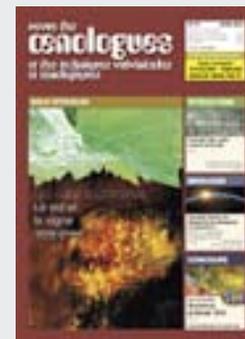


Incidence de la perméabilité à l'oxygène de l'obturateur sur l'évolution des vins sur une période de 10 ans

Partie 2/3: Le cas du sauvignon blanc

Alexandre Pons^{1,2}, Valérie Lavigne^{1,2}, Cécile Thibon², Pascaline Redon², Christophe Loisel³, Véronique Chevalier³, Philippe Darriet², Denis Dubourdieu²

¹ Tonnellerie Seguin Moreau – Cognac France – France. ² Unité de recherche œnologie – EA 4577 USC 1366 INRA – ISVV – Univ. de Bordeaux – Villenave-d'Ornon – France. ³ Diam Bouchage – Céret – France.

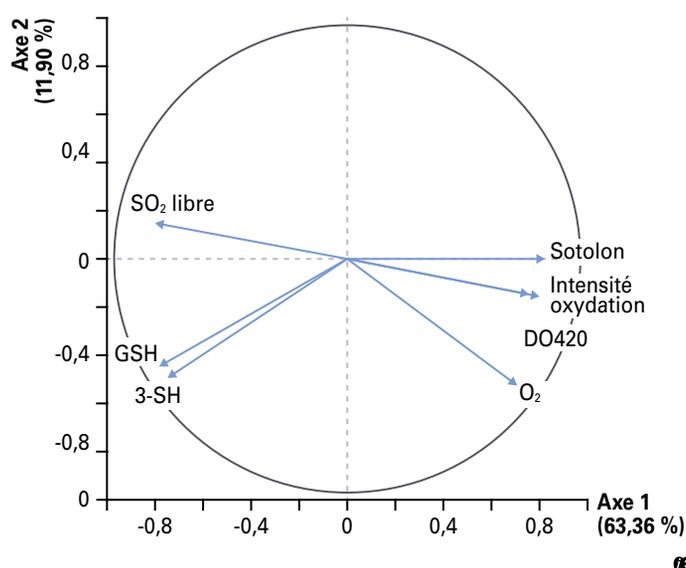


Extrait de la Revue des Œnologues n° 171
search.oeno.tm.fr

Depuis l'antiquité, il est connu empiriquement que la valeur du vin augmente avec le vieillissement dès lors que l'on est capable d'assurer sa conservation dans de bonnes conditions: à l'abri de l'air. Partant de cette observation les producteurs et les amateurs de vin ont développé au fil du temps bien des trésors d'ingéniosité pour parfaire ce dessein. Avec les techniques rudimentaires de l'époque, ils arrivaient à conserver le vin quelques années, voire plus, pour les vins les plus fins dont la réputation fait aujourd'hui écho à nos crus les plus fameux. Pendant longtemps, l'usage du liège naturel pour boucher les bouteilles de vin fut autant plébiscité par les producteurs que par les consommateurs. D'un point de vue technique, les critères de qualité historiques liés à l'usage industriel du bouchon en liège portaient essentiellement sur ses

caractéristiques visuelles, puis dans les années 80 sur ses caractéristiques mécaniques. C'est au cours des années 90 que l'impact du bouchon en liège naturel sur la présence d'un défaut olfactif réducteur, le TCA (2,4,6-trichloroanisole), fut démontré. Des usages plus stricts des procédés de fabrication des bouchons en liège naturels ont alors été progressivement mis en place. Plus récemment, il y a une quinzaine d'années, à la faveur d'une exigence grandissante des vinificateurs désireux d'améliorer l'aptitude au vieillissement de leur vin, la notion de transfert d'oxygène (Oxygen Transfer Rate, OTR) via l'obturateur fut introduite. Ainsi, l'étude des propriétés de transfert de gaz par les obturateurs est aujourd'hui un sujet majeur tant il conditionne la qualité de la conservation des vins en bouteille (Godden et al., 2001). En effet, il est clairement établi que l'obturateur

■ **Figure 1: Représentation des axes 1 et 2 de l'analyse en composante principale des résultats analytiques et sensoriels obtenus au cours de la conservation des trois vins.**



est un paramètre important de la manifestation du vieillissement oxydatif prématuré des vins, même si ce phénomène est avant tout déterminé par la qualité de la matière première et au soin que le vinificateur lui apporte (Lavigne et al., 2008; Pons et al., 2010). Il est aujourd'hui admis que l'oxygène apporté au vin lors de l'embouteillage est défini comme la somme de l'oxygène dissous dans le vin et l'oxygène de l'espace de tête (Lopes et al., 2007; Oliveira et al., 2013). Au cours de la conservation, il est possible de distinguer également l'oxygène cédé par l'obturateur de celui provenant de l'air extérieur. Pour exprimer ces phénomènes, l'OTR et l'OIR (Oxygen Initial Release), introduit très récemment, rendent compte des comportements des différents types d'obturateurs (Chevalier et al., 2019).

De très nombreux travaux ont été menés ces dernières années pour mieux comprendre l'impact de l'obturateur sur la qualité des vins blancs et rouges. La très large majorité d'entre eux se sont attachés à suivre l'évolution des vins sur une période inférieure à 2 ans. Pour bon nombre de vins, cette période correspond à une durée moyenne de conservation. En revanche, la question relative à l'impact de l'obturateur sur l'évolution des vins de longue garde est peu documentée.

Notre projet se propose d'étudier sur une période de 10 ans l'évolution aromatique et analytique de trois sauvignon blanc de Bordeaux selon le type d'obturateur.

■ **Tableau 1: Obturateurs sélectionnés (x) pour chaque cru et classés selon leur valeur d'OTR.**

	OTR mg/an	Gd-f	Gd-M	Gd-F
Capsule Saran	< 0,1 ¹	x	-	-
Diam30 P0,07	0,3 ¹	x	x	x
Diam5 P0,15	0,4 ¹	x	x	x
Capsule Saranex	0,5 ¹	x	-	-
Diam5 P0,35	0,6 ¹	x	x	x
Synthétique 3	0,6 ¹	x	x	x
Synthétique 1	1,5 ¹	x	-	x
Synthétique 2	4,6 ¹	-	x	-
Liège Naturel	0,1 – 40 ¹	x	x	x

¹ Roberston, 2009.

Matériel et méthodes

L'objectif de ce projet est de comparer l'évolution de trois vins de sauvignon blanc (millésime 2007) bouchés soit avec l'obturbateur historique du cru (en liège naturel de qualité différente selon le cru), soit avec plusieurs familles d'obturbateurs possédant des perméabilités à l'oxygène différentes (OTR). Pour cela, trois obturbateurs micro-agglomérés Diam d'OTR croissants ont été sélectionnés. Cette sélection est accompagnée de trois obturbateurs synthétiques et de deux capsules à vis dont les OTR théoriques retrouvés dans la littérature sont présentés dans le **tableau 1**.

Les vins blancs du cépage Sauvignon ont été sélectionnés sur leur potentiel de garde. Celui-ci est évalué sur la base d'une connaissance historique des vins de chaque cru. Ils proviennent d'appellations de la région de Bordeaux. Dans le cadre de cette étude ils sont désignés comme suit : « garde faible » (Gd-f), « garde moyenne »

(Gd-M) et « garde forte » (Gd-F). Le vin Gd-f est conservé sur lies en cuve inox alors que les deux autres vins sont élevés sur lies en fûts de chêne.

L'évolution des vins a été suivie d'un point de vue analytique et sensoriel. Pour ce faire, certains marqueurs chimiques de l'arôme variétal des vins de sauvignon ainsi que de son évolution oxydative ont été dosés : il s'agit du 3-sulfanylhexanol (3-SH) à odeur de pamplemousse et du sotolon dont l'arôme rappelle un mélange de cire et de miel.

D'autres marqueurs de l'évolution oxydative des vins ont complété ce bilan : le SO₂ libre et le glutathion (GSH) ainsi que la teneur en oxygène dissous (sonde orbisphère) et la teinte, exprimée par la mesure de la densité optique à 420 nm (DO420). Chaque mesure correspond à l'analyse de trois bouteilles.

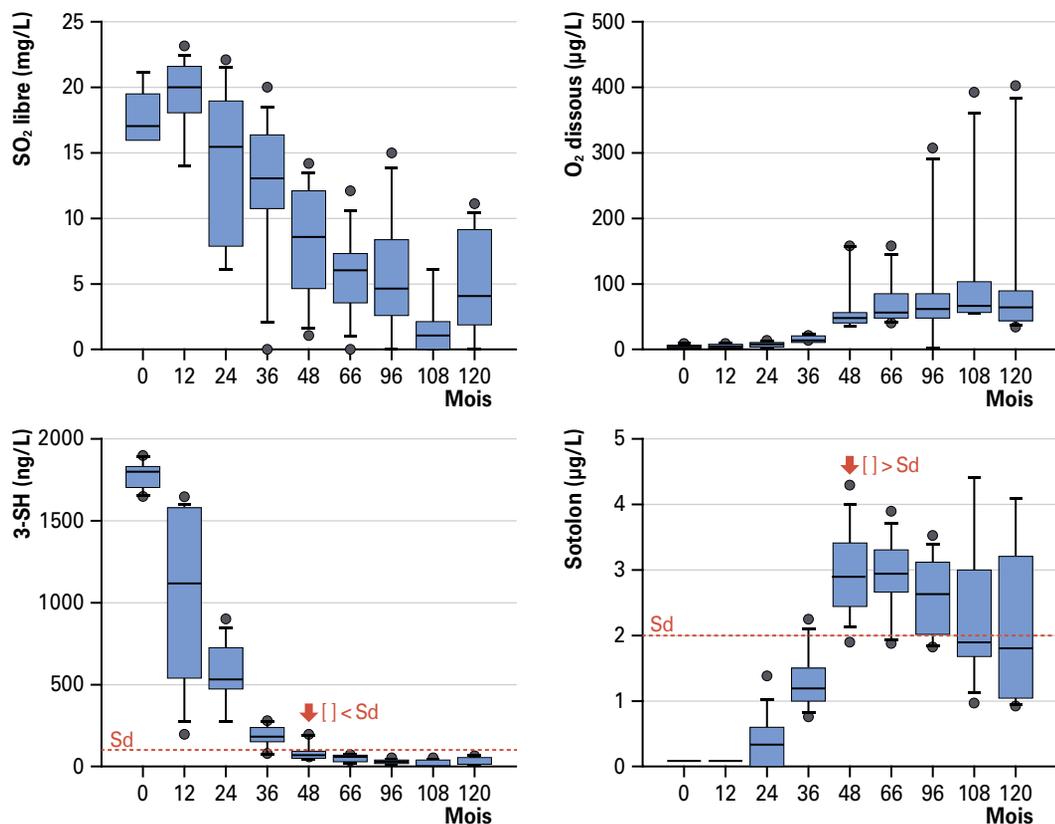
Au terme de ce projet, après 10 ans de conservation, nous avons complété la caractérisation analytique de l'arôme des vins par le dosage de deux composés contribuant à la qualité ainsi qu'au défaut des vins conservés en bouteille. Il s'agit du furfurylthiol rappelant des notes de torréfaction et du méthional à odeur de pomme de terre bouillie.

Les vins ont été dégustés à intervalles réguliers dans des verres noirs. L'intensité du niveau d'oxydation des échantillons et l'évaluation de leur préférence ont été réalisées par un jury de dégustateurs interne à l'Institut des sciences de la vigne et du vin (ISVV).

■ **Figure 2 :** Illustration de l'incidence de l'impact de l'OTR des obturbateurs sur l'intensité de la teinte jaune-orangé d'un vin de Sauvignon (Gd-M) après 10 ans de conservation (classement des échantillons selon les valeurs d'OTR du **tableau 1**).



■ **Figure 3 :** Représentation sous forme de box plot de l'évolution des teneurs en SO₂ libre, oxygène dissous, 3-sulfanylhexan-1-ol et sotolon au cours de la conservation du vin Gd-M bouché avec les six obturbateurs (n = 3).



Évolution des marqueurs d'oxydation des vins blancs au cours de la conservation

Nous avons suivi l'évolution de plusieurs marqueurs associés à la qualité intrinsèque des vins blancs secs. La représentation sous forme d'une analyse en composante principale des résultats obtenus pour les trois crus et l'ensemble des obturbateurs révèle que les marqueurs d'oxydation des vins sont bien corrélés les uns avec les autres (**figure 1**). L'axe 1 représente le niveau d'oxydation et rend l'interprétation des résultats plutôt aisée. Les faibles intensités d'oxydation correspondent à des fortes teneurs en SO₂ libre, GSH et 3-SH alors que les niveaux élevés sont associés à des teneurs en sotolon et en oxygène dissous importantes. Elles s'accompagnent également d'une perception du caractère oxydé des vins blancs plus marquée ainsi qu'une teinte jaune-orangé plus intense (**figure 2**).

Nous présentons à titre d'exemple les résultats analytiques obtenus pour le cru Gd-M bouché par les six obturateurs (**figure 3**). Nous montrons que le SO₂ libre diminue au cours de la conservation. Il est remarquable d'observer que la diminution de sa teneur s'accompagne d'une grande dispersion des données. Il est très probable que son évolution soit variable selon le type d'obturateur. Des résultats similaires sont obtenus pour l'évolution de la teneur en oxygène dissous. Une fois l'oxygène apporté par la mise en bouteille consommé, les teneurs en oxygène dissous mesurées après 3 semaines de conservation sont inférieures à 10 µg/L. Après 10 ans de conservation, les teneurs en oxygène dissous sont comprises entre 30 µg/L et 400 µg/L. Ainsi, il est possible que de tels écarts de valeurs puissent conduire à une évolution oxydative de certains de ces vins.

L'examen de la cinétique d'évolution des marqueurs olfactifs révèle que la diminution rapide des teneurs en 3-SH durant les premières années de conservation en bouteille s'accompagne d'une augmentation de la teneur en sotolon. La dispersion de leurs valeurs au cours de la conservation peut être interprétée comme la mise en évidence de l'impact de l'obturateur. Nous avons pu remarquer que certains obturateurs permettent de préserver les teneurs en 3-SH des vins durant les premières années de conservation des vins (**figure 3**). En revanche, après 48 mois, elles deviennent proches du seuil de détection olfactif (Sd 60 ng/L) et rendent leur contribution à l'arôme du vin plus limitée. On assiste dans le même temps à une augmentation de la concentration moyenne en sotolon. Après 48 mois de conservation, elles dépassent leur seuil de détection olfactif (Sd 2 µg/L), confirmant leur implication dans l'arôme de certains vins bouchés avec un obturateur trop perméable à l'oxygène. Ces teneurs

restent assez élevées tout en présentant une grande variabilité: après 10 ans de conservation elles sont comprises entre 0,9 µg/L et plus de 4 µg/L selon l'OTR des obturateurs.

Incidence de la perméabilité de l'obturateur sur l'évolution de la teneur en SO₂ libre au cours du vieillissement

À titre d'exemple, les teneurs en SO₂ libre retrouvées dans les vins du cru Gd-M sont présentées à la **figure 4**. D'une façon générale, les teneurs retrouvées dans les vins après 4 ans et 10 ans sont d'autant plus faibles que l'OTR de l'obturateur est élevé. Par ailleurs, la modalité liège naturel présente une dispersion importante des teneurs, ce qui reflète le caractère aléatoire de la perméabilité à l'oxygène du bouchon. Après 10 ans de conservation, la modalité la plus perméable ne contient plus de SO₂ libre. À l'inverse, le bouchon le plus imperméable présente une teneur de 11 mg/L, soit une diminution de seulement 50 % de la teneur initiale. À ce niveau de concentration, le vin demeure encore protégé par l'action antioxydante du SO₂ libre.

Incidence de l'OTR de l'obturateur sur les teneurs en méthional et furfurylthiol après 10 ans de conservation

Afin d'approfondir notre connaissance de la composition fine de ces vins, nous avons également réalisé des dosages du méthional et du furfurylthiol (FFT) sur l'ensemble des vins après 10 ans de conservation. À titre d'exemple, nous présentons les résultats obtenus pour le vin de garde moyenne Gd-M.

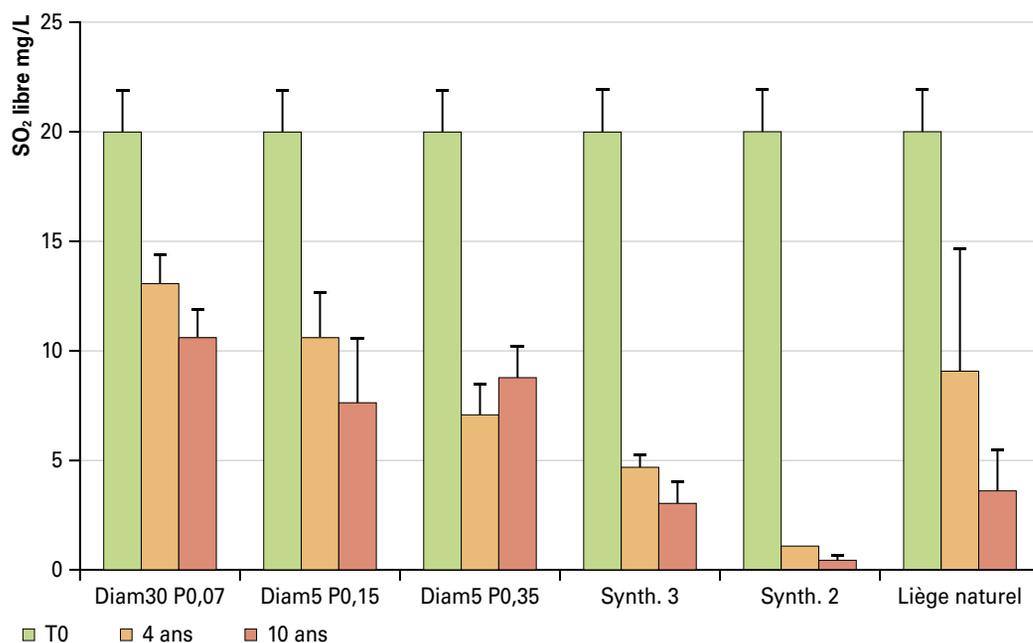
Le méthional, composé dont l'odeur évoque la pomme de terre bouillie, est également un bon marqueur de l'évolution oxydative des vins blancs. Son seuil de détection olfactif est de 2 µg/L. Juste après la mise en bouteille, ce composé a été dosé dans les vins: les teneurs retrouvées étaient toutes inférieures à 0,5 µg/L. Après 10 ans de conservation, nous montrons que le dosage de ce composé rend compte du niveau d'oxydation des vins selon l'OTR de l'obturateur (**figure 5**). Plus l'OTR est élevé plus la concentration en méthional est importante; près de 20 µg/L pour l'obturateur synth. 2 alors que pour l'obturateur le moins perméable ses teneurs demeurent toujours inférieures à son seuil de détection (Sd 0,5 µg/L), même après 10 ans de conservation.

Le furfurylthiol est un composé soufré extrêmement odorant (Sd 0,4 ng/L) qui contribue aux notes de torréfaction retrouvées dans les vins élevés en fût de chêne et également dans les vins blancs développant un bouquet de réduction lors de la conservation en bouteille. Après 10 ans de conservation, nous montrons que les teneurs les plus importantes sont retrouvées pour le vin bouché avec l'obturateur en liège le plus étanche (**figure 6**). À ce niveau de concentration, ce composé contribue très certainement aux notes de café torréfié dans les vins. En effet, la modalité Diam30 P0,07 en contient plus de 50 ng/L; les teneurs sont d'autant plus faibles que l'OTR du bouchon est important. L'analyse de l'ensemble de ces données nous a permis de mieux interpréter le niveau d'appréciation des vins par notre jury d'experts.

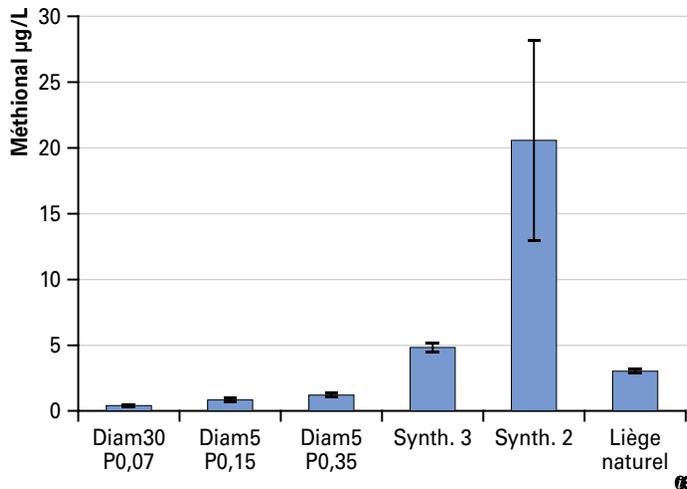
Incidence de l'OTR de l'obturateur sur l'intensité du caractère oxydé et la préférence des dégustateurs

Précédemment, nous avons montré que l'évaluation du caractère oxydatif des vins tout au long de l'expérimentation est très bien corrélée aux teneurs en sotolon et oxygène dissous. Plus l'obturateur est

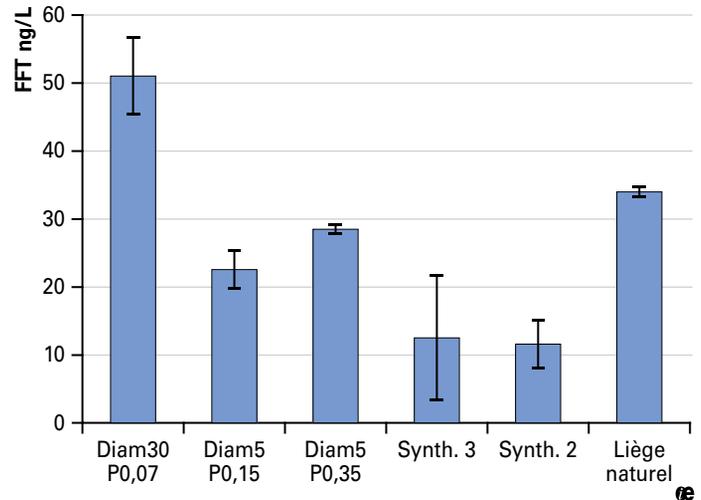
■ **Figure 4: Exemple des teneurs en SO₂ libre retrouvées dans le vin Gd-M après 4 ans et 10 ans de conservation en bouteille selon le type d'obturateur (n = 3).**



■ **Figure 5:** Teneurs en méthional retrouvées dans les vins blancs du cru Gd-M après dix ans de conservation (n = 3).



■ **Figure 6:** Teneurs en furfurylthiol (FFT) retrouvées dans les vins blancs du cru Gd-M après dix ans de conservation (n = 3).



perméable à l'oxygène, plus ils seront retrouvés en quantités importantes dans les vins et plus ils interviendront dans les mécanismes oxydatifs influençant l'évolution de l'arôme et de la couleur des vins. Au cours de ce projet, nous avons également recueilli la préférence des dégustateurs lors de la dégustation des vins (test de classement). À titre d'exemple, nous présentons les résultats obtenus pour le cru Gd-M après 4 ans et 10 ans de conservation (**tableau 2**).

Nous montrons que l'obturateur le moins perméable pour ce vin de sauvignon élevé en barriques est plébiscité quelle que soit la durée de conservation. De même, le vin bouché par l'obturateur synthétique le plus perméable à l'oxygène est le moins apprécié par notre panel, et ce dès 4 ans de conservation. À 10 ans, des résultats similaires ont été obtenus pour les deux autres crus de faible et longue garde.

Conclusion

Ce projet initié en 2008 se proposait d'apporter un éclairage complémentaire aux connaissances relatives à l'impact de la perméabilité de l'obturateur sur la qualité des vins blancs au cours du vieillissement en bouteille. Pour cela, nous avons mis en œuvre une approche à la fois sensorielle et analytique, basée sur les connaissances historiques de l'institut en matière de caractérisation fine de la fraction odorante des vins. Ainsi, ces travaux intègrent non seulement l'impact de l'obturateur sur des marqueurs classiques des vins blancs (DO 420, SO₂ libre) mais plus encore des marqueurs de l'arôme variétal du sauvignon (3-SH), des marqueurs de l'évolution oxydative de ces vins (sotolon, méthional) ainsi que ceux associés à leur évolution recherchée vers le bouquet de réduction (FFT).

Au final, nous montrons l'importance de la connaissance et de la maîtrise de l'apport en oxygène tout au long de la conservation du vin en bouteille.

Pour des vins ayant subi un élevage sur lies méticuleusement conduit ainsi qu'une préparation à la mise en bouteille soignée, nous montrons que le choix d'un obturateur peu perméable à l'oxygène s'impose. Il permet de préserver l'arôme fruité (thiols volatils) des vins tout en limitant la formation de composés associés aux notes d'oxydation (sotolon, méthional). Nous montrons que le bouchon en liège le plus étanche de cette étude (Diam30 P0,07) permet de retarder la manifestation des effets du vieillissement oxydatif du vin blanc tout en maintenant la faveur des dégustateurs. ■

NDLR: La première partie de cet article a été publiée dans le n° 170 (janvier 2019) et la troisième le sera dans le n°172 (juillet 2019) de la Revue des Œnologues.

■ Bibliographie

- V. Chevalier, A. Pons, C. Loisel** (2019). *Revue des œnologues*, n° 170, janvier 2019, pages 40-43.
- P. Godden, F. Leigh, J. Field, M. Gishen, A. Coulter et al.** (2001). *Wine bottle closures: physical characteristics and effect on composition and sensory properties of a Semillon wine. 1. Performance up to 20 months post-bottling.* *Aust. J. Grape Wine Res* 7: 64-105.
- V. Lavigne, A. Pons, P. Darriet, D. Dubourdieu** (2008). *Changes in the sotolon content of dry white wines during barrel and bottle aging.* *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 56: 2688-2693.
- P. Lopes, C. Saucier, P.-L. Teissedre, Y. Glories** (2007). *Main Routes of Oxygen Ingress through Different Closures into Wine Bottles.* *J. Agric. Food Chem* 55: 5167-5170.
- V. Oliveira, P. Lopes, M. Cabral, H. Pereira** (2013). *Kinetics of oxygen ingress into wine bottles closed with natural cork stoppers of different qualities.* *American Journal of Enology and Viticulture* 64: 395-399.
- A. Pons, V. Lavigne, Y. Landais, P. Darriet, D. Dubourdieu** (2010). *Identification of a sotolon pathway in dry white wines.* *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 58: 7273-7279.

■ **Tableau 2:** Résultats du test de classement selon la préférence pour un jury d'experts pour les vins conservés 4 et 10 ans (somme des rangs).

Durée	Diam30 0,07	Diam5 P0,35	Diam5 P0,15	Synth. 3	Liège naturel	Synth. 2	F	1 %	Résultats
4 ans	37 a	46 ab	48 b	48 b	51 b	91 c	24,7	16,81	Significatif
10 ans	20 a	29 b	30 b	50 c	58 c	71 d	24,57	16,81	Significatif



Article publié avec l'aimable autorisation de la Revue des Œnologues

N° 171 Avril 2019 - pages 50 à 53

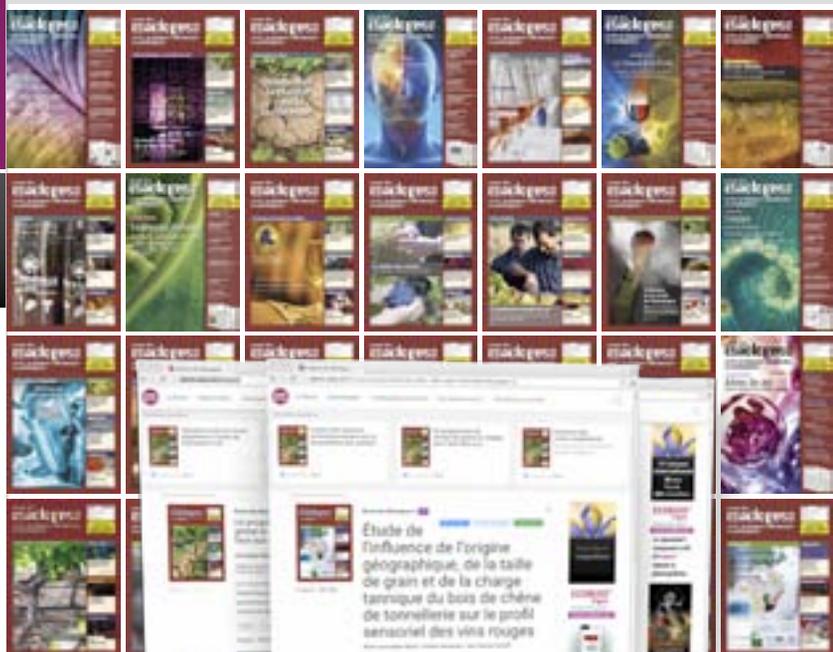
"Incidence de la perméabilité à l'oxygène de l'obturateur sur l'évolution des vins sur une période de 10 ans – Partie 2/3 : Le cas du sauvignon blanc" Alexandre Pons, Valérie Lavigne, Cécile Thibon, Pascaline Redon, Christophe Loisel, Véronique Chevalier, Philippe Darriet, Denis Dubourdieu.

La référence internationale de l'actualité scientifique et technique vitivinicole, depuis plus de 40 ans en France et dans 60 pays.

■ Plus de 2 500 articles archivés par mots clés search.oeno.tm.fr ■ Pour tout contact : infos@mail.oeno.tm.fr ■



Le trimestriel de
tous les acteurs
de la filière
vitivinicole



L'actualité scientifique & technique

- Depuis plus de 40 ans, dans 60 pays
- Revue internationale en langue française
- Viticulture | Œnologie | Conditionnement

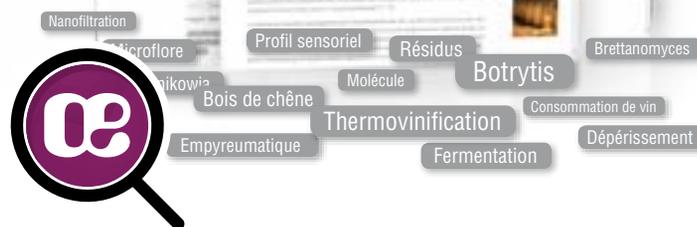
Le trimestriel des acteurs de la filière

« Les lecteurs de la Revue des Œnologues sont à la recherche d'informations fiables et de conseils techniques précis pour réaliser des investissements concrets et mettre en place des solutions opérationnelles en viticulture et œnologie.

Aujourd'hui, plus que jamais, il est indispensable d'être bien informé et ce, par des professionnels conscients des réalités et des enjeux techniques de la filière ».

Henri-Laurent Arnould

Ingénieur agronome œnologue
Directeur de la Revue des Œnologues



À la source de l'information

- Accès libre à un large corpus d'informations scientifiques & techniques
- Informations évaluées et sélectionnées, depuis plus de 40 ans, par la Revue des Œnologues

Plus vite à l'essentiel...

- Accès rapide par mots-clés
- Résumés, bibliographies, listes d'articles
- Plus de 2 500 articles et 5 000 contributeurs

