

CARACTERISTIQUES DE LA COMPOSITION PHENOLIQUE DU BOIS DE CHENE PORTUGAIS ET DE QUELQUES EAUX-DE-VIE DE VIN

A. P. BELCHIOR * et J.-L. PUECH **

avec la collaboration technique de

*ESTRELA C. P. DE CARVALHO * et H. MONDIES ***

* I. N. I. A. E. R., Estação Vitivinícola Nacional. Dois Portos. 2575 RUNA (Portugal)

** I. N. R. A., C. R. A. de Toulouse, Laboratoire de Biotechnologie des Fruits,
Légumes et Dérivés, Chemin de Borde Rouge, 31320 AUZEVILLE (France)

RÉSUMÉ

Ce travail a permis d'établir la composition de différents bois de chêne portugais en lignine et tanins, et par suite de les comparer aux bois français et de diverses origines (américain, bulgare et russe).

L'étude porte d'une part sur des eaux-de-vie élaborées expérimentalement et d'autre part sur des eaux-de-vie commerciales. Nous avons pu étudier l'influence et la qualité du fût sur les eaux-de-vie distillées à l'Institut de Recherches de Dois Portos et les comparer aux eaux-de-vie d'Armagnac. Les eaux-de-vie du commerce présentent une faible teneur en substances phénoliques indiquant qu'elles séjournent durant une très courte période en fût de chêne.

INTRODUCTION

Les méthodes d'analyses mises au point par Puech (1978, 1982), permettent une meilleure connaissance du pool phénolique du bois de chêne et des eaux-de-vie de vin vieilles en fût de chêne. La classification détaillée de ces composés phénoliques conduit à une interprétation des phénomènes se déroulant au cours du vieillissement des eaux-de-vie; toutefois le dosage des tanins par le réactif de Folin conduit à des résultats difficilement interprétables (Belchior, 1982).

Ce travail permet de mieux apprécier la teneur des différentes substances du bois de chêne portugais et celles extraites

par des eaux-de-vie de vin. Il montre l'intérêt analytique dans le but de caractériser les eaux-de-vie, et en particulier, les eaux-de-vie «préparées» du commerce.

METHODES

Acidité totale: titration par le rouge phénol.

Aldéhydes aromatiques: technique décrite par Puech et Jouret (1982).

Aldéhydes totaux: méthode colorimétrique par le réactif de Schiff (Anonyme, 1973).

Esters totaux: méthode décrite par Amerine *et al.* (1967).

Extrait sec: évaporation pendant 3 heures au bain-marie bouillant d'une prise d'essai d'eau-de-vie.

Furfural: méthode de Lure et Panova appliquée par Jancovic (1976).

Groupements méthoxyles et lignine: méthode décrite par Puech (1978).

Tanins: méthode de Blouin *et al.* (1972).

MATERIEL

BOIS: trois échantillons de bois de chêne provenant de la région Nord-Est du Portugal ont fait l'objet de cette étude.

EAUX-DE-VIE: les eaux-de-vie expérimentales sont élaborées et vieillies à l'Estação Vitivinicola Nacional de Dois Portos.

Parmi les eaux-de-vie de commerce, trois sont «préparées» (A, B et C) et une est vieillie traditionnellement (D). Les «préparées» sont des eaux-de-vie de vin ayant reçu des additifs afin de leur conférer les caractéristiques du vieillissement.

RESULTATS ET DISCUSSION

Bois

Le Tableau I présente les teneurs en tanins, méthoxyles et lignine pour les trois échantillons de bois de chêne portugais. En comparant ces résultats à ceux obtenus par Puech (sous presse), nous pouvons indiquer que la composition du bois de chêne portugais est proche de celle des bois français.

TABLEAU I

Teneurs en lignine et tanins de différents bois de chêne portugais

Teores em lenhina e taninos da madeira de carvalho

Echantillons	Extrait sec mg/g	o/o Extrait sec	OCH ₃ mg/g de bois	Lignine mg/g de bois	Tanins mg/g de bois
1	915,0	91,5	59,6	320	101,1
2	907,5	90,8	58,3	313	132,2
3	898,0	89,8	58,0	312	111,3

Le Tableau II donne les quantités en extrait sec, groupements méthoxyles et tanins des bois de chêne extraits par une même eau-de-vie. Les valeurs trouvées sont voisines de celles trouvées par Puech (sous presse) pour des bois français et des bois de différentes origines (américain, bulgare et russe). Nous pouvons dire que le pourcentage des composés méthoxylés extraits par les bois portugais se situe au-dessus de la moyenne générale des bois, par contre le pourcentage des tanins extraits est un peu plus faible.

TABLEAU II

Teneurs en méthoxyles et tanins extraits du bois par une eaux-de-vie

Teores em metoxilos e taninos extraidos da madeira por aguardente

Echantillons	Extrait sec mg/g de bois	OCH ₃ mg/g de bois	o/o OCH ₃ Extrait	Tanins mg/g de bois	o/o Tanins extraits
1	101,6	3,0	5,0	54,5	53,9
2	130,8	3,4	5,8	70,5	53,3
3	88,3	2,4	4,1	53,5	48,0

Eaux-de-vie experimentales

Les résultats analytiques des eaux-de-vie expérimentales (Tableau III) présentent les caractéristiques des eaux-de-vie, c'est-à-dire une diminution du pH et parallèlement un enrichissement en aldéhydes au cours du vieillissement.

TABLEAU III

Caractéristiques analytiques des eaux-de-vie expérimentales
Características analíticas das aguardentes de ensaio

Eaux-de-vie		Alcool o/o V/V 20/20	pH	Acidité totale g/l	Aldéhydes totaux mg/l A. P.	Furfural mg/l A. P.	Esters totaux mg/l A. P.
Bois utilisé	Age (années)						
Limousin	1	68,1	4,41	0,31	110	11,64	683
»	1	68,3	4,42	0,36	Vest.	19,40	819
»	2	68,7	4,31	0,29	130	24,32	1019
Portugais	8	58,3	3,81	1,15	220	22,80	1162
»	8	54,9	3,77	0,82	290	17,00	880
Limousin	9	45,0	3,53	0,91	290	20,91	1299
»	9	62,0	3,81	0,55	210	10,26	942

Les teneurs en composés phénoliques totaux des eaux-de-vie étudiées (Tableau IV) correspondent aux normes habituelles. Toutefois les résultats obtenus pour les eaux-de-vie du Limousin de 1 an d'âge et de 9 ans d'âge divergent; en effet, la première est chargée en tanin, par contre la deuxième est pauvre, ces anomalies sont dues aux caractères du fût (composition initiale du bois de chêne, réutilisation du fût).

TABLEAU IV

Teneurs en composés phénoliques des eaux-de-vie expérimentales
Tiores em compostos fenólicos das aguardentes de ensaio

Eaux-de-vie		Extrait sec	OCH ₃ mg/l	Teneur en ligno-complexe mg/l	Tanin en mg/l
Bois utilisé	Age (années)				
Limousin	1	930,0	29,0	299	240,0
»	1	1 215,0	45,5	469	340,0
»	2	812,5	31,0	319	240,0
Portugais	8	2 322,0	99,5	1 025	820,0
»	8	3 610,0	115,0	1 184	1 360,0
Limousin	9	3 747,0	109,0	1 123	800,0
»	9	988,0	61,3	631	435,0

Les teneurs en aldéhydes aromatiques (Tableau V) sont comparables à celles des eaux-de-vie d'Armagnac (Puech, 1982). On observe une plus grande richesse en aldéhydes du type cinnamique pour les eaux-de-vie jeunes; par la suite, les aldéhydes de la série benzoïque (vanilline, syringaldéhyde) prédominent. Dans tous les cas la teneur en syringaldéhyde est supérieure à celle en vanilline et le rapport $\frac{\text{syringaldéhyde}}{\text{vanilline}}$ varie de 1,9 à 2,5 résultat confirmant ceux obtenus sur des eaux-de-vie d'Armagnac, Cognac et Rhum (Puech, 1982).

L'analyse ne permet pas de différencier des eaux-de-vie vieilles selon le type de bois utilisé (bois de chêne du Limousin ou bois de chêne du Portugal).

TABLEAU V

Teneurs en aldéhydes aromatiques des eaux-de-vie expérimentales
(Résultats exprimés en mg/l)

*Teores em aldeídos cromáticos das aguardentes de ensaio
(Resultados expressos em mg/l)*

Eaux-de-vie		Vanilline	Syringaldéhyde	Coniféral-déhyde (*)	Sinapaldéhyde (*)	Aldéhydes aromatiques totaux
Bois utilisé	Age (années)					
Limousin	1	0,90	2,12	1,89	2,69	7,60
»	1	2,28	5,26	4,27	4,24	16,05
»	2	1,40	3,16	0,61	1,04	6,21
Portugais	8	3,50	7,83	2,49	2,54	16,36
»	8	2,70	5,64	1,60	2,15	12,09
Limousin	9	6,03	13,90	3,60	2,54	26,07
»	9	4,10	7,75	2,67	2,24	16,76

(*) Résultats exprimés en vanilline.

Eaux-de-vie du commerce

Pour ces eaux-de-vie, les résultats analytiques présentés au Tableau VI ne démontrent pas d'anomalies, toutefois les échantillons C et D ont des teneurs faibles en furfural, de plus les teneurs en aldéhydes totaux sont en général élevées.

TABLEAU VI

Caractéristiques analytiques des eaux-de-vie du commerce
Aguardentes comerciais. Características analíticas

Eaux-de-vie	Alcool o/o V/V 20/20	pH	Acidité totale g/l	Aldéhydes totaux mg/l A. P.	Furfural mg/l A. P.	Esters totaux mg/l A. P.
A	40,5	2,69	0,94	550	23,07	1028
B	40,3	3,74	0,65	530	12,00	1056
C	40,3	3,81	0,50	700	4,80	1056
D	39,9	3,80	0,74	80	5,74	1116

Les teneurs en extrait sec, tanin, groupements méthoxyles correspondant au ligno-complexe, ainsi que les produits de dégradation sont portés au Tableau VII. Les teneurs élevées en extrait sec, comparées à celles obtenues pour les eaux-de-vie expérimentales sont dues à l'ajout de caramel. Les eaux-de-vie A et B présentent des teneurs en ligno-complexe, tanin et aldéhydes aromatiques relativement faibles, ce qui démontre que ces eaux-de-vie sont peu chargées en composés phénoliques du bois de chêne, c'est-à-dire que la durée du vieillissement en fût est brève. L'eau-de-vie C est très peu chargée en ligno-complexe et tanin; de plus cette eau-de-vie présente un déséquilibre en aldéhydes aromatiques et en particulier en vanilline. En effet la teneur en vanilline est supérieure à celle de la syringaldéhyde, le rapport $\frac{\text{syringaldéhyde}}{\text{vanilline}} = 0,08$, or ce rapport varie de 1,9 à 2,5 pour les eaux-de-vie expérimentales. Ce résultat montre qu'il y a eu addition externe de vanilline correspondant à environ 22 fois la teneur initiale en vanilline. L'eau-de-vie D est la plus équilibrée du point de vue analytique, elle a séjourné plus longtemps en fût, ce qui n'est pas le cas des autres eaux-de-vie «préparées».

CONCLUSIONS

Le bois de chêne portugais possède une composition proche des bois français utilisés pour le vieillissement des eaux-de-vie de vin.

Les eaux-de-vie expérimentales de l'E. V. N.-Dois Portos ont une composition phénolique proche des eaux-de-vie d'Ar-

TABLEAU VII

Teneurs en composés phénoliques et en produits de dégradation de la lignine des eaux-de-vie du commerce
(Résultats exprimés en mg/l)

*Aguardentes comerciais. Teores em compostos fenólicos e em produtos da degradação da lenhina
(Resultados expressos em mg/l)*

ux-de-vie	Extrait sec	Tanins	OCH ₃	Lign.- complexe	Vanilline	Syringal- déhyde	Coniféral- déhyde (*)	Sinapaldéhyde (*)	Aldéhydes aromatiques totaux
A	16 352,5	127,5	14,2	146	0,53	0,73	0,98	0,12	2,36
B	15 335,0	120,0	22,8	235	0,65	1,20	0,53	0,14	2,51
C	13 182,5	82,5	8,4	87	6,02	0,50	0,24	—	6,76
D	12 492,5	220,0	44,0	453	2,12	3,11	1,73	—	7,96

(*) Résultats exprimés en vanilline.

magnac. Les résultats obtenus montrent le rôle prédominant du bois de chêne sur la composition phénolique des eaux-de-vie vieilles.

Pour les eaux-de-vie du commerce, on observe une plus grande teneur en extrait sec, mais une pauvreté en ligno-complexe, tanin et aldéhydes aromatiques. L'une d'entr'elles a reçu l'addition de vanilline.

Les résultats analytiques d'une part et les caractères organoleptiques d'autre part font l'objet d'études de plus en plus approfondies afin d'établir des relations étroites entre l'analyse et la qualité des eaux-de-vie.

RESUMO

Características da composição fenólica da madeira de carvalho português e de algumas aguardentes de vinho

Este trabalho permitiu estabelecer a composição em lenhina e taninos de madeiras de carvalhos portuguesas e na sequência compará-las às madeiras francesas e de outras origens (americana, búlgara e russa).

O estudo incide por um lado em aguardentes experimentais e por outro em aguardentes comerciais. Foi possível estudar a qualidade da vasilha e a sua influência nas aguardentes destiladas na EVN-Dois Portos, comparando-as com as aguardentes de Armagnac. As aguardentes comerciais apresentam fraco teor em substâncias fenólicas, indicando que permanecem durante um curto período em vasilha de carvalho.

SUMMARY

Some characteristics of the phenolic composition of the Portuguese oak wood and of some brandies

This Work has allowed us to establish the lignin and tannin composition of the Portuguese oak wood and to compare it to the French and other oak woods (such as the American, Bulgarian and Russian ones).

The experimental and the commercial brandies have been studied and also the influence of the quality of the barrel on the brandies distilled at the «EVN-Dois Portos», comparing them to the Armagnac brandies. The commercial brandies, show a low content on phenolic substances thus denoting a short aging period in oak wood.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Amerine, M. A., H. W. Berg, et W. V. Cruess.
1967 *The Tecnology of Wine Making*. The AVI Publishing Company, Inc. Westport.
- Anonyme
1973 Aldéhydes. *Bureau National du Cognac*. Station Viticole.
- Belchior, A. P., P. Clímaco et J. M. Soares Franco
1979 Emprego da cromatografia em coluna de Gel de «Sephadex LH20» na caracterização de aguardentes vnicas envelhecidas. *Vin. Port. Doc.*, série II, **9** (1): 1-8.
- Belchior, A. P.
1982 Elementos para a caracterização da cromatografia em gel de «Sephadex LH20» de aguardentes velhas. *Ciência Téc. Vitiv.* **1** (1): 37-45.
- Blouin, J., L. Llorca, F. R. Montreau et J. H. Dufour
1972 Étude des conditions optimales pour la détermination des composés phénoliques totaux par le réactif de Folin-Ciocalteu. *Conn. Vig. Vin.*, **6** (4): 405-413.
- Jancovic, B.
1976 Méthode pour la détetrmination du furfural dans les eaux-de-vie de vin, de marc de fruit *F. V. de l'OIIV.*, 562/623.
- Puech, J. L.
1978 Vieillissement des eaux-de-vie en fûts de chêne. *Thèse, Univ. Paul Sabatier, Toulouse, France.*
- Puech, J.-L., C. Jouret et L. Deibner
1978 Substances phénoliques des eaux-de-vie d'Armagnac. III. Sur la présence des ethoxyles dans la lignine d'extraction et les produits de sa dégradation. *Ind. Alim. et Agric.*, **95** (1): 13-22.
- Puech, J.-L. et C. Jouret
1982 Dosage des aldéhydes aromatiques des eaux-de-vie conservées en fûts de chêne: détection d'adultération. *Ann. Fals. Exp. Chim.*, **75** (805): 81-90.
- Puech, J. L.
1983 Characteristics of oak wood and biochemical aspects of Armagnac aging. *Amer. J. of Enol.* (sous presse).

