

Observations sur l'augmentation de l'acidité volatile dans les vins rouges au cours de leur élevage en barriques

Nicolas VIVAS(1), Aline LONVAUD-FUNEL(2) et Yves GLORIES(3)

(1) Chercheur de la Tonnellerie DEMPTOS détaché à l'Institut d'Œnologie

(2) Laboratoire de microbiologie appliquée et de biotechnologie - Unité associée INRA,

(3) Laboratoire de chimie appliquée,

Institut d'Œnologie, Université de Bordeaux II.,

351 cours de la Libération, 33405 Talence cedex (France)

(Reçu après révision le 11 avril 1995)

Résumé : L'augmentation de l'acidité volatile dans les vins rouges, au cours de l'élevage en barriques, pose encore des problèmes et soulève de nombreuses interrogations. Les auteurs précisent les deux principales sources d'acide acétique : la première a pour origine le bois de chêne et peut être augmentée par le brûlage des barriques, la seconde est d'ordre microbiologique essentiellement imputable aux bactéries acétiques. Si les apports du bois restent limités ($< 0,2 \text{ g/l H}_2\text{SO}_4$), les bactéries sont responsables d'augmentations plus sensibles ($> 0,2-0,4 \text{ g/l H}_2\text{SO}_4$). Les bactéries acétiques nécessitent de faibles apports d'oxygène pour se développer et former de l'acide acétique. Cependant on peut minimiser la formation d'acidité volatile microbiologique par un contrôle rigoureux de la température du chai ($12 \text{ à } 16^\circ\text{C}$). Dans le cas de barriques usagées restées vides quelques mois, le dégorgement de deux jours avec de l'eau sulfitée assure l'élimination de l'acide acétique accumulé dans les couches superficielles du bois.

Mots clefs : *Élevage, vins rouges, barriques, acidité volatile, oxygène, bactéries lactiques, bactéries acétiques*

INTRODUCTION

L'élevage en barriques constitue une des étapes majeures de la vie des vins rouges. Outre ses propriétés classiquement admises de dégazage, de clarification spontanée et de stabilisation des composés phénoliques

(PONTALLIER, 1981 ; VIVAS *et al.*, 1991), le travail du vin en barriques permet de profondes modifications des caractères chromatiques, aromatiques et gustatifs (GLORIES, 1988 ; BOIDRON *et al.*, 1988 ; PEYRON *et al.*, 1994). Cet ensemble de modifications des vins contribue à leur aptitude à vieillir en bouteilles.

Au cours de l'élevage en barriques, le vin reçoit de faibles quantités d'oxygène, augmentant le potentiel d'oxydoréduction ; ce phénomène est appelé oxydation ménagée (VIVAS et GLORIES, 1993). Ces conditions oxydatives particulières sont à l'origine de l'évolution de la matière colorante et de la structure des tanins du vin. Le passage d'oxygène dans le vin est permis par la structure poreuse du bois (FEUILLAT *et al.*, 1994) ainsi que par la diffusion d'air entre les douelles et par le trou de bonde. Il est favorisé par la création d'une dépression de 100 à 120 mBar à l'intérieur de la barrique (MOUTOUNET *et al.*, 1994). Cependant, l'élevage en barriques n'est pas sans risque. D'abord la masse poreuse du bois, particulièrement les 3 à 5 premiers millimètres de bois à l'intérieur des barriques, s'imprègne de 4 à 6 l de vin (RIBÉREAU-GAYON *et al.*, 1976), plus ou moins chargés en levures et en bactéries contaminant la paroi des barriques au contact du vin. Ensuite, le passage d'oxygène au travers de la paroi permet au milieu d'être en microaérobie, facilitant à la fois les phénomènes oxydatifs, renforcés par les soutirages et les ouillages répétés (VIVAS et GLORIES, 1993) et le développement de microorganismes aérobies. Le phénomène le plus visible résultant de cet ensemble est l'augmentation de l'acidité volatile. Le dosage de l'acidité volatile des vins est un dosage classique, régulièrement répété au cours de la vinification et de l'élevage des vins (RIBÉREAU-GAYON *et al.*, 1976). L'évolution de l'acidité volatile est un phénomène important, bien que certains auteurs le considèrent comme mineur (CHATONNET *et al.*, 1993). La grande majorité des producteurs qui élèvent leur vin en barriques le placent parmi les sujets prioritaires.

Nous présentons dans cet article les premiers résultats sur les facteurs d'augmentation de l'acidité volatile au cours de l'élevage en barriques des vins rouges. Notre travail est focalisé sur deux origines principales : les apports en acide acétique par le bois de chêne et la production d'acidité volatile par les bactéries acétiques, déjà évoquée par d'autres auteurs (JOYEUX *et al.*, 1984 ; MARSAL, 1992).

MATÉRIEL ET MÉTHODES

1 — CONDITIONS EXPÉRIMENTALES

Au laboratoire, les études sont réalisées en flacons stériles de 100 ml sur un vin de Merlot de l'année ayant achevé sa fermentation malolactique, clarifié par centrifugation (3000 tpm, 10 min) et stérilisé par filtration (0,45 μ m). Le vin est, soit utilisé directement, soit après défécation au noir animal (8 g/l de noir animal, filtration sur filtre sans cendre et filtration stérile 0,45 μ m).

Les essais en barriques sont réalisés sur des lots homogènes constitués chacun de 5 répétitions. Les études de corrélation sont complétées par des prélèvements réalisés au hasard dans différents chais. Chaque expérimentation a été renouvelée sur trois années.

II — ANALYSES MICROBIOLOGIQUES

1) Dénombrement des bactéries acétiques

Les bactéries acétiques sont dénombrées sur gélose nutritive. Le milieu nutritif se compose de moût de raisin dilué au demi, supplémenté de 5 g/l d'extrait de levure et ramené à pH 4,5. Le moût nutritif est additionné à volume égal de gélose DIFCO à 50 g/l. Les levures sont éliminées par addition de pimarcine (0,2 ml d'une solution à 5 mg/ml par boîte de 10 ml), et les bactéries lactiques par addition de pénicilline (0,1 ml d'une solution à 2,5 mg/ml). Les boîtes de Pétri sont incubées 5 à 7 jours à 25°C en condition aérobie. Les milieux nutritifs sont stérilisés par autoclavage 10 min à 120°C.

2) Prélèvement des échantillons dans les barriques

Les différents prélèvements sont réalisés par le trou de bonde dès l'ouverture de la barrique. Des échantillons de 5 ml de vin sont prélevés aseptiquement et recueillis dans un tube à essais stérile. Les valeurs de population données représentent la moyenne du résultat du dénombrement de 6 à 7 cultures sur gélose.

III — MÉTHODES DE DOSAGES

1) Dosages classiques des principaux constituants des vins

Les dosages de l'alcool, du SO₂, de l'acidité volatile et des sucres réducteurs totaux sont réalisés selon les protocoles recommandés par l'O.I.V.

2) Dosage de l'éthanal et de l'acide acétique

On utilise les kits de dosage enzymatique (BOEHRINGER, Mannheim).

3) Mesure du potentiel d'oxydoréduction et dosage de l'oxygène dissous

Le potentiel d'oxydoréduction est mesuré avec une électrode potentiométrique (METTLER, Pessac), adapté au milieu vin (VIVAS *et al.*, 1992). Le dosage de l'oxygène dissous est réalisé par électrode de CLARK (WTW, Oxy 96) dans les conditions décrites par VIVAS *et al.* (1993).

IV — MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE

Des échantillons de bois, prélevés à différentes profondeurs sur des douelles de barriques usagées (5 vins et plus), à l'aide d'un rabot dont la lame est lavée à l'alcool, sont découpés au scalpel sous une flamme, pour éviter les contaminations. Les coupes ainsi réalisées sont fixées sur un porte objet et métallisées sous vide par le mélange or/palladium, avant d'être recouvertes d'une fine couche de carbone.

Les observations sont pratiquées sur un microscope électronique à balayage SEM 515 (PHILIPS) équipé d'un détecteur d'électrons secondaires avec un champ électronique de 15 kV.

RÉSULTATS

I — INFLUENCE DU MODE DE LOGEMENT SUR LA TENEUR EN ACIDITÉ VOLATILE DES VINS ROUGES

Un lot homogène de vins rouges, après achèvement de la fermentation malolactique, est réparti dans différents récipients (cuve inox de 10 hl, cuve inox de 150 hl, cuve inox à chapeau flottant de 8 hl, cuve béton de 50 hl et des lots de 5 barriques neuves, usagées de 5 vins, usagées grattées et rebrûlées) et élevé de façon classique pendant 12 mois. Les résultats sont rassemblés sur la figure 1.

Dans les cuves de petit volume (inox 10 hl, AV : 0,39 g H₂SO₄/l), le niveau d'acidité volatile est plus élevé que dans les cuves de grande capacité (figure 1, inox 150 hl, AV : 0,35 g H₂SO₄/l et béton 50 hl, AV : 0,34 g/l H₂SO₄). Ce fait peut être attribué à la qualité insuffisante du système d'obturation. De même, pour une cuve à chapeau flottant, le taux d'acidité volatile est supérieur à toutes les autres conditions (AV : 0,61 g/l H₂SO₄). Toutefois, ce résultat n'est pas généralisable à ce mode de conservation, il souligne plutôt le danger d'un mauvais contrôle du niveau de gonflage du joint d'étanchéité et d'un suivi irrégulier de la pression de ce joint.

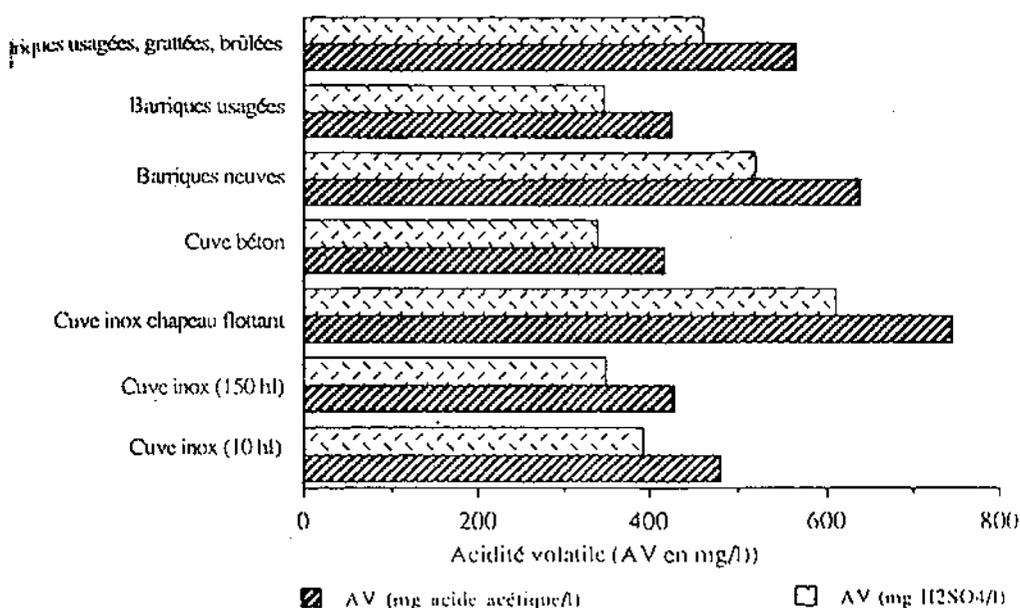


Figure 1 — Incidence de la nature du réceptacle d'élevage sur la teneur en acidité volatile des vins rouges (exemple d'un vin rouge conservé 12 mois)

On a coutume d'observer, lors de l'élevage en barriques neuves, une légère augmentation de l'acidité volatile par rapport au même vin élevé en cuve. L'enrichissement moyen varie de 0,10 à 0,15 g/l H₂SO₄ (120 à 180 mg acide acétique/l). Dans cette expérimentation (figure 1), ces valeurs sont confirmées. Dans les barriques neuves, l'acidité volatile est plus élevée que dans les cuves (excepté la cuve à chapeau flottant). Dans les barriques usagées, elle est au même niveau que pour les cuves (excepté la cuve à chapeau flottant). Cependant, pour les barriques usagées reconditionnées, le brûlage de la coque après grattage, conduit à la formation d'une plus grande quantité d'acide acétique dans la masse du bois.

II — APPORTS D'ACIDE ACÉTIQUE PAR LE BOIS

1) Influence de la chauffe

On sait depuis fort longtemps que la combustion d'échantillons de bois conduit à la formation d'acide acétique. D'ailleurs, au cours de la chauffe des barriques à la tonnellerie, on perçoit facilement son odeur caractéristique. MARSAL (1992) y accorde une grande importance dans l'interprétation de l'origine de l'acidité volatile s'accumulant lors de l'élevage

en barriques neuves. On constate, en accord avec cet auteur, que le bois de chêne renferme naturellement peu d'acide acétique libre (< 3 mg/g, figure 2), légèrement plus pour une chauffe faible (< 5 mg/g) et pour une chauffe moyenne (< 10 mg/g).

En chauffe forte cependant, la perte par volatilisation devient supérieure à sa formation. Mais en outre, le bois renferme une importante fraction d'acide acétique libérable seulement après saponification (figure 2). Il s'agit d'acétate estérifiant les polysaccharides de type xylanes, présents très généralement dans les bois de cœur des feuillus (JOSELEAU, 1980). Cette observation suggère la participation de l'acide acétique estérifié à l'acidité volatile des vins élevés en barriques neuves.

Dans les conditions de la pratique, la chauffe moyenne apporte au vin 0,1 à 0,15 g/l d'acide acétique. Par contre, les chauffes faible et forte limitent les augmentations d'acidité volatile à moins de 0,1 g/l (tableau 1).

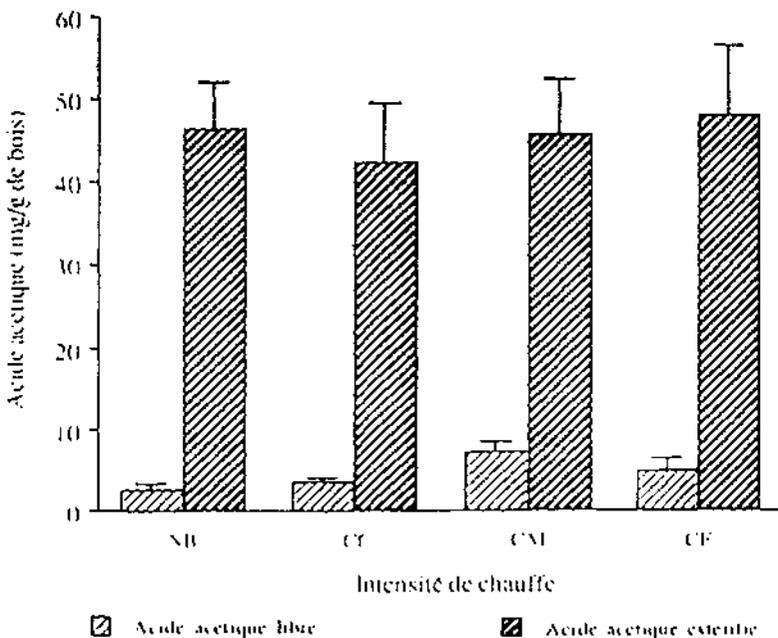


Figure 2 — Influence de l'intensité de chauffe des douelles sur la teneur en acide acétique du bois (douelles chauffées à la tonnellerie)

Intensité de la chauffe : NB : non brûlé - CF : chauffe faible

CM : chauffe moyenne - CF : chauffe forte



Tableau 1 — Incidence de l'intensité de chauffe des fûts sur la teneur en acidité volatile des vins après 6 mois de conservation

Régions	Nombre de fûts	Intensité du brûlage	Acidité volatile (g H ₂ SO ₄ /l)		Δ Acidité volatile
			t = 0	t = 6 mois	
Médoc	10	Faible	0,36	0,44	0,08
	10	Moyen	0,36	0,48	0,12
	10	Fort	0,36	0,45	0,09
St Emilion	20	Moyen	0,42	0,53	0,11
Pomerol	10	Moyen	0,32	0,38	0,08

2) Influence de l'origine des bois

De nombreux dosages d'acide acétique de chênes de diverses origines françaises (Vosges, Limousin, Nevers, Allier, Bourgogne) et des États-Unis (Oregon, Missouri, Ohio) ne montrent pas de différences significatives. L'origine du bois et l'espèce de chêne ne paraissent pas être en relation avec le taux d'acide acétique. Par ailleurs, l'acidité volatile finale des vins élevés en barriques neuves n'est pas influencée par l'origine des bois (Allier, Tronçais, Vosges, Nevers, Limousin). Il n'existe donc pas d'aptitude variable, selon les bois, à céder de l'acide acétique aux vins, que ce soit l'acide acétique libre ou estérifié.

3) Influence de l'âge des barriques

L'âge des barriques a une grande importance sur l'augmentation de l'acidité volatile des vins. On sait depuis fort longtemps que les barriques neuves donnent des vins dont l'acidité volatile est légèrement supérieure à ceux élevés en barriques usagées saines. Sur la figure 3, on peut vérifier cette observation. Dans le vin conservé en barrique neuve, l'acidité volatile progresse sensiblement plus que dans les barriques de 2 à 5 vins. Cependant, dans les barriques usagées conservées toujours pleines, l'acidité volatile augmente peu, sauf si elles restent vides pendant quelques mois (tableau 2). Cette augmentation a une origine microbiologique, liée à l'accumulation dans la masse du bois, de population de bactéries acétiques observées par microscopie électronique à balayage (planche I).

Tableau 2 — Incidence du mode de préparation des fûts usagés avant entonnage sur la teneur en acidité volatile des vins rouges. (Analyse 6 mois après entonnage ; résultats en g H₂SO₄/l)

Niveau de prélèvement	Fûts de 4 ans		Utilisation directe	
	utilisés en continu	Fûts de 4 ans restés vides 4 mois		
	Dégorgage à l'eau sulfitée 48 h		Dégorgage à l'eau 48 h	
Surface du vin	0,54	0,56	0,6	0,65
Milieu du fût	0,54	0,6	0,6	0,65
Contre les parois	0,54	0,56	0,55	0,65
Au-dessus des lies	0,53	0,54	0,54	0,62
Moyenne	0,54	0,56	0,57	0,64

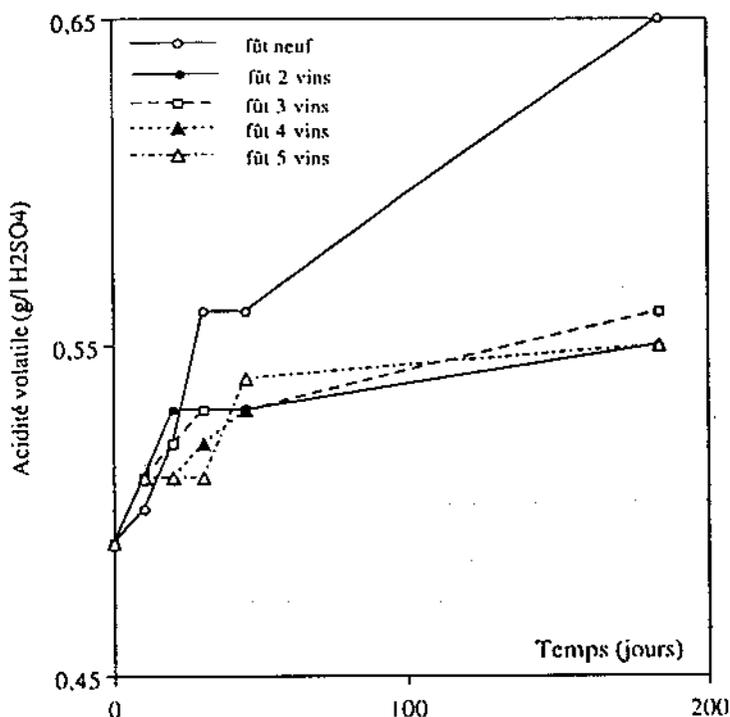


Figure 3 — Incidence de l'âge du fût sur l'augmentation de l'acidité volatile des vins rouges (analyse jusqu'à 6 mois d'élevage)

Au cours de l'utilisation répétée des barriques, la fraction d'acide estérifiée diminue (figure 4). C'est surtout au cours de la première année d'utilisation que l'acide acétique estérifié diminue le plus dans la masse du bois (figure 4) : - 20 % la première année, - 5 % la deuxième, - 6 % la cinquième. Au total, après 5 vins, le bois perd environ 30 % de sa fraction d'acide acétique estérifiée.

III — CONTRIBUTION DES BACTÉRIES ACÉTIQUES À LA PRODUCTION D'ACIDITÉ VOLATILE. INCIDENCE DU POTENTIEL D'OXYDORÉDUCTION

1) Études en milieux contrôlés de la croissance des bactéries acétiques et de la production d'acide acétique

Dans une série d'essais réalisés au laboratoire, les observations avaient pour but d'étudier le comportement des bactéries acétiques au cours du



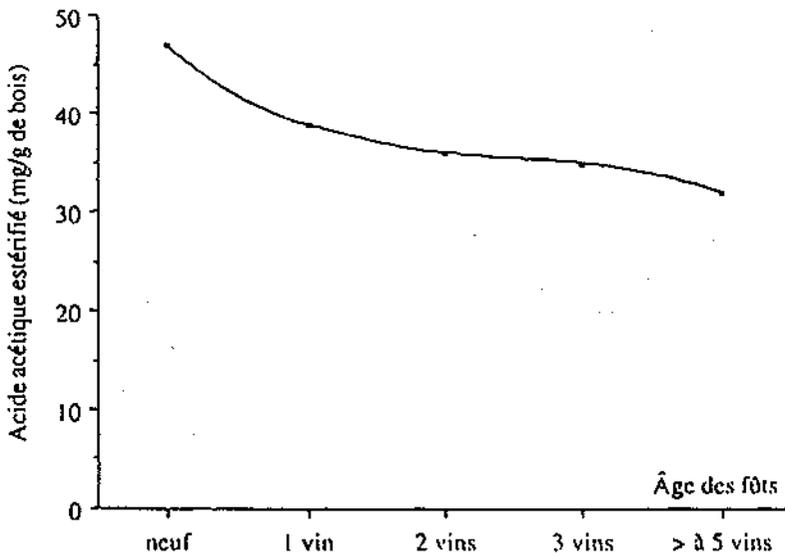


Figure 4 — Incidence de l'âge de la barrique sur la teneur en acide acétique estérifié

temps. Dans différentes conditions, un vin rouge défectueux et son témoin sont saturés d'oxygène (7 mg/l) et inoculés par une population de bactéries acétiques de l'ordre de 10^5 cellules/ml ; puis après 9 jours, un second apport d'oxygène, en faible quantité (1.5 à 2 mg/l), est pratiqué. Au cours de la durée des expériences, on dose l'oxygène, l'éthanal, l'acide acétique et on dénombre les populations de bactéries acétiques viables. Les différents résultats sont regroupés sur la figure 5.

La concentration en oxygène dissous diminue rapidement dans les deux milieux (vin défectueux et témoin). La population bactérienne, très élevée au début de l'expérience, varie peu dans les deux milieux pendant les premiers jours. Elle atteint, dans les deux cas, son minimum en même temps que l'oxygène. Lors de la faible dissolution de l'oxygène renouvelée au 9^{ème} jour, une forte croissance se déclenche dans les deux milieux. Entre le début et la fin des observations, la concentration en acide acétique a augmenté d'environ 300 mg/l et 150 mg/l, respectivement dans le vin défectueux et le vin témoin. Par ailleurs, l'éthanal (étape intermédiaire de l'oxydation de l'éthanol) est oxydé dans le vin défectueux. En somme, ces résultats suggèrent que l'oxydation biologique de l'éthanol en éthanal puis en acide acétique est, pour une population bactérienne donnée, plus active dans un vin défectueux. On peut supposer que, dans un tel milieu, l'oxygène dissous est davantage disponible pour

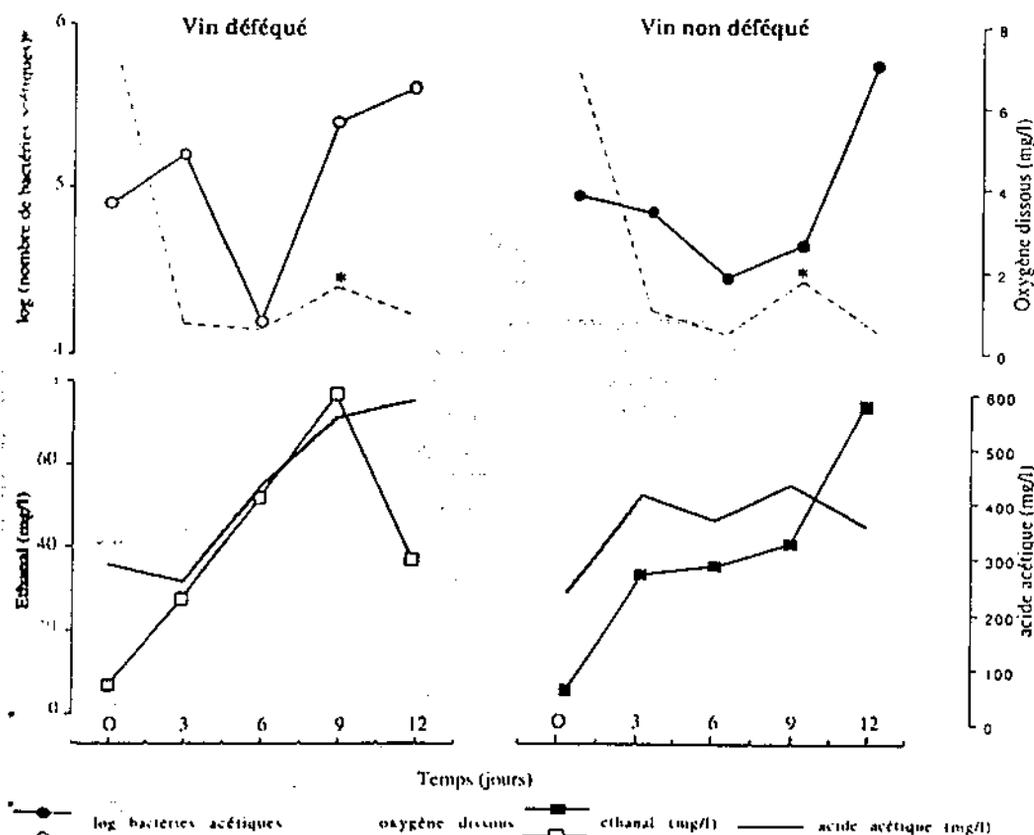


Figure 5 — Etude au laboratoire sur vin défectueux ou non de l'influence de l'oxygène consommé sur l'évolution des populations de bactéries acétiques et sur la formation d'acide acétique et d'éthanol

(apport initial d'oxygène : 7 mg/l ; population de bactéries initiales : 10^5 cellules/ml ; * indique un deuxième apport d'oxygène)

les bactéries puisque les substances oxydables (tanins, anthocyanes, acides phénols) ont été éliminées. Ces observations confirment bien le rôle primordial de l'oxygène dissous dans l'augmentation de l'acidité volatile d'origine microbienne des vins.

Dans le même type d'expérience, les milieux sont inoculés avec des populations initiales de 10^3 , 10^4 , 10^5 cell./ml, puis, on note la durée de la phase stationnaire et la population maximale atteinte pour chaque milieu. Pour des populations de 10^3 cell./ml, la durée de la phase stationnaire est

comprise entre 7 et 9 jours, pour 10^4 cell./ml, elle se limite à 3 jours et, à 10^5 cell./ml, elle est inférieure à 3 jours (tableau 3). Les composés phénoliques ne semblent pas agir de façon appréciable sur la croissance. Dans cet essai, la population maximale atteinte dépend du niveau de population initiale.

Tableau 3 — Incidence de la population initiale de bactéries acétiques dans des vins entiers et déféqués sur la durée de la phase stationnaire et la population maximale

Echantillons	Population initiale*	Phase stationnaire (jours)	Population* maximale
Vin témoin	3	9 (\pm 1)	3,7 (\pm 1,2)
	4	4 (\pm 1)	4,7 (\pm 0,7)
	5	< 3	5,6 (\pm 0,2)
Vin déféqué	3	7 (\pm 2)	4,4 (\pm 0,4)
	4	3	4,7 (\pm 0,6)
	5	< 3	5,6 (\pm 0,2)

*(log bactéries acétiques/ml)

2) Relation entre la teneur en oxygène dissous, le potentiel d'oxydoréduction et les populations viables de bactéries acétiques

Des mesures ponctuelles d'oxygène, de potentiel d'oxydoréduction et des dénombrements de bactéries acétiques ont été effectués sur un grand nombre de barriques ($n = 74$). On constate que le niveau des populations acétiques est très significativement relié au potentiel d'oxydoréduction (figure 6). Les bactéries acétiques exigent bien de l'oxygène pour se développer, et il apparaît que le niveau des populations en phase stationnaire dépend de l'état d'oxydation du vin.

IV — FACTEURS INFLUENÇANT L'AUGMENTATION DE L'ACIDITÉ VOLATILE

1) Influence de la température, de la teneur en SO_2 et des soutirages

Une série d'observations préliminaires (résultats non présentés) nous a démontré que la teneur en acidité volatile dans les barriques est répartie



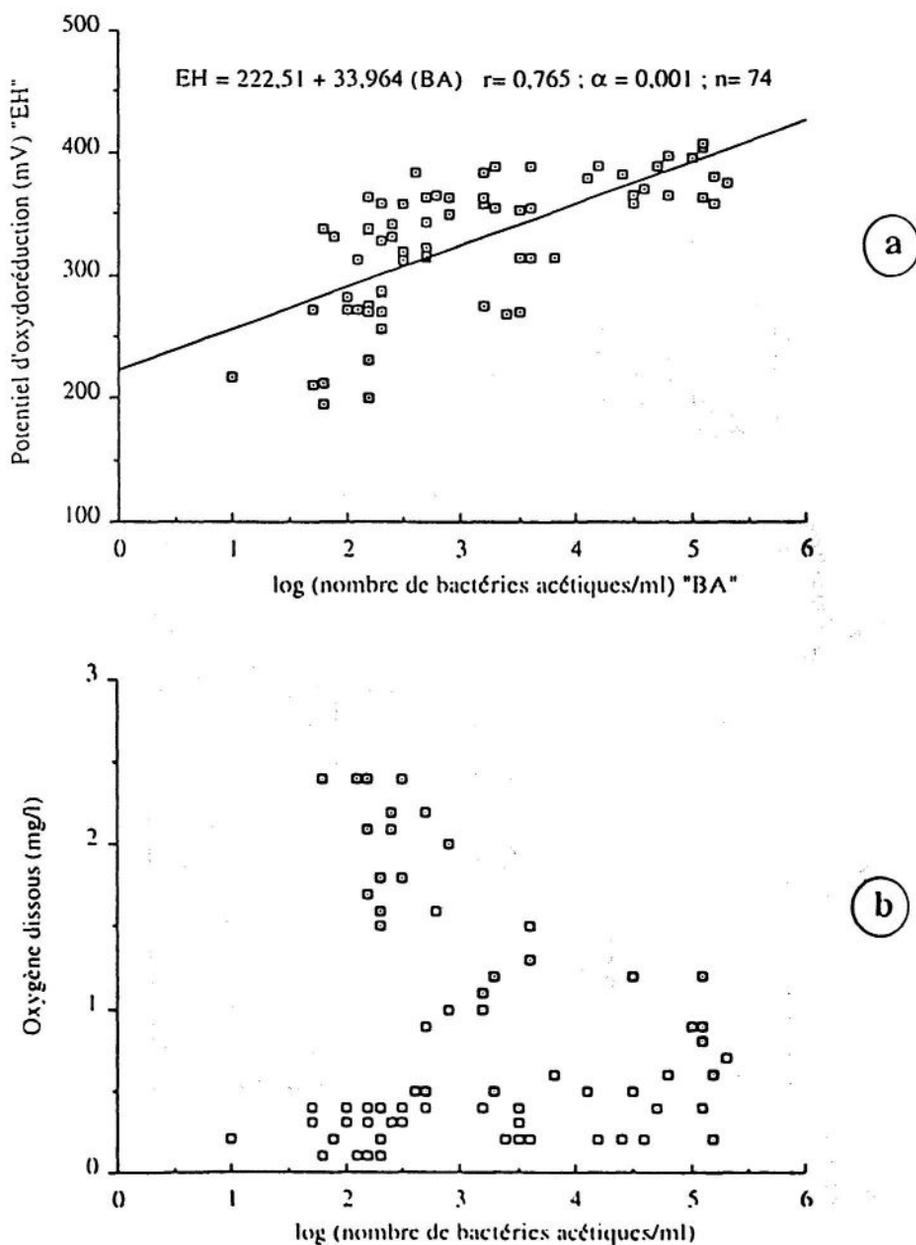


Figure 6 — Relation entre le potentiel d'oxydoréduction (a), l'oxygène dissous (b) et les populations de bactéries acétiques. (mesures réalisées sur 74 vins élevés en barriques neuves et usagées)

Tableau 4 — Incidence de la température du chai et de la teneur en SO_2 libre des vins sur l'augmentation de l'acidité volatile (exemple de 3 chais, vins analysés après 12 mois d'élevage en fûts neufs)

Situation	Température moyenne* du chai (°C)	SO_2 libre (mg/l)	Acidité volatile (mg H_2SO_4 /l)		Augmentation de l'acidité volatile (mg H_2SO_4 /l)
			teneur initiale	teneur après 12 mois	
Chai A	12	26	0.32	0.4	0.08
	16	25	0.34	0.5	0.16
Chai B	13.5	17	0.28	0.39	0.11
	17.6	20	0.31	0.44	0.13
Chai C	14	24	0.43	0.53	0.1
	16	25	0.36	0.46	0.1
	18.5	32	0.41	0.58	0.17

*température moyenne pendant la durée de l'élevage

de façon homogène dans toute la masse du vin. La proximité des lies (source de microorganismes), des parois et de la surface du vin (zones de passage de l'oxygène) ne sont pas des zones préférentielles de formation d'acide acétique et d'accumulation de bactéries acétiques. Les bactéries acétiques sont réparties dans tout le volume de vin et forment de l'acidité volatile en quantité équivalente, quelle que soit leur localisation. Les échantillons ont donc été prélevés au milieu de la barrique.

Sur l'exemple présenté tableau 4, il apparaît que la température est le facteur déterminant de la teneur en acidité volatile en fin d'élevage. L'influence du SO_2 semble secondaire ; en tout cas, l'élevage de vins à plus de 17-18°C provoque une augmentation anormale de l'acidité volatile, cela même si la teneur en SO_2 libre est ajustée à plus de 30-35 mg/l. Dans une expérimentation non présentée, nous avons constaté que des vins contenant 36 et 41 mg/l de SO_2 libre et conservés 3 mois à 23-26°C ont formé respectivement 0,24 à 0,29 d'acidité volatile (en g/l H_2SO_4) ; pour la même période, la valeur de SO_2 libre a peu varié.

Au cours de l'élevage des vins en barriques, les soutirages constituent un apport important d'oxygène. Nous avons remarqué précédemment qu'une aération provoque une croissance des bactéries acétiques et conduit à la formation d'acide acétique (VIVAS et GLORIES, 1994). Pour confirmer ces résultats, nous avons analysé, dans un chai, l'influence du soutirage sur l'évolution de l'oxygène dissous, de l'acide acétique, de l'éthanal, du SO_2 et des bactéries acétiques ; les résultats sont regroupés dans le tableau 5. Les bactéries acétiques nécessitent, après le soutirage, un temps de latence avant d'entrer en croissance. Il est intéressant de souligner que le SO_2 libre n'est pas un obstacle à la croissance des bactéries acétiques ni même à leur survie. 15 jours après le soutirage, l'acidité volatile et l'acide acétique ont augmenté respectivement de 0,03 et 0,04 g/l. L'éthanal subit de faibles variations. Après 60 jours, le nombre de bactéries acétiques se stabilise (10^3 cell./ml), et l'acidité volatile varie faiblement.

2) Influence de l'âge des barriques et des conditions de leur préparation

Pour les barriques neuves, une préparation particulière avant entonnage n'est pas nécessaire, seul le lavage à l'eau froide sulfitée se justifie. L'apport d'acide acétique du bois ne peut pas être limité, ni même celui formé lors du brûlage. L'augmentation de l'acidité volatile imputable à la barrique est faible ($< 0,2$ g/l H_2SO_4). Les apports d'origine microbiologique doivent être réduits par un sulfitage suffisant (20-25 mg/l de SO_2) et une température ambiante suffisamment basse (12-15°C).

sible d'empêcher ce phénomène. On a coutume d'attribuer aux microorganismes l'origine du problème. Récemment, MARSAL (1992) a souligné le rôle de l'acide acétique du bois de chêne, qui vient s'ajouter à celui produit par les bactéries lactiques et acétiques (RIBÉREAU-GAYON *et al.*, 1976). Un récipient poreux comme les barriques permettant une pénétration lente et régulière d'oxygène (VIVAS et GLORIES, 1993) est favorable à une flore aérobie et micro aérobie, ce qui entraîne des risques potentiels d'augmentation de l'acidité volatile des vins.

Le bois renferme naturellement peu d'acide acétique libre (MARCO *et al.*, 1994) ; nous avons retrouvé des valeurs inférieures à 3 mg/g de bois dans nos échantillons ; son origine n'a pas été précisée. On retrouve également de l'acide acétique estérifié libérable après saponification, cette fraction acétate provient des polysaccharides de type xylane fortement acétylé dans les bois de feuillus (JOSELEAU, 1980). Elle est présente en quantité plus élevée (30 à 50 mg/g de bois) que l'acétate libre. L'acide acétique lié peut être libéré par hydrolyse au cours de la conservation des vins en barriques, suivant le même processus que dans les eaux-de-vie (PUECH, 1987), favorisée dans le cas des vins par un milieu plus acide et riche en eau. Le brûlage de la coque interne des barriques provoque une légère augmentation de l'acide acétique libre provenant de la dégradation thermique du bois (PHILIPS et GOSS, 1932) et de l'hydrolyse des groupements acétyles des xylanes (BIERMAN *et al.*, 1987). Mais ces augmentations restent limitées et représentent 0,1 à 0,2 d'acidité volatile en plus dans les vins élevés en barriques neuves.

Dans les vins, une aération provoque l'augmentation des populations bactériennes suivie par la production et la libération d'acide acétique. Mais plus que l'oxygène nécessaire à la croissance des bactéries acétiques, c'est surtout la valeur du potentiel d'oxydoréduction qui détermine le début de la phase de développement. D'ailleurs, l'apport de 1 à 2 mg/l d'oxygène peut être responsable d'une multiplication des populations de bactéries souvent plus importante que lors d'une saturation du vin (7 à 8 mg/l d'oxygène). On propose comme explication le fait qu'une forte aération donne un potentiel d'oxydoréduction maximum au vin avec la participation de tous les couples oxydoréducteurs (tanins, anthocyanes, flavonoïdes, acides phénols...) entraîne la consommation de l'oxygène dissous. L'oxygène disparaît rapidement et les bactéries en disposent de quantités relativement faibles pour leur multiplication. De petites quantités d'oxygène limitent l'élévation du potentiel d'oxydoréduction, les couples oxydoréducteurs du vin sont alors moins sollicités et les bactéries utilisent la plus grande part de l'oxygène pour leur développement. L'anhydride sulfureux, aux doses habituellement employées, ne

suffit pas à protéger le vin contre le développement des bactéries acétiques ; il faut surtout éviter les aérations violentes et conserver le vin à température suffisamment basse. Ces résultats sont confirmés par nos travaux réalisés dans les conditions de la pratique. Nous rajoutons à cela que les périodes printanières et estivales restent à haut risque, particulièrement dans des locaux non isolés ou non climatisés.

Lorsque l'on utilise des barriques usagées, un certain nombre de précautions s'impose. D'une façon générale, les barriques doivent toujours être pleines de vin. Vides, les couches de bois superficielles imprégnées par le vin sont le siège d'un important développement de bactéries. La présence d'humidité résiduelle et d'une atmosphère confinée favorise aussi la croissance de champignons. Dans ce cas extrême, l'intérieur du fût prend des odeurs de moisi, d'acétique, de croupi, les barriques sont irrémédiablement perdues. Un rinçage du fût à l'eau, suivi d'un méchage, d'un égouttage de plusieurs jours et d'une conservation en local assez humide ($Hr = 80-85 \%$) après un nouveau méchage, assure des conditions raisonnables de conservation des fûts pendant quelques mois. Avant de réutiliser les barriques, il faut pratiquer un dégorgeage avec de l'eau sulfitée suivi d'un nouveau méchage avant entonnage d'un vin. Le respect de ces quelques règles permet d'éviter des apports insidieux d'acidité volatile. Le grattage et le brûlage des fûts sont à proscrire, d'une part, parce que le brûlage en dégradant le bois forme de l'acide acétique, d'autre part, parce que de nouvelles couches de bois contenant des xylanes intacts participeront à l'enrichissement du vin en acide acétique, et enfin, parce que l'imprégnation du vin est plus profonde que la simple couche colorée en rouge. Les constituants qui y sont accumulés peuvent participer lors du brûlage à la formation d'acidité volatile.

Les principales causes d'augmentation de l'acidité volatile pendant l'élevage en barriques ont été précisées, notamment les apports respectifs du bois et des bactéries acétiques. Le rôle prépondérant du potentiel d'oxydoréduction sur les populations de bactéries acétiques est clairement démontré. La règle impérieuse lors de l'élevage en barriques reste donc l'hygiène du matériel et le respect de règles œnologiques élémentaires.

• **Remerciements** : Nous remercions les différents châteaux et négociants qui se sont prêtés aux expérimentations, ainsi que F. USE, C. PRUDHOMME et L. URRUTY pour leur collaboration technique.

Références bibliographiques

- BIERMAN C.S., Mc GINNIS G. and SHULTZ T.-P., 1987. Scanning electron microscopy of mixed hardwoods subjected to various pretreatment process. *J. Agric. Food Chem.*, **35**, 713-716.
- BOIDRON J.-N., CHATONNET P. et PONS M., 1988. Incidence du bois sur certaines substances odorantes des vins. *Connaissance Vigne Vin*, **22**, n°3, 275-294.
- CHATONNET P., BOIDRON J.-N. et DUBOURDIEU D., 1993. Influence des conditions d'élevage et de sulfitage des vins rouges en barriques sur leur teneur en acide acétique et en ethyl-phénols. *J. Int. Sci. Vigne Vin*, **27**, n°4, 277-288.
- FEUILLAT F., KELLER R. et HUBER F., 1994. Structure anatomique et porosité du bois de chêne rouvre et pédonculé. Conséquence sur l'utilisation en tonnellerie. *Rev. Œnol.*, **20**, n°71, 26-31.
- GLORIES Y., 1988. Les phénomènes oxydatifs liés à la conservation sous bois. In « *Le bois et la qualité des vins et des eaux-de-vie* », G. Guimberteau, n° hors-série, *Connaissance Vigne Vin*, 81-91.
- JOYEUX A., 1983. Analyse microbiologique des raisins, des moûts et des vins. Applications à l'étude des bactéries acétiques. *Thèse d'Université*, Université de Bordeaux II.
- JOYEUX A., LAFON-LAFOURCADE S. and RIBÉREAU-GAYON P., 1984. Evolution of acetic bacteria during fermentation and storage of wine. *Appl. Environ. Microbiol.*, **48**, 153-156.
- MARCO J., ARTAJONA J., LARRECHI M.-S. and RIUS F.-X., 1994. Relationship between geographical origin and chemical composition of wood for oak barrels. *Am. J. Enol. Vitic.*, **45**, n°2, 192-200.
- MARSAL F., 1992. Interprétation de l'augmentation de l'acidité volatile des vins élevés en barriques. *Rev. Œnol.*, **18**, n°63, 22-23.
- MOUTOUNET M., SAINT-PIERRE B., MICALEFF J.-P. et SARRIS J., 1994. Causes et conséquences de micro déformations des barriques au cours de l'élevage des vins. *Rev. Œnol.*, **20**, n°74, 34-39.
- PEYRON D., BOUKHARTA M. et FEUILLAT M., 1994. Évolution de la composition phénolique des vins rouges en relation avec la qualité des bois de chêne de tonnellerie. *Rev. Fr. Œnol.* (Cahier scientifique), **34**, n°146, 5-10.
- PHILLIPS M. and GOSS J.M., 1932. Chemistry of lignin. VII- Distillation of alkali lignin in reduced atmosphere of carbon dioxide. *Industrial and Engineering chemistry*, **24**, 1436-1441.
- PONTALLIER P., 1981. Recherches sur les conditions d'élevage des vins rouges. Rôle des phénomènes oxydatifs. *Thèse docteur-ingénieur*, Université de Bordeaux II.
- PUECH J.-L., 1987. Apports du bois de chêne au cours du vieillissement des eaux-de-vie. In « *Le bois et la qualité des vins et des eaux-de-vie* », G. Guimberteau, n° hors-série, *Connaissance Vigne Vin*, 81-91.

- RIBÉREAU-GAYON J., PEYNAUD E., RIBÉREAU-GAYON P. et SUDRAUD P., 1976. *Traité d'œnologie*, tome II, Dunod (éd.), Paris.
- RIBÉREAU-GAYON J., PEYNAUD E., RIBÉREAU-GAYON P. et SUDRAUD P., 1976. *Traité d'œnologie*, tome III, Dunod (éd.), Paris.
- VIVAS N., GLORIES Y. et FRANCOIS J., 1991. Mise au point sur l'élevage des vins rouges en fût de chêne. *Rev. Œnol.*, 17, n°62, 17-21
- VIVAS N., ZAMORA F. et GLORIES Y., 1992. Étude des phénomènes d'oxydoréduction dans les vins. Mise au point d'une méthode rapide de mesure du potentiel d'oxydoréduction. *J. Int. Sci. Vigne Vin*, 26, n°4, 271-285.
- VIVAS N., ZAMORA F. et GLORIES Y., 1993. Incidence de certains facteurs sur la consommation de l'oxygène et sur le potentiel d'oxydoréduction dans les vins. *J. Int. Sci. Vigne Vin*, 27, n°1, 23-34.
- VIVAS N. et GLORIES Y., 1993. Les phénomènes d'oxydoréduction liés à l'élevage en barrique des vins rouges : Aspects technologiques. *Rev. Fr. Œnol.*, 33, n°142, 33-38
- VIVAS N. et GLORIES Y., 1994. Étude du soutirage des vins rouges élevés en barriques. Essais de classification des différentes techniques de soutirage. *Progr. Agric. Vitic.*, 111, n°19, 421-424.