'agriculteur d'augmenter la fréquence des contrôles.

40. A l'aide de vos connaissances et des données du sujet, dresser la liste des contrôles qui devraient être réalisés

Annexe 1 : La composition d'une gousse de Vanille

Composant	Quantité
Eau	24%
Sucres (Glucose, Fructose et Saccharose)	20%
Matière azotée	5%
Cellulose	30%
Sels Minéraux	4 à 5 %
Vanilline	2 à 4%
Autres extraits étherés	10%

Etudes comparatives de trois variétés de Vanille, Jean-Marie Guilbault

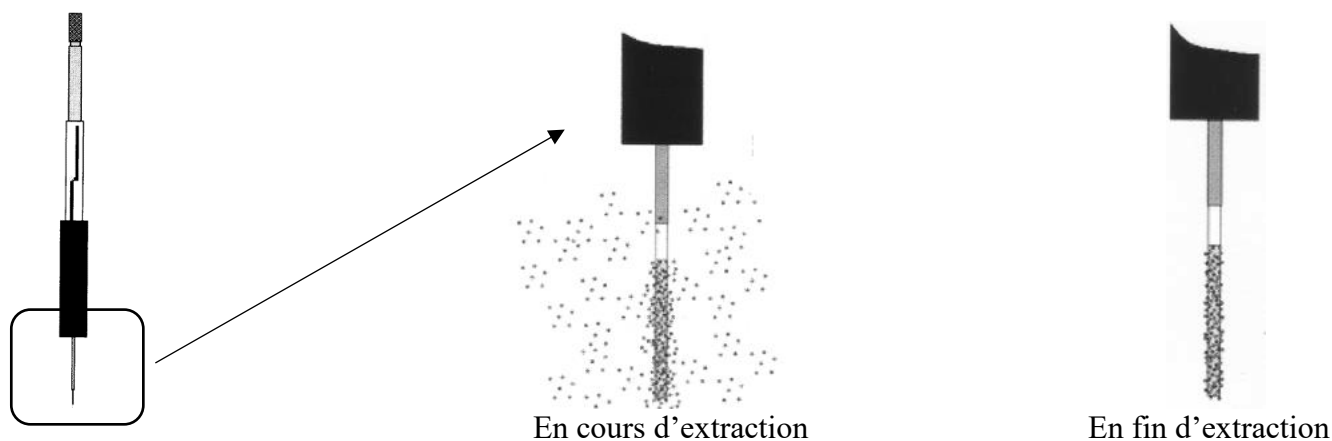
Annexe 2 : Micro-Extraction en Phase Solide (SPME) des composants aromatiques de la Vanille

Extraction

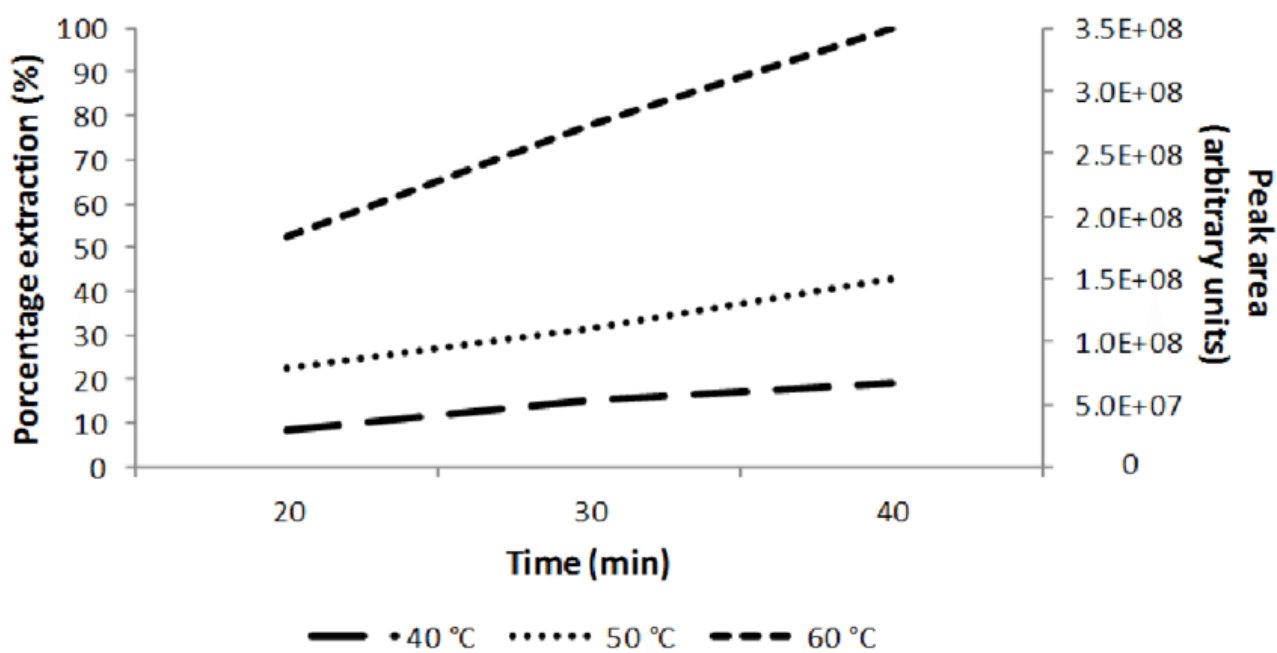
Une fibre en silice fondue est placée à l'intérieur d'une aiguille creuse amovible. Sur cette fibre est greffée une phase stationnaire. Pour effectuer l'extraction des arômes, la fibre est plongée dans la solution d'intérêt (immersion de la fibre). Les composés aromatiques vont s'adsorber sur la phase stationnaire selon leur polarité respective. Après un temps de contact suffisant et des conditions expérimentales bien définies, il s'établit un équilibre de partage entre les deux phases, la solide constituée par la fibre et la liquide de la solution à analyser. La quantité d'analyte adsorbée est alors fonction de sa concentration dans la solution analysée.

Désorption

La fibre est ensuite rétractée dans l'aiguille et retirée de l'échantillon pour être directement placée dans l'injecteur d'un chromatographe en phase gazeuse. Les analytes sont alors thermiquement désorbés et vaporisés pour être transportés vers la colonne par le gaz vecteur.



Annexe 3 : Extraction de Vanilline par fibre SPME (CAR/PDMS) – Analyse par GC-MS



*Identification of volatile compounds in cured Mexican vanilla (*Vanilla planifolia* G. Jackson) beans using headspace solid-phase microextraction with gas chromatography-mass spectrometry, Sabik HASSAN et al; FRUITS, 2016*