

Étude de la contribution des « morceaux de bois de chêne » à l'apport d'oxygène dans les vins au cours de l'élevage sous bois de chêne

Alexandre Pons^{1,2}, Andrei Prida¹, Verdier Benoit¹, Philippe Darriet², Denis Dubourdieu²

¹ Seguin Moreau – Cognac – France.

² Université de Bordeaux - Unité de recherche Œnologie EA 4577, Institut des Sciences de la Vigne et du Vin (ISVV) – Villenave d'Ornon – France.

Introduction

L'élevage en fût et plus généralement l'élevage sous bois de chêne est une étape indissociable de l'élaboration des vins de qualité. D'ailleurs, cette observation, J.-J. Fauré pharmacien, à Bordeaux, fut probablement un des tout premiers à la porter à l'écrit dans son ouvrage publié en 1847 comme en témoigne ce court extrait « [...] les personnes qui s'occupent du commerce des vins ont cru remarquer que les barriques neuves ont sur la couleur, la saveur et le velouté des vins qu'on y renferme, une action favorable ou nuisible, suivant le lieu de provenance des bois dont elles sont construites » (Fauré 1847). Aujourd'hui, on conçoit fort bien que les vins élevés au contact du bois puissent présenter en fin d'élevage des propriétés organoleptiques, reflétant à la fois une complexité, et une originalité qui font leurs personnalités. Deux phénomènes physico-chimiques concourent à l'aboutissement d'une telle évolution du vin : la solubilisation des composés volatils et non volatils du bois concomitante à la dissolution de l'oxygène de l'air dans le vin. En effet, le bois de chêne est un matériau poreux, perméable aux gaz, permettant les échanges avec l'air ambiant tout au long de l'élevage (Vivas, et al., 2003).

Tandis que le marché de la tonnellerie traditionnelle connaît une stabilisation, les produits « alternatifs » à la barrique tels que les

staves, les copeaux, granulats, stick ou encore inserts, utilisés en fermentation ou au cours de l'élevage, poursuivent leur ancrage dans les pratiques usuelles d'une œnologie moderne. Le choix de la dose d'utilisation de ces alternatives constitue un critère déterminant la qualité finale des vins. En effet, il est indiscutable que l'apport olfactif et gustatif d'un élevage sous bois, et notamment au contact d'une dose optimale de staves concoure à l'élaboration d'un vin de qualité. Par exemple, de très nombreux utilisateurs s'accordent à dire que l'utilisation des staves au cours de l'élevage des vins blancs et rouges permet de limiter la formation des odeurs de réduction améliorant ainsi la netteté aromatique de leurs vins. En revanche, lorsque l'œnologue décide d'ajouter des morceaux de bois de chêne en trop grande quantité, les vins obtenus manifestent alors les symptômes du surboisage : perte du fruité et du « type » originel s'accompagnant dans certains cas d'une modification irréversible de l'arôme des vins (défaut d'oxydation). La maîtrise du caractère boisé des vins élevés sous bois de chêne nécessite la connaissance des molécules associées à ces nuances et ces saveurs. L'arôme « boisé » retrouvé dans les vins élevés au contact du bois de chêne est constitué de très nombreuses molécules odorantes. Parmi elles, on retrouve notamment la whisky lactone, la vanilline, l'eugénol et l'isoeugénol. Ces

composés cédés directement par le bois font partie des composés d'impact : ils contribuent de façon significative au caractère boisé des vins (Prida et Chatonnet 2010, Spillman, et al., 2004). La modification du goût des vins élevés sous bois de chêne fait également l'objet de nombreux travaux qu'ils traitent de la modification du caractère astringent et amer ou au contraire de sa douceur (Glabasnia et Hofmann 2005, Glabasnia et Hofmann 2007, Marchal et al., 2011). Par ailleurs, les travaux de recherche menés à l'ISVV depuis de nombreuses années sur l'évolution oxydative prématurée de l'arôme des vins rouges ont abouti à l'identification d'une nouvelle molécule : la 3-méthyl-2,4-nonanedione (MND). Cette dicétone très odorante (seuil de perception : 16 ng/L) rappelle l'odeur du noyau de pruneau. Formée à partir de mécanismes de types oxydatifs, elle est retrouvée en grande quantité (> 200 ng/L) dans les vins conservés en présence d'oxygène (Pons et al., 2013).

En marge de tous ces travaux de caractérisation, il en est un qui en dépit de son importance, n'a donné lieu qu'à peu de travaux de recherches. Il s'agit de l'étude des apports en oxygène lors d'un élevage sous bois. Il se réalise en deux temps. Dès les premières semaines suivant l'entonnage, le vin logé en barriques neuves imprègne les pores du bois : l'air présent dans le bois cède sa place au vin. Ce phénomène s'accompagne d'une consommation rapide et importante. Puis, il s'établit un équilibre entre le vin et le bois au cours duquel une mise en contact lente va s'établir entre l'air extérieur et le vin, à l'intérieur du fût hermétiquement fermé.

Compte tenu de la complexité des phénomènes mis en jeu, l'estimation des concentrations en oxygène apportées au vin au cours d'un élevage au contact du bois est toujours une source de questionnement. Le premier à avoir abordé ce champ d'investigation fut Ribéreau-Gayon, qui en 1931 publia les premiers résultats de ses recherches relatives à l'apport en oxygène au cours d'un élevage en fût de chêne. Grâce à un procédé rudimentaire d'ouillage permanent d'une solution d'anhydride sulfureux, il établit que le transfert de l'oxygène de l'air à travers le bois était limité, puisque compris entre 2 et 5 ml d'oxygène par litre et par an. Près de 60 ans plus tard, Moutounet (Moutounet et al., 1994) à Montpellier, Feuillat (Feuillat, 1997) à Dijon puis Vivas (Vivas et al., 2003) à Bordeaux reprirent ces travaux tout en mettant l'accent sur d'autres aspects de cette problématique, notamment ceux concernant la mesure de la porosité du bois ; une manière indirecte d'estimer l'importance des échanges gazeux au travers de la masse du bois.

L'usage des produits alternatifs à la barrique, lorsqu'il se déroule en cuves hermétiquement fermées, rend impossible les échanges entre le vin et l'atmosphère. Par contre, comme pour la barrique, compte tenu de forte porosité de bois de chêne, l'oxygène renfermé dans la

porosité du bois est capable de se dissoudre progressivement dans le vin. Les premiers travaux réalisés par Feuillat (1993) puis d'autres plus récents (Mirabel *et al.*, 2011) s'accordent sur la mesure de la porosité totale du bois de chêne: elle est en moyenne de 63 %. Ainsi, il est possible d'estimer à 0,4 mg la quantité maximale d'oxygène contenue dans 1 g de bois sec. Aussi, pour une utilisation raisonnée et traditionnelle des staves (dose de 8 g/L), le vin peut recevoir un apport théorique maximal de 3,2 mg/L d'oxygène. Ce travail présente les premiers résultats relatifs à l'étude de l'apport d'oxygène par les staves: de la mise au point d'un protocole de mesure de l'oxygène extractible du bois à l'étude de l'impact de l'utilisation des staves sur l'évolution des marqueurs d'oxydation (SO₂, MND).

Matériels et méthodes

Les échantillons proviennent de 15 douelles de chêne français découpées soit en staves de petites dimensions (3 x 5 x 2 cm) soit en copeaux à l'aide d'un broyeur industriel et prélevées sur le parc de la tonnellerie Seguin-Moreau. La moitié des échantillons ont été chauffés (chauffe moyenne) selon un protocole propre au tonnelier. Avant utilisation, les échantillons ont été pesés à l'aide d'une balance de précision.

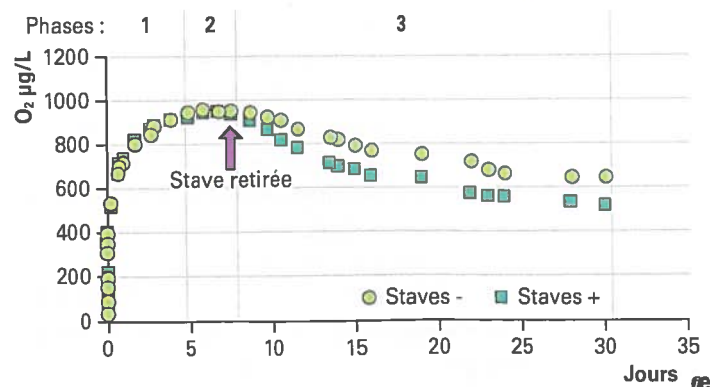
Les échantillons de bois sont mis à macérer (~ 16 g/L) dans une solution hydroalcoolique préalablement désorbée par de l'azote ([O₂] finale < 50 µg/L). La mesure de l'oxygène dissous est réalisée grâce à une pastille Presens (Fibox 3, LCD) disposée sur la paroi du flacon. Nous avons suivi à intervalles réguliers la teneur en oxygène dissous dans la solution qui a été conditionnée dans un flacon fermé hermétiquement et placé dans une enceinte thermostatée.

Le dosage de la 3-méthyl-2,4-nonanedione (MND) est réalisé par extraction liquide/liquide et analyse par GC-MS selon une méthode précédemment validée (Pons *et al.*, 2011).

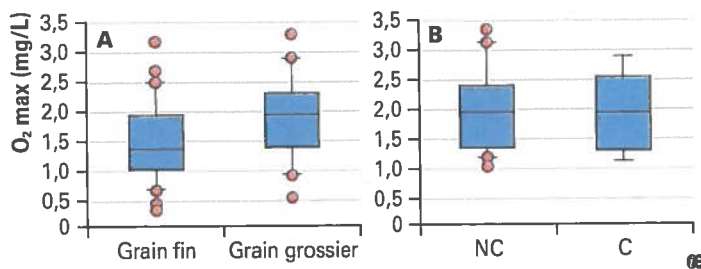
Mise au point d'une méthode d'évaluation de l'oxygène apporté par le bois de chêne

Nous avons estimé la quantité d'oxygène apportée par de nombreuses staves de bois de chêne selon différents paramètres. Au final, un exemple de la cinétique de libération d'oxygène par une stave en solution modèle est présenté **figure 1**. Dans nos conditions expérimentales elle comporte trois phases. Dès la mise en contact du bois et de la solution, la concentration en oxygène augmente de façon très importante (phase 1). Ainsi, plus de 80 % de la concentration maximale en oxygène mesurée (O₂ max) au cours de cette expérience

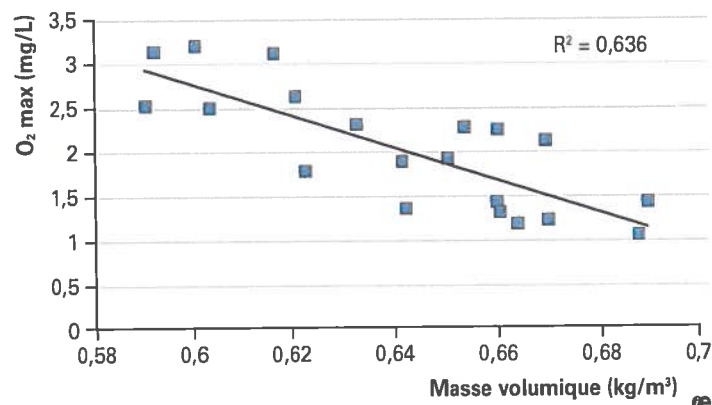
■ **Figure 1:** Exemple des cinétiques d'évolution de l'oxygène apporté par une stave de bois de chêne placée dans une solution modèle de composition proche du vin selon que le contact a lieu tout au long de l'expérience (■) ou que la stave est retirée quand la valeur O₂ max est atteinte (○).



■ **Figure 2:** Représentation sous forme de box-plot des teneurs O₂ max mesurées en solution hydroalcoolique selon la taille du grain du bois non chauffé (figure A) et pour des staves chauffées (C) ou non-chauffées (NC) (figure B). Le trait vertical correspond à la médiane des valeurs mesurées.



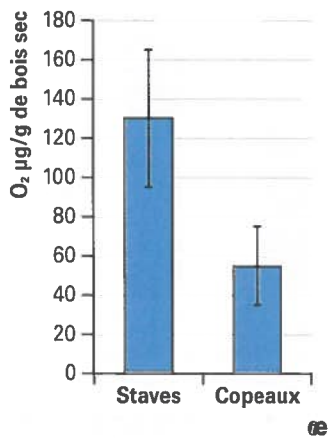
■ **Figure 3:** Quantité d'oxygène maximale apportée par une stave de bois de chêne non chauffée placée dans une solution modèle selon la densité (n = 20).



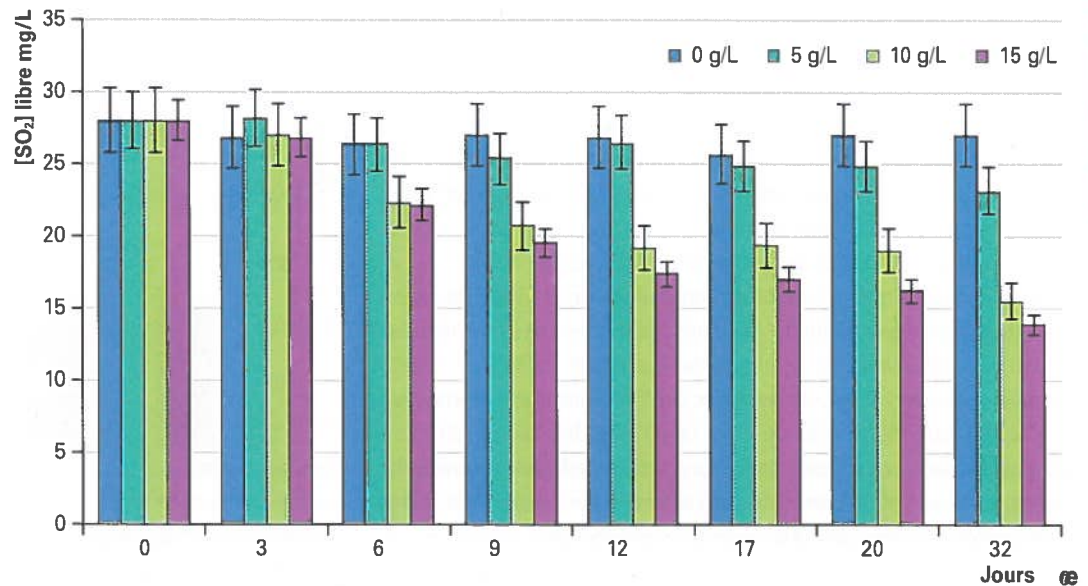
est atteinte en 48 heures. Puis la concentration en oxygène atteint un palier qui s'étale sur 2-3 jours et correspond à ce que nous appellerons la concentration maximale mesurée (O₂ max). Il s'établit alors un équilibre entre l'oxygène présent encore dans les anfractuosités du bois et celui présent en solution (phase 2). Enfin, la dernière phase correspond à la diminution de la concentration en oxygène relative à sa consommation par les extractibles du bois de chêne qui l'emporte sur la cinétique d'extraction (phase 3). Ainsi, compte tenu des phénomènes physico-chimiques mis en jeu, il apparaît clairement qu'une mesure directe de la quantité d'oxygène apportée par le bois de chêne à une solution modèle est difficilement envisageable. Nous avons reproduit cette expérience à de nombreuses reprises avec des morceaux de stave provenant d'une même pièce de bois et également avec d'autres échantillons de bois. L'exemple présenté **figure 1** correspond à ceux de deux staves provenant

d'un même merrain. Dans cette expérience, après avoir atteint le palier correspondant à la valeur du O₂ max, nous avons retiré la stave présente dans la solution afin de pouvoir estimer uniquement la vitesse de consommation de l'oxygène par la solution hydroalcoolique contenant les extractibles du bois de chêne. De la sorte, nous avons pu établir en première approximation un bilan moyen entre l'oxygène résiduel cédé par le bois et sa consommation par les composés phénoliques. Nous montrons que dans nos conditions expérimentales la vitesse de consommation de l'oxygène par la solution contenant les extractibles du bois (phase 3) est comprise entre 20 et 30 µg/L/jour. Ces valeurs sont faibles comparées à la vitesse moyenne de dissolution de l'oxygène relevée lors des premiers jours de macération (phase 1) qui pour certaines staves avoisine les 300 µg/L/jour. Dans le cas de l'utilisation des staves et d'alternatifs de façon générale, l'extraction est rapide puisqu'elle

■ **Figure 4 :** Comparaison des valeurs en O₂ max obtenus à partir de la macération d'une même quantité de staves et de copeaux de bois de chêne (17 g/L) en solution hydroalcoolique. (n = 6)



■ **Figure 5 :** Incidence de l'ajout de quantités croissantes de copeaux de chêne sur l'évolution de la teneur en SO₂ libre d'une solution modèle de composition proche du vin (n = 3).



s'effectue simultanément dans les trois directions à travers les vaisseaux du chêne : radiale, tangentielle et longitudinale. Compte tenu de ces résultats préliminaires, il nous a paru évident que la vitesse de consommation de l'oxygène par les composés phénoliques cédés par le bois pouvait interférer dans l'évaluation précise de la quantité d'oxygène apportée par le bois. C'est pour cette raison que nous avons optimisé les conditions de macération afin de limiter au maximum la consommation de l'oxygène par ces composés. Cette étape nous a permis d'obtenir une méthode linéaire et répétable, c'est-à-dire que la quantité d'oxygène mesurée (O₂ max) est proportionnelle aux nombres de staves mises à macérer.

Incidence de la structure anatomique du bois et de la chauffe

Le « grain » correspond, selon l'usage qu'en font les tonneliers, à la largeur moyenne des cernes d'accroissement, et par conséquent à la vitesse de croissance de l'arbre. Ils font traditionnellement référence à deux chênes « étalons » pour définir les types de « grain » : le chêne du Limousin à accroissement large (4 mm et plus), structure grossière ou lâche pour le « gros-grain » ; le chêne de l'Allier

à accroissement fin (voisin du mm), structure fine ou serrée et porosité faible pour le « grain fin » (Feuillat et Keller 1994). Cette implication systématique entre vitesse de croissance, structure et porosité est celle communément admise par les professionnels de la tonnellerie.

Nous avons évalué l'incidence de certains paramètres sur la valeur du O₂ max mesuré dans les échantillons : elles sont comprises entre 0,48 mg/L et plus de 3,3 mg/L selon l'échantillon considéré. L'analyse fine des résultats (figure 2A) révèle que la sélection des bois selon la taille du grain n'est pas un critère permettant leurs classifications selon la richesse en oxygène. Ces résultats sont en accord avec ceux d'une récente étude menée par Mirabel (2011) qui souligne entre autre l'absence de corrélation entre la densité du bois de chêne et la taille du grain. Ils sont cependant en contradictions avec les résultats obtenus par Bakour (2003). En effet, celui-ci a constaté après l'analyse de nombreux paramètres anatomiques du bois de chêne (sur près de 290 échantillons) l'existence de corrélations, faibles mais significatives entre la largeur de grain, la porosité du bois et sa densité. En revanche, nos résultats tendent à montrer que la valeur du O₂ max est relativement bien

corrélée à la densité du bois utilisé dans le cadre de ce protocole (figure 3). C'est-à-dire qu'un bois de faible densité sera susceptible d'apporter plus d'oxygène à la solution qu'un bois de densité plus importante.

Nous avons imaginé par ailleurs, que la chauffe puisse modifier la quantité d'oxygène contenue dans le bois. En effet, il n'est pas exclu que le brûlage des staves conduit à des altérations de la structure interne susceptible de modifier la porosité, ou tout au moins de provoquer une fissuration des parois des vaisseaux permettant au liquide d'extraire plus aisément l'air présent dans les cavités. Afin de valider cette hypothèse, nous avons comparé selon le protocole décrit précédemment la quantité maximale d'oxygène cédée par le bois de chêne qu'il soit chauffé ou non. L'analyse des résultats (figure 2B) révèle que la chauffe n'a pas d'effet sur la teneur en O₂ max mesurée. Celle-ci est cohérente avec les résultats des récents travaux de Mirabel (2011) qui ont également montré que la chauffe n'a pas d'incidence sur la porosité.

Incidence du type d'alternatif

L'usage d'alternatifs à la barrique de chêne peut également se retrouver dans l'utilisation de copeaux de chêne. Le protocole développé précédemment pour le calcul du O₂ max aux staves a été appliqué aux copeaux. Les valeurs en O₂ max des staves et des copeaux issus des mêmes merrains sont présentées figure 4. Nous montrons que les copeaux de bois renferment tout comme les staves des quantités non négligeables d'oxygène. Cependant, la valeur du O₂ max des copeaux est en moyenne deux fois plus faible que celui des staves.

Évolution de la teneur en SO₂ selon différents paramètres

Nous venons de montrer que l'utilisation du bois de chêne peut apporter des quantités importantes d'oxygène. Nous proposons d'illustrer ce phénomène par la mesure de l'évolution de la teneur en dioxyde de soufre d'une solution hydroalcoolique dans laquelle est mise à macérer des concentrations croissantes de copeaux de bois non chauffés. Au cours de cette expérience, des prélèvements réguliers ont été réalisés sur une période de 32 jours (figure 5). Nous montrons que plus la quantité de copeaux est élevée plus la diminution en SO₂ libre est rapide et importante. Ainsi, pour la modalité supplémentée à 15 g/L, après 32 jours de macération près

de la moitié du SO₂ libre initial a été consommé. Cette diminution importante témoigne tout naturellement de la présence de phénomènes d'oxydation plus marqués. Ce résultat s'explique par deux phénomènes concomitants. Le premier correspond à ce que nous venons de décrire, c'est-à-dire un apport en oxygène plus important selon la dose de bois employé. Le second résulte de la dissolution des extractibles du bois de chêne susceptibles de catalyser les réactions d'oxydation (Ribereau-Gayon et al., 1998). Pour une dose de 5 g/L, proche de celle utilisée dans la pratique, cet effet est également observé mais dans des proportions moindres.

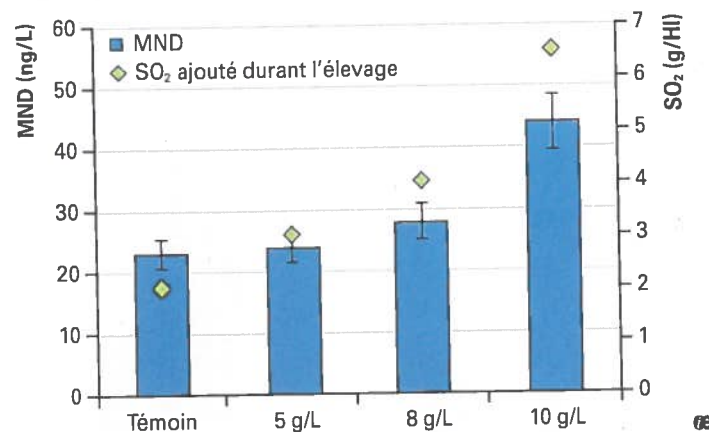
Il est bien connu que la teneur en éthanol du milieu joue de façon importante sur l'extractibilité des composants volatils et non volatils du bois de chêne. Nous avons évalué l'effet du TAV du milieu modèle contenant 10 g/L de copeaux sur l'évolution de la teneur en SO₂ libre. Nous montrons que dans la gamme de concentration en éthanol des vins et dans nos conditions expérimentales, sa présence n'accroît pas les phénomènes oxydatifs et par conséquent reste négligeable sur l'évolution de la teneur en SO₂ libre.

Validation de ces observations au chai: cas de l'élevage d'un vin rouge sous bois

Les essais ont été réalisés sur un vin de Merlot du millésime 2012 issu de l'appellation Bergerac. Après FML, le vin a été soutiré et sulfité (SO₂ libre initial 29 mg/L) puis réparti en 4 cuves béton de 50 HI. Nous avons suivi le vin témoin (sans douelles), ainsi que 3 modalités traitées avec des concentrations croissantes de douelles en chêne français (Oenostave, Seguin Moreau; 950 cm x 5 cm x 18 mm; chauffe moyenne aux doses suivantes: T2 = 5 g/L, T3 = 8 g/L et T4 = 10 g/L de bois). Dans les conditions de l'expérimentation, nous avons ajusté le niveau de SO₂ libre mensuellement de telle façon que sa concentration demeure identique pour toutes les modalités ([SO₂ libre cible] = 30 mg/L) durant les 5 mois d'élevage.

À l'issue de cette expérience, nous montrons que plus la quantité de stave utilisée augmente plus la quantité de SO₂ à ajouter pour maintenir la concentration en SO₂ libre à sa valeur initiale est importante (figure 7). Nous avons également dosé un marqueur olfactif de l'évolution oxydative des vins rouges: la 3-méthyl-2,4-nonanedione (MND) dont l'odeur rappelle le noyau de pruneau. L'analyse de son évolution figure 7, révèle que la diminution du SO₂ libre s'accompagne

■ **Figure 7: Bilan après 5 mois d'élevage en cuve (50 HI) de la quantité totale de SO₂ ajoutée au vin permettant de maintenir une valeur de SO₂ libre de 30 mg/L et la concentration en MND des vins selon la quantité de staves.**



pour la modalité 10 g/L, d'une augmentation significative de sa concentration.

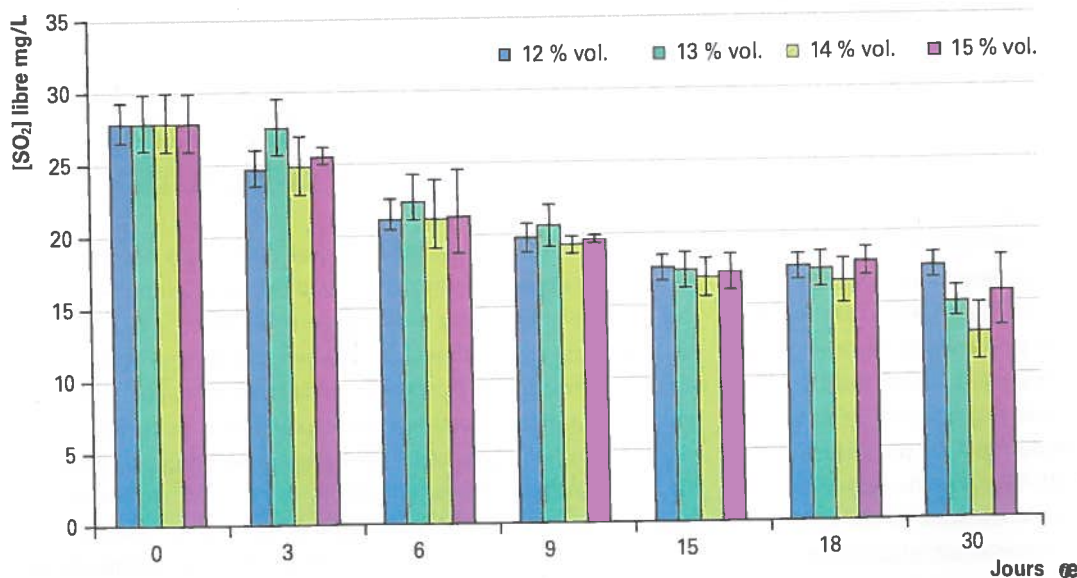
Cependant, l'analyse sensorielle de ces vins n'a pu mettre en évidence l'apparition d'un défaut d'oxydation. Ce résultat n'est pas surprenant puisque les concentrations retrouvées dans nos essais restent systématiquement inférieures à son seuil de perception dans les vins qui est de 62 ng/L.

Conclusion

L'ensemble des résultats obtenus lors de ce travail montrent clairement que le bois de chêne utilisé sous forme de stave est susceptible de céder aux vins de façon très rapide des quantités

importantes d'oxygène. Ce résultat vient à l'encontre d'une idée assez répandue qui tend à considérer l'élevage en présence de produits alternatifs comme plus propice à l'apparition des phénomènes de réduction que lors d'un élevage traditionnel en fûts. Les bénéfices associés à un apport d'oxygène raisonné au cours de l'élevage des vins sont connus; limitation des arômes de réduction, meilleure stabilisation de la couleur des vins rouges, affinement du goût du vin. Compte tenu des niveaux élevés d'oxygène apportés par les staves, l'usage d'alternatifs implique du vinificateur, un suivi méticuleux des teneurs en SO₂ libre des vins au risque de favoriser l'apparition des phénomènes d'oxydation et dans certains cas particuliers le développement d'une flore microbienne indésirable (*Brettanomyces D.*; *Acetobacter sp.*). Des travaux en cours devront permettre de préciser la quantité d'oxygène totale apportée par les staves aux vins et ses conséquences sur l'évolution de leurs composantes organoleptiques. ■

■ **Figure 6: Incidence de l'ajout de quantités croissantes d'éthanol (TAV % vol.) sur l'évolution de la teneur en SO₂ libre d'une solution modèle de composition proche du vin supplémentée en copeaux de chêne (10 g/L) (n = 3).**



Remerciements: Les auteurs remercient M. Richard Nadal (vigneron de domaine de Marsalet) et M. Cyril Fourcade (Œnologue conseil) pour la mise en place des essais.

NDLR: Les références bibliographiques concernant cet article sont disponibles sur simple demande auprès de la Revue des Œnologues.

- Par courrier: joindre une enveloppe affranchie, avec les références de l'article
- Sur internet: www.oeno.tm.fr