Étude de caractéristiques analytiques et organoleptiques de copeaux de chênes à usage œnologique

Matthieu Dubernet ⁽¹⁾, Damien Kalanquin ⁽¹⁾, Sébastien Pardaillé ⁽²⁾, Isabelle Cutzach-Billard ⁽³⁾

(1) Laboratoires Dubernet, Narbonne, France
(2) Groupe Œnoconseil & Cœ, Saint Clément de Rivière, France
(3) Laboratoire_d'oenologie Rière, Perpignan, France
Ces 3 laboratoires sont membres fondateurs de l'association Vino Latino

RESUME

L'offre du marché des morceaux de bois de chêne à usage oenologique est fournie en termes de références de produits. L'information technique qui accompagne les différents copeaux se limite cependant aux seuls critères de chauffe et d'origine. Cette étude menée par Vino Latino, groupe d'œnologues et de laboratoires de terrain dans le Languedoc-Roussillon, a pour but d'étudier en termes organoleptiques et analytiques ces deux critères et d'établir la portée de leur signification.

29 Préparations de copeaux du marché ont ainsi été testés, dans différents vins et matrices synthétique. Chaque macération a ensuite été analysée (arômes du bois) aux laboratoires Dubernet, et évaluée en analyse sensorielle par un groupe formé des œnologues-conseils membres de Vino Latino.

Les résultats montrent d'une part que la matrice du vin influence nettement l'extraction des composés volatils du bois. D'autre part, il apparaît que ni la chauffe, bien qu'ayant des conséquences fortes sur le profil aromatique, ni l'origine du bois, ne permettent d'augurer à eux deux du type de résultat cenologique obtenu, de façon suffisamment précise. Les auteurs développent alors le concept « d'indice whiskylactone » qui est de nature à apporter une information pertinente et complémentaire à ces deux critères techniques associés aux différents produits.

SUMMARY

The market offer of the oak pieces for oenological use is largely provided in term of references of products. The technical information which comes with the various chips is however limited to the only criteria of heating and origin. The purpose of this study undertaken by "Vino Latino", group of oenologists and laboratories in Languedoc-Roussillon, is to study in organoleptic and analytical terms these two criteria and to establish the range of their significance.

Thus 29 preparations of chips of the market were tested, in various wines and synthetic matrices. Each maceration was analyzed (wood volatile compounds) at the Dubernet laboratories, and was evaluated in sensory analysis by a group set up by winemarking consultant, members of Vino Latino.

The results show on the one hand that the matrix of the wine clearly influences the extraction level of the volatile compounds of wood. In addition, it appears that neither heating, although having strong effects on the aromatic profile, nor the origin of wood, make it possible to forecast of the type of oenological result obtained in a sufficiently precise way. Then, the authors develop the concept of "whiskylactone index" which is likely to bring an additional and relevant information to the two technical criteria associated with the various products.

1 Introduction

L'emploi de morceaux de bois de chêne dans le travail du vin s'est fortement développé depuis son autorisation par les règlements CE 2165/2005 et CE 1507/2006.

L'offre actuelle du marché est très riche et complexe à déchiffrer. En effet, tout utilisateur a pu constater des résultats très variables entre copeaux, alors même qu'ils peuvent afficher les mêmes indications en termes de chauffe et d'origine de bois.

L'objet de cette étude, menée par les équipes d'œnologues conseils membres de l'association Vino Latino (Laboratoires Dubernet, Groupe Oenoconseil&Cœ,

Laboratoire Rière), et l'unité d'analyse fine des Laboratoires Dubernet, est de mesurer la signification, en termes organoleptiques et analytiques, des critères fournis caractérisant les lots de copeaux, et d'évaluer leur impact en terme de résultats œnologiques.

2 Matériel et méthodes

2.1 Produits testés

Les études ont porté sur 29 préparations de copeaux, mises à disposition par 8 fournisseurs différents, avec des origines de bois diverses (20 chênes français, 7 chênes américains, 2 origines non précisées) et des intensités de chauffe variées (6 non chauffés, 13 chauffes intermédiaires, 10 chauffes fortes).

Tous les produits testés avaient une granularité conforme à la réglementation, avec des tailles variant du granulé fin à l'éclat grossier. Les poudres et gros morceaux (des, sticks, staves...) ont volontairement été exclus du champ de l'étude, de façon à réduire les paramètres variables.

2.2 Mise en œuvre des copeaux

Les copeaux ont été introduits à la dose unique de 10 g/L dans trois milieux différents :

- ➤ 1 solution synthétique simulant vin (simulant C, 12%vol, pH 3,0)
- ➤ 1 vin blanc (vin de pays Chardonnay, 13%Vol., pH 3,4)
- ➤ 1 vin rouge (vin de pays Merlot, 13,8 %Vol., pH 3,8)

Cette dose volontairement élevée a pour objectif d'affranchir autant que possible l'étude de l'effet d'interaction entre le vin et le bois.

Pour uniformiser les conditions de conservation et permettre un échantillonnage nondestructif, les vins ont été conditionnés dans des outres de 3 litres, type « bag in box », avec leurs copeaux.

La durée de contact vin / copeaux a été de 3 semaines.

2.3 Analyses sensorielles

Les vins ainsi traités ont été dégustés à deux reprises par le même panel de 15 cenologues conseils du groupe Vino Latino, une première fois après 3 semaines de contact, et une seconde fois 2 mois après. Le test d'analyse sensorielle utilise une liste fermée de descripteurs (7 olfacifs et 10 gustatifs) qui quantifie chaque paramètre sur une échelle de 0 à 5.

L'approche en analyse sensorielle des dégustateurs du panel peut être considérée comme orientée en raison de leur expérience de terrain et de prescripteur. Néanmoins, ce type de profil de dégustateur permet à cette étude de refléter une certaine subjectivité des réalités pratiques de terrain.

2.4 Analyses chimiques

Les analyses chimiques ont été réalisées dans l'unité d'analyse fine des Laboratoires Dubernet, accréditée COFRAC pour l'analyse des composés volatils du bois. Les 3 modalités de macération de copeaux ont été analysées pour la recherche des composés suivants :

- Vanilline
- Furfural
- MéthylFurfural
- Eugénol + Isoeugénol
- Cis-Whisky Lactone
- Trans-Whisky Lactone
- Gaïacol
- 4 Méthyl Gaïacol
- 2 Méthyl phénol (O-Crésol)
- Syringaldéhyde
- Syringol

D'autre part une vérification des contaminants suivants a été réalisée :

- Halophénols
- Haloanisoles
- Benzopyrènes

L'étape d'extraction est réalisée par la technique headspace/SPME (micro-extraction en phase solide dans l'espace de tête) à l'aide d'une fibre en DB/Carboxen/PDMS stableflex de 50/30 mm sur 10 mL de d'échantillon en présence de standard interne. L'adsorption est effectuée à 60°C pendant 30 minutes. Les composés organiques adsorbés sont désorbés thermiquement pendant 3 minutes dans l'injecteur du chromatographe à 260 °C. Après désorption, l'analyse par chromatographie gazeuse est effectuée sur colonne capillaire de faible polarité avec une détection par MS/MS (spectrométrie de masse en tandem).

L'importante masse de données analytiques obtenues ont ensuite été traitées par techniques statistiques et notamment par analyse en composantes principales (ACP), à l'aide du logiciel de statistique *R*.

3 Résultats et discussion

3.1 Absence de contaminants

Les composés suivants ont été dosés sur le macérat simulant vin, chlorophénols (tri, tetra et pentachlorophénols), bromophénol, chloroanisoles (tri, tetra et pentachlorophénol),bromophénol, benzopyrène a et benzopyrène e.

Tous les copeaux testés se sont révélés exempts de contamination (toutes les valeurs inférieures au seuil de détection).

3.2 Migration des composés aromatiques et effet matrice

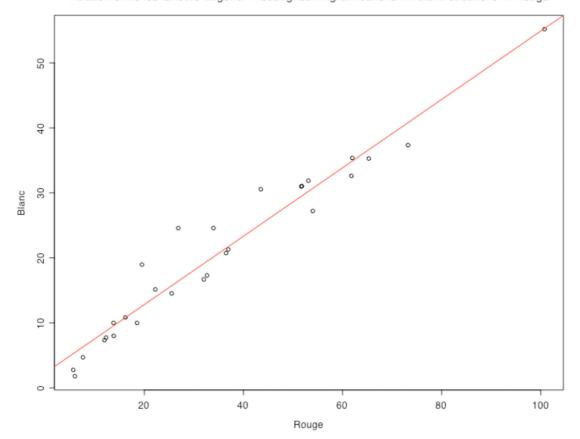
La migration des composés du bois de chêne dans le vin dépend manifestement de facteurs nombreux. Par conséquent, il est à attendre des différences entre les compositions des fractions aromatiques données par un même bois sur les différentes modalités testées : vin rouge, vin blanc, et simulant vin.

Il apparaît cependant que les résultats obtenus montrent des corrélations nettes des teneurs des composés dosés dans les 3 milieux testés. Ces corrélations sont les suivantes :

	r ² vin rouge / vin blanc
Furfural	0,99
Méthylfurfural	0,95
Ocrésol	0,88
Gaïacol	0,99
Méthylgaïacol	0,98
Trans-Wiskylactone	0,72
Cis-Wiskylactone	0,96
Eugénol + Isoeugénol	0,97
Vanilline	0,63

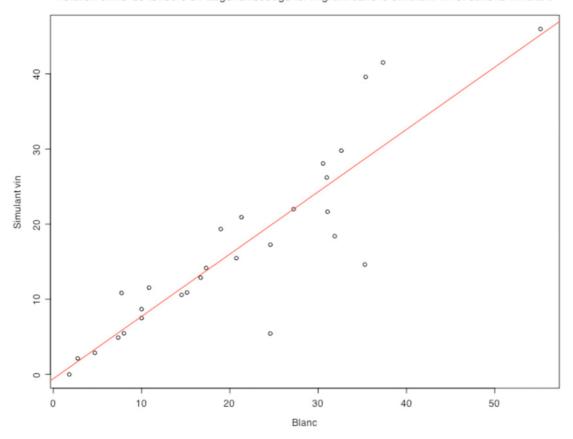
Les graphiques 1 et 2 montrent la corrélation pour l'eugénol + Isoeugénol, entre les teneurs mesurées dans le simulant et dans les vins blancs et rouges. Le graphique 3 montre la corrélation pour ce même composé des teneurs dans le vin rouge et le vin blanc.

Relation entre les teneurs Eugenol + Isoeugnéol migrant dans le vin blanc et dans le vin rouge



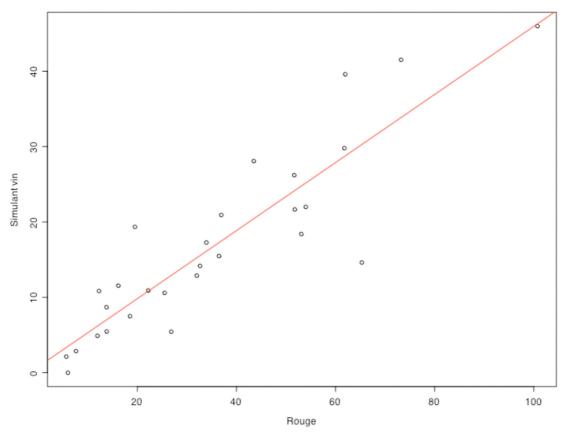
Graphique1

Relation entre les teneurs en Eugenol.isoeugenol migrant dans le simulant vin et dans le vin blanc



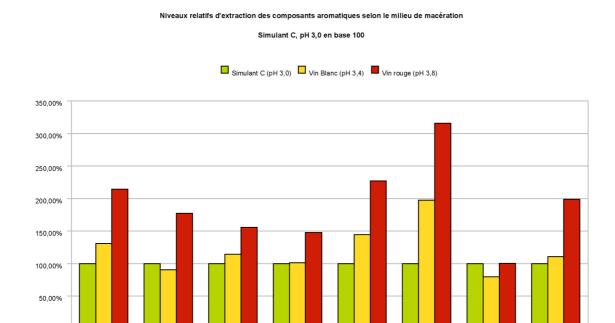
Graphique 2

Relation entre les teneurs en Eugenol.isoeugenol migrant dans le simulant vin et dans le vin rouge



Graphique 3

Bien que corrélées les teneurs des composés aromatiques peuvent varier fortement d'une matrice à l'autre. Si pour certains composés, comme le gaïacol, les teneurs sont équivalentes dans les deux vins, d'une manière générale, les teneurs sont plus élevées dans le vin rouge que dans le vin blanc et le simulant vin, avec des rapports importants de l'ordre de 1 :2 voire de 1 :3 (graphique 4).



Graphique 4

Whisky trans

Methylguaiacol

Whisky cis

Ceci semble indiquer que la prise de composés volatils du bois varie très fortement d'un vin à l'autre, et ce pour un même copeau utilisé. L'effet matrice joue donc un rôle très significatif.

0.00%

Furfura

Methylfurfural

Ce rôle n'est à l'heure actuelle ni connu, ni envisagé par les utilisateurs, qui emploient des doses en fonction du résultat espéré, et non en fonction de la matrice du vin.

Considérant son importance mesurée ici, il apparaît qu'une meilleure connaissance de l'effet matrice, et sa prise en compte, permettraient de raisonner de façon beaucoup plus précise et juste les dosages des morceaux de bois de chêne œnologiques.

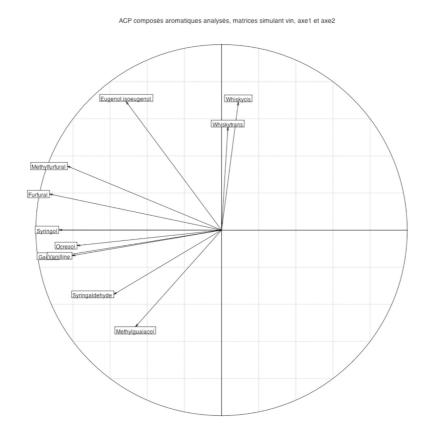
Il semble bien qu'il y ait un nombre assez élevé de paramètres qui influent sur la migration des composés aromatiques du bois dans les vins : TAV, SO2, pH, libération enzymatique de précurseurs... Ce sujet, pour le moins fondamental, mériterait à lui seul une étude importante.

Il apparaît que le pH constitue manifestement un des facteurs importants de cet effet matrice. Des essais complémentaires, réalisés en ajustant à différents niveaux le pH de plusieurs vins, ont montré d'importantes différences dans les teneurs des composés volatils obtenues. Cependant il n'a pas été possible de mettre en évidence un modèle de linéarité directe entre le pH et les teneurs analysées des différents composés. D'une façon générale, il se dégage de ces résultats que plus le pH du vin est élevé, plus les teneurs des composés volatils du bois, extraits dans le vin, sont élevées, avec des ratios de 1 à 3 entre le pH de 3,3 à 3,8, pour les composés indiqués plus haut.

3.3 Caractérisation des familles de composés volatils du bois

Les données des teneurs des composés volatils du bois sont traitées en ACP de façon à rendre graphiquement appréciable les tendances pouvant se dégager.

La première analyse en composante principale (ACP) des dosages sur simulant C (axes 1 et 2) met en évidence trois groupes de composés (Graphique 5), qui se distribuent sur l'axe 1 et l'axe2, et se révèle statistiquement significatifs.



Graphique 5

Ces trois groupes sont les suivants :

- (1) Méthylfurfural, Furufural, Syringol, Syringaldéhyde, O-Crésol, Vanilline, Gaïacol, Méthylgaïacol
- (2) Cis-Whiskylactone, Trans-Whiskylactone
- (3) Eugénol + Isoeugénol.

Il est notable de relever que le groupe (1) et le groupe (2) n'ont pas de relations corrélatives entre eux. Les facteurs qui influencent ces composés sont donc indépendants.

3.4 Relation entre les composés aromatiques du bois et les descripteurs sensoriels

Dans le cas du vin rouge, une ACP au profil similaire est obtenue. En complétant les données analytiques avec les données issues de l'analyse sensorielle, on peut graphiquement mettre en relation les informations analytiques et sensorielles, (graphique 6) :



ACP, descripteurs olfactifs analyse sensorielle et composés aromatiques, matrice vin rouge, axe1 et axe2

Graphique 6

Les paramètres suivants peuvent donc être reliés, en termes de tendances :

Fumé Epicé Toasté	Eugénol + Isoeugénol Furfural Méthylfurfural Vanilline O-Crésol Gaïacol Méthylgaïacol
Sucrosité Rondeur Gras Caramel Vanillé Coco	Cis Whiskylactone Trans Whiskylactone

Ces deux familles de caractères sont indépendantes l'une de l'autre, c'est à dire qu'elles ne s'excluent, ni ne s'associent de façon statistique.

Le caractère « harmonie » ne s'associe pas directement avec d'autres paramètres.

Le caractère « planche » semble s'opposer aux caractères « fumé », « toasté », « épicé », cependant, il se situe près du centre de l'ACP, et sa signification statistique est faible.

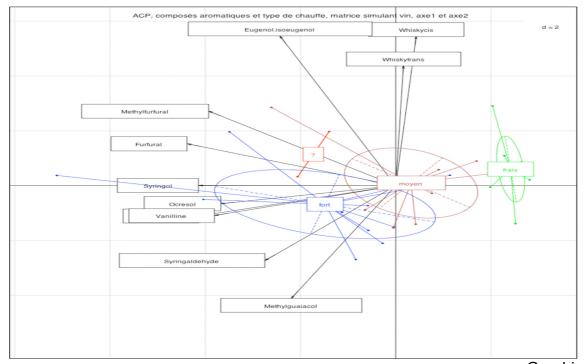
Le caractère de « sècheresse » s'oppose aux caractères de « sucrosité » « gras » et « vanillé », et est indépendant des caractères de « fumé », « toasté », « épicé ».

On remarquera enfin que le caractère « vanillé » est indépendant de la teneur en vanilline. Le caractère vanillé est en pratique associé en particulier aux Whiskylactones.

3.5 Effet de la chauffe des copeaux

3.5.1 Etude des composés aromatiques analysés et effet de la chauffe

En projetant sur l'analyse des composés aromatiques analysés le degré de chauffe des copeaux (selon les données des fabricants), on remarque que celui-ci se distribue nettement selon l'axe 1 de l'ACP (graphique 7). L'intensité de la chauffe est ainsi reliée à un groupe de composés aromatiques (1), observé plus haut. À l'inverse, on observe que les quantités de whisky-lactones ainsi que dans une moindre mesure Eugénol+Isoeugénol sont indépéndants du paramètre de chauffe.



Graphique 7

On peut donc établir le groupe des composés qui apparaissent reliés significativement à la chauffe :

Furfural

- Méthylfurfural
- Syringol
- Syringaldéhyde
- O-crésol
- Gaïacol
- Méthylgaïacol
- Vanilline

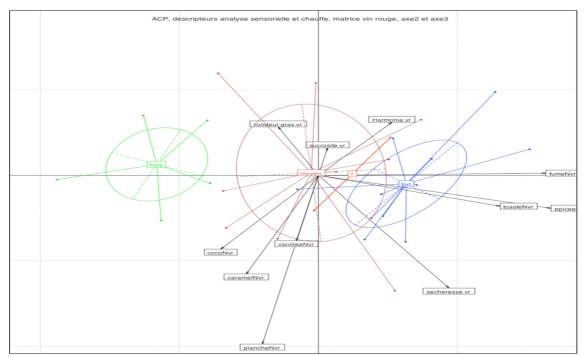
Et le groupe de composés qui apparaissent indépendants de la chauffe :

- Eugénol + Isoeugénol
- Cis-Whiskylactone
- TransWhiskylactone

3.5.2 Étude des données de l'analyse sensorielle et effet de la chauffe

La même approche est employée pour confronter les descripteurs utilisés dans le cas de l'analyse sensorielle et les données relatives au niveau de chauffe, dans le cas de la modalité vin rouge (graphique 8).

L'information relative à la chauffe se décline le long de l'axe 2.



Graphique 8

Les caractères suivants apparaissent reliés à la chauffe :

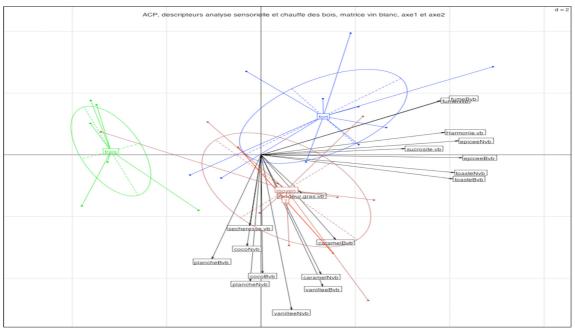
- Fumé
- Toasté
- Epicé

De nombreux critères sensoriels sont indépendants de la chauffe :

Sucrosité

- Rondeur et gras
- Secheresse
- Vanillé
- Caramel
- Coco
- Planche
- Harmonie (tendance non significative)

Dans le cas de la modalité vin blanc, le profil de l'analyse statistique est sensiblement différent (graphique 9).



Graphique 9

Dans le cas du vin blanc, l'axe 1 discrimine les bois frais des autres, mais ne discrimine pas les chauffes moyennes et fortes.

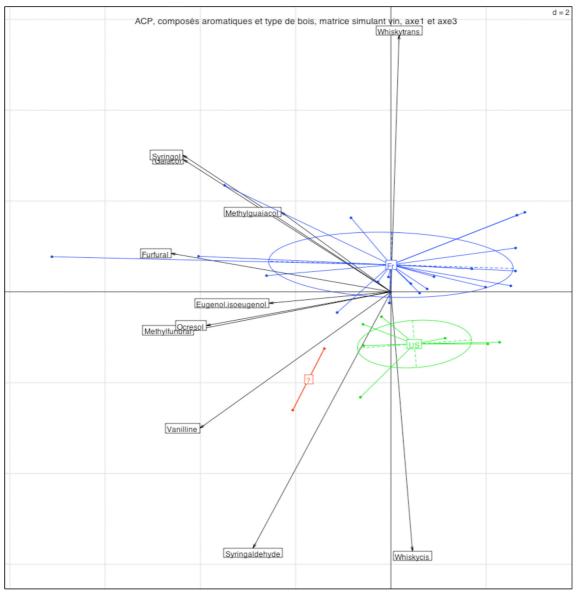
Sur cette analyse de la modalité vin blanc, on observe l'opposition du caractère bois frais avec les descripteurs sucrosité et harmonie.

On retrouve également comme sur le vin rouge que les descripteurs « noix de coco », « caramel » et « vanillé » sont indépendants du type de chauffe, de même que les descripteurs « sécheresse » et « planche ».

3.6 Effet de l'origine du bois

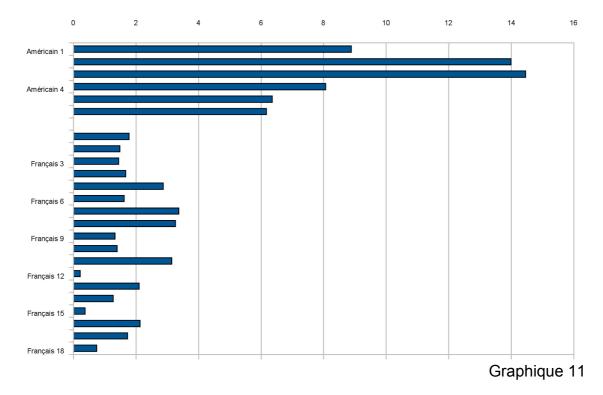
3.6.1 Analyses des composés volatils aromatiques

La même méthode que précédemment est appliquée. Les origines du bois se séparent assez mal le long des axes 1 et 2, et il a été nécessaire de rechercher l'axe 3. Il est intéressant de remarquer que ce même axe crée une séparation très forte des whisky lactones (graphique 10).



Graphique 10

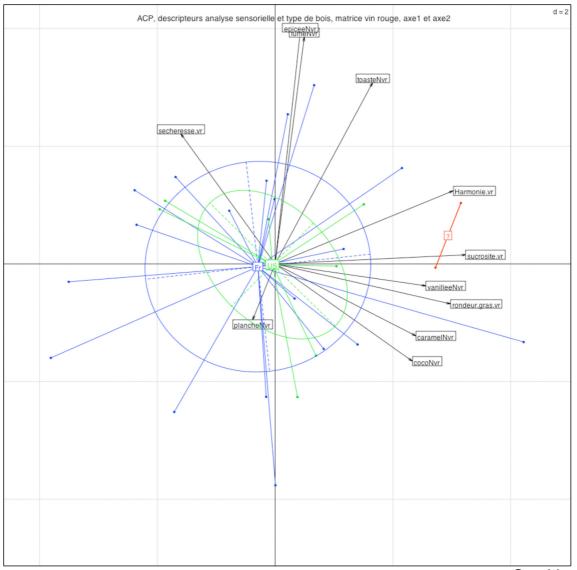
Cette ACP illustre un fait connu, qui est la tendance nette des bois US à contenir des teneurs plus élevées en Cis-Wiskylactone par rapport aux teneurs en Trans-whiskylactone, quand les bois français contiennent des teneurs comparables pour ces deux composés. Il s'agit là d'un marqueur qui serait de nature à apporter une information sur la possible origine US ou française des bois œnologiques (Graphique 11).



Les autres composés volatils aromatiques du bois ne peuvent pas être mis en relation avec l'origine du bois.

3.6.2 Analyse sensorielle

Les critères d'analyse sensorielle n'ont pas permis de produire une discrimination statistique des bois français et des bois US, selon les axes 1 et 2 de l'ACP, ni sur d'autres axes (Graphique 12).



Graphique 12

Ceci signifie que dans le contexte de l'étude, il n'a pas été mis en évidence de différence entre les deux origines de bois lors de l'analyse sensorielle.

3.7 Caractères non déterminés

Un certain nombre de critères analytiques et organoleptiques n'ont pas, dans le cadre de l'étude, été significativement déterminables par les paramètres de chauffe et d'origine des bois.

Ces paramètres sont en particuliers :

Composés volatils aromatiques	Caractères organoleptique
Eugénol Isoeugénol	- Sucrosité
Whiskylactones	- Rondeur et gras
	- Sécheresse
	- Vanillé
	- Caramel

- Coco
- Planche
- Harmonie

On notera qu'il s'agit de paramètres importants pour les utilisateurs de copeaux.

Par exemple, la question des whiskylactones reste ainsi non expliquée par la chauffe ou par l'origine des copeaux. Or l'empreinte de ces molécules aromatiques type très fortement le boisé d'un vin, avec des arômes de noix de coco et de vieil alcool. En l'absence d'autres informations que la chauffe et l'origine du bois, l'utilisateur de morceaux de bois œnologique n'a donc a priori aucune maîtrise sur le rendu « noix de coco », qui pourtant constitue un critère de goût très discriminant et déterminant chez les consommateurs.

La caractérisation de cette richesse en Whiskylactones aurait donc tout intérêt à être portée parmi les informations techniques fournies pour les lots de copeaux, comme une information complémentaire à la chauffe et l'origine du bois. Cet « indice Whiskylactone » illustrerait ainsi des utilisations de copeaux bien ciblées :

- Un indice Whiskylactone élevé correspondra à un copeau riche en Whiskylactone, et qui laissera une empreinte aromatique « noix de coco », (souvent confondue en pratique avec le « vanillé ») importante dans le vin. Ce type de copeaux intéressera les utilisateurs qui cherchent un boisage assez fort pour donner plus de puissance et soutenir l'aromaticité de leurs vins.
- Un indice Whiskylactone bas correspondra à un copeau pauvre en Whiskylactone, donc laissant une empreinte aromatique plus discrète dans le vin. Cette empreinte s'enrichit avec des bois plus chauffés, en produisant un style de boisé sur des notes toastées, grillées... Ce type de copeau intéressera les utilisateurs qui cherchent à donner plus de complexité à leur vin, sans pour autant développer un caractère boisé prééminent.

4 Conclusion

Les résultats obtenus dans le cadre de cette étude sont des résultats de nature statistique. À cet égard, il est nécessaire de les interpréter avec toutes les précautions d'usage, et de ne parler que de tendances générales. Il serait également impropre de généraliser ces données à l'ensemble des bois œnologiques, en particulier, il semble évident que le comportement des copeaux de bois, ne suit pas strictement celui des barriques, vis-à-vis des conséquences de la chauffe et de l'origine.

D'autre part il faut prendre en compte que les conditions de l'étude, de même que certaines imprécisions dans les informations techniques obtenues sur les copeaux étudiés, auront pu avoir des effets sur les résultats obtenus.

Cependant, des informations et des questions importantes ont pu être mises en évidence :

1) La matrice du vin influence considérable les quantités des teneurs des composés volatils du bois qui sont extraites. Cette donnée, non prise en compte à l'heure

actuelle par les praticiens, mérite une étude plus approfondie pour identifier les facteurs impliqués, et modéliser leur influence.

- 2) Il est apparu nettement que la chauffe des bois œnologiques constitue le paramètre le plus influent sur les teneurs d'un certain nombre de composés aromatiques du bois, ainsi que de certains caractères gustatifs. Ce type de résultat était évidemment attendu.
- 3) L'origine française ou US du bois semble statistiquement être peu influente sur les paramètres analytiques et gustatifs mesurés, exception faite du rapport entre les teneurs des 2 Whiskylactones. Les conséquences en termes organoleptiques ne sont pas distinguées en fonction des origines des bois.
- 4) Il ressort par ailleurs que ces deux critères qui accompagnent les bois cenologiques sur le marché, la chauffe et l'origine du bois, sont cependant insuffisants pour les caractériser de façon complète et augurer du résultat cenologique qui découlera de leur utilisation. D'autres critères, déterminants pour la qualité cenologique des copeaux, devraient par conséquent être établis et fournis aux utilisateurs des morceaux de bois cenologiques.

Les intensités et les modalités de séchage des bois, ainsi que les gestions des chauffes sont certainement des facteurs qui influent fortement sur la qualité et la typologie des morceaux de bois de chêne à usage œnologique, et en particulier sur la richesse en Whiskylactones. Cependant de tels critères ne sont pas faciles à décrire en termes quantitatifs ou qualitatifs précis, de même qu'en termes marketing, et ce, d'autant plus que les procédés ne sont pas standardisés chez les différents fabricants.

Les teneurs globales en Whiskylactones, qui semblent donc indépendantes de la chauffe et de l'origine des bois, ont d'importantes conséquences sur la typologie des copeaux. Aussi, le développement d'un « indice Whiskylactone » s'intègrerait naturellement comme une information technique nécessaire et complémentaire aux données de chauffe et d'origine, et permettrait de cibler beaucoup plus efficacement les différentes utilisations des copeaux.

En l'état actuel des connaissances, l'expérience, et des approches empiriques restent aujourd'hui la règle pour les utilisateurs. Toutefois, cette étude a montré qu'il existe un certain nombre de pistes sérieuses pour mieux décrire et caractériser les copeaux, et permettre une utilisation plus précise et mieux éclairée de ces outils œnologiques.

Les auteurs tiennent à remercier les fournisseurs de copeaux suivants pour leur contribution à cette étude : (dans l'ordre alphabétique) Boisé France, Brasebois (JLJ / Oenoplus), Nobile (Laffort œnologie), OakyVin (La littorale / Erbslöh), Oak in Wine (Demptos), Oenochene (Martin Vialatte), Pronektar (Radoux), X-Traoak (Lamothe-Abiet).