

Étude et optimisation des phénomènes impliqués dans le séchage naturel du bois de chêne

N. VIVAS (1), Y. GLORIES (2)

(1) Tonnellerie DEMPTOS détaché à la Faculté d'Œnologie, Université de Bordeaux II, 351 cours de la Libération, 33405 Talence

(2) Faculté d'Œnologie de Bordeaux II, 351 cours de la Libération, 33405 Talence

Stricto sensu, le séchage consiste à déshydrater le bois pour que son taux d'humidité s'équilibre avec l'hygrométrie ambiante. Sans cela le bois travaille et perd ses dimensions initiales. En tonnellerie ceci signifie que la barrique ne restera pas étanche. Le séchage ne doit pas être trop rapide pour limiter les pertes liées à l'apparition de fente de retrait et de rupture des fibres (Vivas, 1993b). Cette opération, purement physique, d'évaporation de l'eau libre contenue dans les fibres du bois peut se faire dans une étuve. Mais cette définition est trop restrictive ; il est en effet insuffisant de déshydrater les bois pour produire des barriques aptes à l'élevage et à l'amélioration des qualités des vins et des eaux-de-vie (Taransaud, 1976 ; Pontallier et al., 1982).

C'est à Joseph et Marche (1972) que l'on doit les premières études qui ont révélé la complexité des phénomènes associés au séchage naturel du chêne. Ces auteurs ont identifié sur le bois et dans ses couches plus profondes une flore diversifiée représentée par des champignons et quelques espèces de bactéries. Beaucoup plus récemment Vivas et al. (1991) ont confirmé l'existence de ces micro-organismes, identifié les principales espèces et souligné leur rôle dans la modification de composition des extraits de bois de chêne (Vivas et Glories, 1993). Le séchage naturel est donc une véritable étape de maturation du bois (Vivas, 1993a). De nouveaux travaux (Chatonnet et al., 1994 ; Larignon et al., 1994) ont analysé la flore fongique totale du bois au cours de son séchage, sans pour autant s'attacher plus spécialement aux champignons caractéristiques, qui se développent réellement et influencent le processus de maturation (Vivas et al., 1996). Dans les conditions de la pratique, l'ensemble des facteurs (eau, vent, soleil, champignons,...) agit simultanément pour amener le bois à un état de maturité compatible avec le souci d'amélioration, de renforcement et de révélation des qualités intrinsèques des vins et des eaux-de-vie élevés en barriques.

Actuellement le séchage demeure une opération non contrôlée, dont la sagesse de l'empirisme et les observations répétées durant plusieurs décennies, ont fixé les règles. Cependant, d'une façon très générale, le séchage est plutôt géré comme une réserve de bois et non comme une étape d'affinage et de maturation de la matière première ; ce qui est tout aussi important que la qualité du bois brut. Nous proposons donc dans ce travail de préciser les conditions optimales de maturation du bois et de formuler un ensemble de règles technologiques, qui laissera le moins de place possible aux hasards, tout en conservant, au mieux, ses aspects traditionnels.

I Les grandes étapes de l'affinage du bois

1.1 - Le séchage du bois

A l'état frais le chêne possède 65 à 75 % d'humidité. Lorsqu'il perd son eau libre, ses dimensions changent, c'est ce que l'on appelle le retrait volumique. Il est obtenu en mesurant la différence entre la dimension du bois à l'état saturé et à l'état sec à l'air (poids constant). Généralement le retrait, estimé en %, représente la somme du retrait tangentiel et du retrait radial. En moyenne il est de 15% ($\pm 3\%$), avec une anisotropie (retrait tangentiel / retrait radial) de 3 ($\pm 0,5$). Le séchage s'impose donc, d'abord, pour stabiliser les dimensions du bois. Généralement, en France, le bois sec a un taux d'humidité relative (Hr %) de 12 % en été, de 15-18% en automne, printemps et hiver. Lorsque la barrique est pleine de vin, l'humidité relative est voisine de 30 % ; le gonflement des pièces de bois en contact avec le vin assure alors l'étanchéité de la barrique. Les barriques doivent être utilisées le plus rapidement possible après la livraison. Il est en effet possible que durant des étapes d'équilibrage de l'humidité du bois avec l'hygrométrie ambiante la perte d'eau provoque l'apparition de fuites sur les barriques. Pour illustrer cela : des barriques produites en hiver ou au printemps (Hr = 15-18 %) et utilisées l'été (Hr = 12 %) perdent 3 à 6 % d'eau ; de la même façon, des barriques produites en hiver en France et utilisées en Australie présentent le même risque. Dans ces conditions, le séchage du bois revêt une grande importance ; il ne doit pas être négligé.

Sur plusieurs années d'observations, indépendamment des conditions climatiques et de l'épaisseur du bois (22 à 30 mm), le séchage prend de 10 à 12 mois. Un exemple est donné sur la figure 1. Les couches inférieures du bois sèchent progressivement mais de façon régulière. La surface peut être humectée par l'eau de pluie, mais la réhydratation est très faible et ne concerne ni les couches internes des douelles ni même l'intérieur des piles (figure 2). L'origine géographique n'influence pas significativement la vitesse de séchage (figure 3). La comparaison entre grains fins et grains grossiers conduit aux mêmes résultats. Il s'agit donc d'un phénomène physique spontané. Le volume des précipitations et leur répartition annuelle conditionne la faisabilité du séchage. Dans certains pays, trop peu pluvieux, le séchage est déconseillé, il serait trop rapide entraînant des pertes importantes de bois (ruptures des fibres, décollement au niveau des rayons ligneux) et la grande majorité des extractibles resterait emprisonnée dans

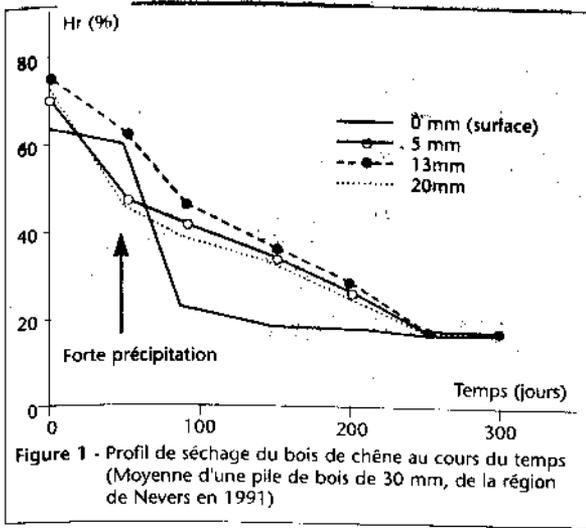


Figure 1 - Profil de séchage du bois de chêne au cours du temps (Moyenne d'une pile de bois de 30 mm, de la région de Nevers en 1991)

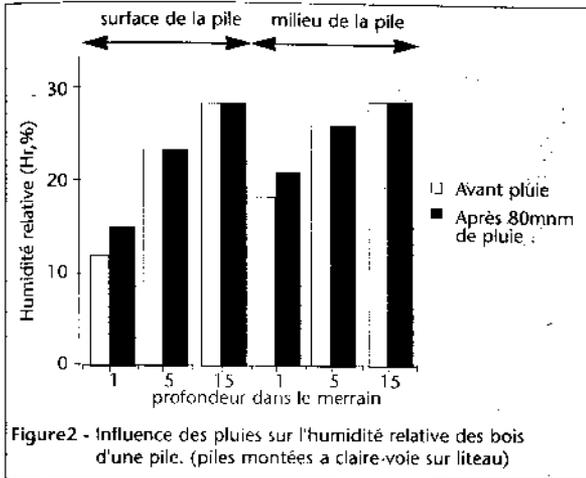


Figure 2 - Influence des pluies sur l'humidité relative des bois d'une pile. (piles montées à claire-voie sur liteau)

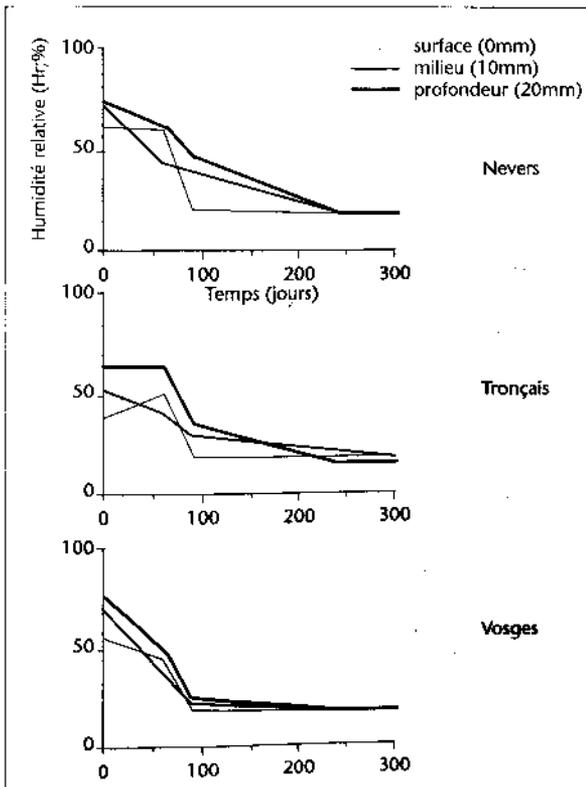


Figure 3 - Séchage naturel de pile de bois de grains fins issus de diverses régions. (Déchage 1991, Bordeaux)

la masse du bois. Les conditions climatiques optimales pour un séchage progressif sont : un volume de précipitation annuel compris entre 900 et 1200 mm, réparti au mieux sur l'année, avec des températures moyennes de 15 à 20 °C

(moyenne sur 12 mois) et une amplitude thermique de 12 à 15 °C ($\Delta t_{max, tmin}$). Ces conditions idéales sont remplies pour les climats océaniques tempérés et les climats continentaux de marges océaniques. Un bon indice des conditions climatiques optimales pour le séchage du bois est donné par le rapport entre les précipitations annuelles (mm d'eau) et la température moyenne (°C). Quelques résultats sont rassemblés sur le tableau 1. Dans les climats trop secs et chauds, ce rapport S est relativement faible ; en revanche, pour les climats pluvieux et doux S est compris entre 75 et 100.

Zones géographiques	Précipitation (mm)	Température moyenne (°C)	Indice S
France :			
Bordeaux	950	12,5	76†
Cognac	783	12,4	63†
Montpellier	610	14,5	42
Tours	670	11,2	59
Dijon	732	10,5	69,5†
Brest	1130	11	103†
Strasbourg	750	10,3	73†
Allemagne :			
Berlin	580	8,5	68†
Russie :			
Kiev	540	6,8	79,5†
Etats-Unis :			
Virginie (Jefferson)	952	12,8	74†
Missouri (Richmond)	1044	14,4	72,5†
Californie (San Francisco)	459	12,3	37

Tableau 1 - Valeurs de l'indice S pour différentes zones géographiques. S = précipitations totales (mm) / températures moyennes annuelles (°C) (Météorologie national, moyenne sur 30 ans)

1.2 - Le lessivage du bois

Lors des pluies, les piles de bois sont soumises au ruissellement de l'eau qui peut entraîner une partie des substances hydrosolubles. On sait, par ailleurs, que les ellagitanins du bois de chêne sont très solubles dans l'eau, ils sont donc susceptibles d'être soumis au phénomène de lessivage lors des pluies. Pour montrer ce mécanisme, nous avons constitué une pile expérimentale (douelles courtes de 10 x 3 x 30 cm montées en claire-voie sur liteau de 2,5 x 2,5 cm) de bois de l'allier de 170 kg, fendu en douelle de 27 mm et disposé dans le parc à bois. Les eaux de pluies sont collectées au bas de la pile grâce à un bac peu profond muni d'un robinet de vidange à sa partie inférieure. Sur un an, nous avons collecté les eaux de ruissellement de cette pile pour peser après évaporation l'extrait sec. Ces résultats sont rassemblés sur la figure 4.

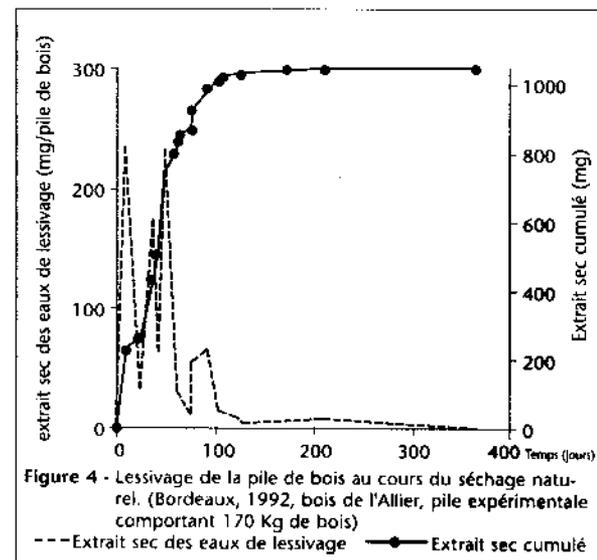


Figure 4 - Lessivage de la pile de bois au cours du séchage naturel. (Bordeaux, 1992, bois de l'Allier, pile expérimentale comportant 170 Kg de bois)

Il convient de préciser, avant de commenter les chiffres obtenus, que les conditions climatiques et plus particulièrement les précipitations totales et leur répartition, influencent fortement les phénomènes de lessivage.

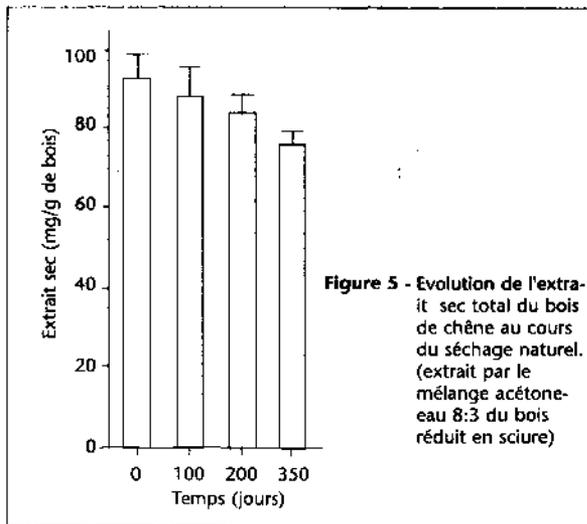


Figure 5 - Evolution de l'extrait sec total du bois de chêne au cours du séchage naturel. (extrait par le mélange acétone-eau 8:3 du bois réduit en sciure)

Les résultats présentés, nous montrent que l'élimination d'une partie des substances hydrosolubles du bois se situe, pour l'essentiel dans les 6 premiers mois du séchage ; lorsque le bois est vert et encore riche en eau. Puis au cours du séchage, la diminution progressive du taux d'humidité relative et le resserrement des fibres du bois emprisonnent les extractibles dans la masse. Des pluies, même abondante, survenant après 8 à 10 mois de séchage contiennent peu ou pas d'extractible. Rapporté au 170 kg de bois la perte annuelle d'extrait sec est de 6,14 mg/Kg de bois, ce qui est peu. D'autre part, au cours de cette même période, la teneur en extrait sec totale du bois (évalué par extraction à l'acétone-eau, 8/3 v/v, sur de la sciure de bois) a diminué de 17 g/Kg de bois (figure 5). Ce résultat indique que seulement 0,035% des extractibles du bois ont été entraînés par lessivage. Dans une autre expérience, nous avons atteint un maximum de 0,07%. Ceci suggère l'intervention d'autres facteurs à la diminution du taux d'extractibles du bois.

	Fr. A	Fr. B	Signification
Acidité	2	1	NS
Amertume	4	1	**
Astringence	3	4	NS
Boisé	2	5	*

**différence significative au seuil de 1%
*différence significative au seuil de 5%
NS: non significatif

Tableau 2- Caractéristiques gustatives de la fraction lessivée par les eaux de pluie (Fr. A) et de la fraction non lessivée (Fr. B). (Dégustation de solutions hydroalcooliques à 1g/l d'extrait, nombre de dégustateurs 23, notation sur 5)

La fraction entraînée par lessivage est de faible importance, mais il apparaît lors de la dégustation, que cet extrait est plus amer que l'extrait de chêne non entraîné par le lessivage (Tableau 2). La nature des substances éliminées est probablement différente de celles qui restent dans la masse du bois.

1.3 - Oxydation chimique des composés phénoliques dans le bois

Les ellagitanins sont des molécules facilement oxydables en solution par l'oxygène moléculaire ou le peroxyde d'hydrogène. Cette propriété a conduit certains auteurs à interpréter la diminution de la concentration en composés phénoliques, et en particulier en ellagitanins, par une oxydation chimique de ces composés dans la masse du bois

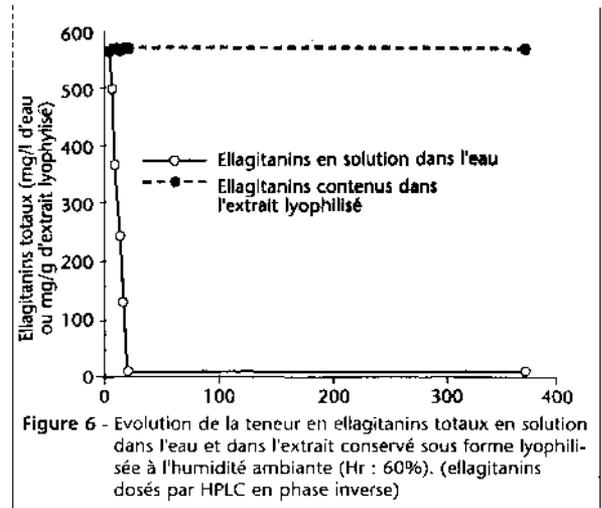


Figure 6 - Evolution de la teneur en ellagitanins totaux en solution dans l'eau et dans l'extrait conservé sous forme lyophilisée à l'humidité ambiante (Hr : 60%). (ellagitanins dosés par HPLC en phase inverse)

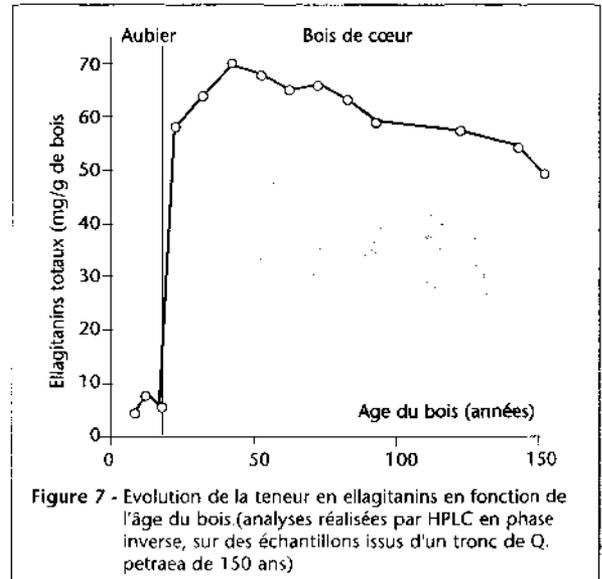


Figure 7 - Evolution de la teneur en ellagitanins en fonction de l'âge du bois (analyses réalisées par HPLC en phase inverse, sur des échantillons issus d'un tronc de Q. petraea de 150 ans)

(Chattonnet et al., 1995). Il est bien entendu que sous forme soluble ces constituants sont rapidement oxydés et disparaissent du milieu (figure 6). Leurs produits de transformation sont des polymères d'oxydation de couleur foncée (Klumpers et al., 1994). Cependant, sous forme de poudre, dans des conditions d'humidité proche des bois verts, la teneur en ellagitanins est peu affectée au cours d'une conservation d'un an (figure 6). En outre, dans le tronc d'arbre resté sur pied, malgré une humidité relative de 65 à 75%, les ellagitanins sont dosables dans les différentes parties du bois, quel que soit leur âge (figure 7). Par ailleurs, on note, une diminution progressive de la teneur en ellagitanins solubles au cours du vieillissement du bois, qui représente 15 à 20 mg/g de bois pour 100 ans, soit une diminution de 150 à 200 µg/g/an (0,3 à 0,5 % par an). Ces résultats sont en accord avec ceux de Peng et al. (1991) et de Viriot et al. (1994). Ces auteurs ont interprété ce phénomène comme une oxydation chimique ; mais, au vu des résultats, ce rôle au cours du séchage naturel semble être secondaire. Par ailleurs de nombreux auteurs s'accordent à reconnaître que l'essentiel des phénomènes conduisant à une dégradation des composés phénoliques dans le bois de cœur de nombreuses espèces - dont le chêne - est lié à des actions d'ordre enzymatique. Une revue intéressante des différents travaux se rapportant à ce thème a été faite par Haluk et al. (1991).

L'hydrolyse des coumarines hétérosidiques, aesculine et scopoline, a également été interprétée comme une réaction chimique (Chattonnet et al., 1994). Mais là encore, dans nos conditions expérimentales nous n'avons pas pu produire d'aglycones (aesculetine et scopolétine) par hydrolyse acide en milieu aqueux à température ambiante (pH 1, 2 et 3)

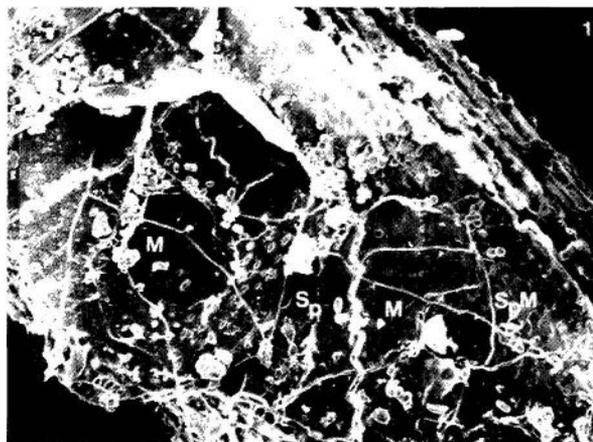
même après plusieurs mois. L'hydrolyse acide à chaud conduit à un faible rendement : la plus grande partie des coumarines hétérosidiques subit des modifications irréversibles de structure.

La lignine est un polymère tridimensionnel d'alcools phénylpropénoïques : l'alcool coumarylique, coniférylique et sinapylique. Il s'agit d'un polymère qui imprègne la paroi du bois duraminisé. Sur le plan chimique la lignine est pratiquement insoluble dans l'eau et donc ne peut pas être lessivée ; elle est également particulièrement stable et nécessite pour être dégradée des techniques d'hydrolyse relativement lourdes (oxydation par le nitrobenzène, acidolyse à chaud dans le dioxane chlorhydrique, double oxydation par le permanganate de potassium puis par l'eau oxygénée, ...) (Monties, 1980). La dépolymérisation de la lignine est difficilement envisageable en milieu aqueux ou en milieu aqueux légèrement acidifié ; puisque dans ces deux conditions le polymère est insoluble (Nimz, 1978). Nos différents essais de conservation, en conditions stériles, de lignine ethanol et de lignine Dioxane conservées dans l'eau à pH 4 (pH moyen des extraits à l'eau de bois) pendant 12 mois n'ont pas permis de mettre en évidence de pertes de lignine.

Dans le bois, les conditions d'oxydations chimiques ne semblent pas permettre de dégradation appréciable des différents composés phénoliques majoritaires.

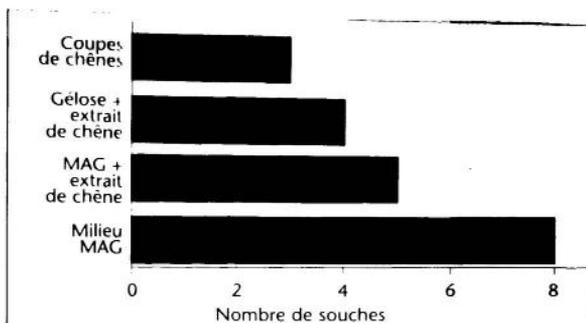
1.4 - Influence de la flore fongique sur la composition chimique du bois de chêne

La surface des douelles se recouvre rapidement de très nombreux spores dont seulement un faible pourcentage germe et émet un mycélium (Cliché 1). On estime en moyenne que 3 à 6% des spores déposés sur le bois donnent un mycélium qui se développe normalement, même si une flore fongique très variée peut être déposée sur les douelles, en réalité peu sont



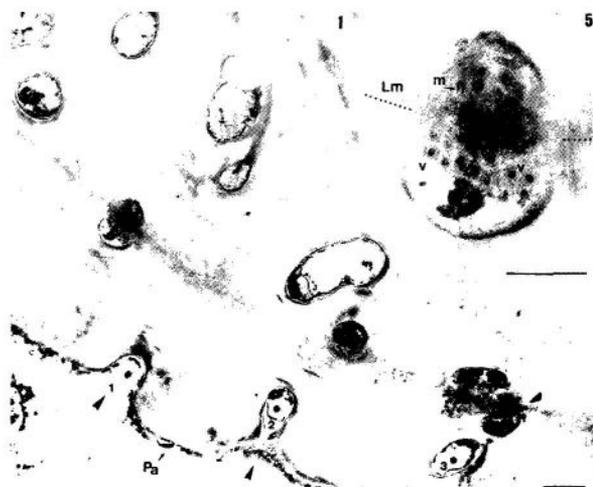
Cliché 1- Observation de la surface d'un échantillon de chêne après 6 mois de séchage naturel. On note la présence d'une grande quantité de spores (Sp) dont certaines émettent un hyphes (Spm) qui se développe et forme un mycélium (M).

capables de se développer sur un milieu contenant un extrait de bois de chêne (figure 8). En outre seulement 3 champignons peuvent réellement s'implanter sur des coupes de bois et émettre, après 1 mois de culture, des mycélia ainsi que des spores (figure 8, réalisé par observation en microscopie optique). Nous avons montré depuis fort longtemps (Vivas et al., 1991) qu'il s'agit de *Aureobasidium pullulans*, *Trichoderma harzianum* et *koningii*. L'interprétation de ces observations a été formulée plus tard (Vivas et Glories, 1993 et Vivas et al., 1996). Ceci est lié au manque d'adaptation de certains champignons à un milieu hostile tel que le bois. C'est ce qui a conduit certains auteurs à assimiler flore fongique en place et spores déposés. Nos résultats sont confirmés par de très nombreuses analyses réalisées en microscopie électronique à balayage ; la taille et la forme bien caractéristiques des spores de *A. pullulans* de *T. harzianum* et *koningii* nous ont permis de



Figures 8 - Influence des conditions de culture sur le nombre de souches de champignons (morphologiquement différents) isolées. Ensemencement par eau de lavage du coton d'un écouvillon de la surface des douelles. Milieu MAG : extrait de malt gélosé, 45g ; agar, 15g ; glucose, 25g ; 25g ; eau qsp 1000ml. MAG + extrait de chêne : MAG + 5g/l d'extrait aqueux de chêne vert. Gélose + extrait de chêne : gélose DIFCO 20 g/l + 5/l d'extrait aqueux de chêne vert. Coupes de chênes : Coupes de 5 x 5 x 0,2 cm de chênes vert.

montrer que les spores germant appartiennent, très majoritairement, à ces espèces. Ces champignons pénètrent par des microfissures réparties sur toute la surface des douelles et colonisent les couches internes du bois. Cependant la biomasse mycélienne totale est trop faible pour induire des modifications sensibles de composition et de structure du bois ; d'autant que le séchage ne dure que 24 à 36 mois. Mais l'observation par microscopie électronique en transmission, sur des coupes fines de bois, convenablement traité, révèle qu'une partie très importante de la flore du bois de chêne se développe à l'intérieur des parois des cellules du bois (cliché 2). Cette biomasse est beaucoup plus importante que la précédente et se retrouve, après 12 mois de séchage jusqu'à 10 mm de profondeur. Le développement du champignon se prolonge alors durant tout le séchage dans les tissus du bois. On observe que le champignon digère littéralement la paroi et libère, dans les tissus, des enzymes qui sont fortement contrastés sous le faisceau d'électrons, caractéristiques de ce phénomène (Srebotnik et Messner, 1991). Certaines zones fortement altérées présentent en plus de ces accumulations d'enzymes exocellulaires des taches plus opaques correspondant probablement aux produits de l'hydrolyse enzymatique des constituants pariétaux. Si ce type d'observation a été souvent rapporté dans les études portant sur la biodégradation



Cliché 2- Détail de la colonisation de la paroi d'une cellule du parenchyme du bois de cœur de chêne après 12 mois de séchage naturel. (1 : vue générale d'une cellule colonisée. On observe que la paroi (Pa) présente des invaginations (flèches) liées à la présence de mycélium (*). Les différents degrés d'attaque de la paroi sont donnés par les chiffres 1, 2 et 3. La barre d'échelle représente 1 µm). (5 : au contact de la lamelle moyenne (2cm) riche en lignine, le champignon produit à partir de son reticulum endoplasmique des vésicules (V) contenant des enzymes de digestion. Elles ont pour but d'assurer une détoxification rapide de ce milieu hostile. m, mitochondrie, la barre d'échelle représente 0,5 µm).

de nombreuses espèces d'arbres, en revanche, dans le bois de cœur de chêne en cours de séchage naturel, aucun travail ne l'avait signalé.

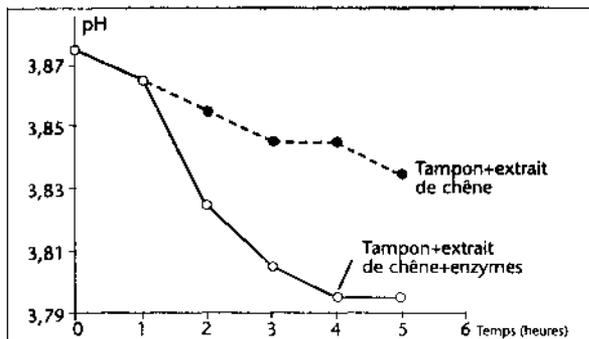


Figure 9 - Mise en évidence de l'acidification du milieu par incubation dans un tampon NaCl (0,1 M; pH 4,5) d'un extrait à l'eau de bois de chêne vert en présence des enzymes exocellulaires totales d'*A. pullulans*. (Incubation à 25°C, 1% d'enzymes)

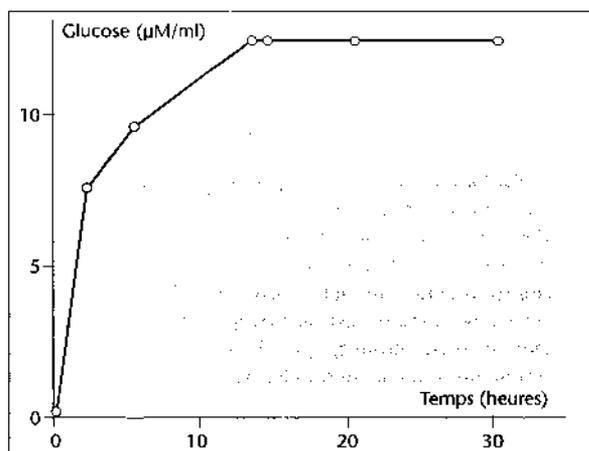


Figure 10 - Libération de glucose à partir d'un extrait à l'eau de chêne vert en présence des enzymes exocellulaires d'*A. pullulans*. (extrait de chêne à 10 g/l dans tampon NaAc 0,2 M pH 5 ; 1% d'enzymes ; 20° C)

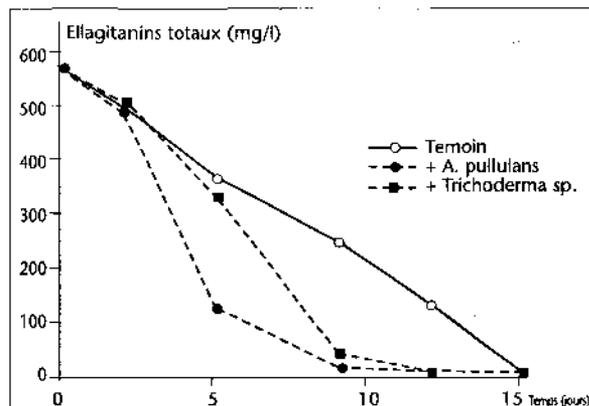


Figure 11 - Dégradation des ellagitanins par *A. pullulans* et *Trichoderma sp.* en milieu liquide. Incubation d'un extrait de bois de chêne en milieu minéral (Vivas et Glories, 1993) supplémenté par le centrifugat de cultures liquides Czapek-dox de mycelia.

On peut, dès lors, suggérer raisonnablement le rôle des enzymes exocellulaires des champignons isolés, dans le processus du séchage naturel. A partir d'une culture pure d'*A. pullulans* en milieu Czapek-Dox nous avons collecté les enzymes exocellulaires solubles par précipitation au sulfate d'ammonium à 80% de saturation. Le culot dessalé est utilisé dans différents tests. Il convient de montrer la capacité de ces enzymes à libérer, à partir d'un extrait aqueux de chêne, du glucose de structure hétérosidique et des phénols simples dont certains acides phénols. Sur un extrait de chêne supplémenté en enzymes exocellulaires on observe une acidifi-

cation du milieu mesurée par la diminution du pH (figure 9). Ce phénomène est la conséquence de la libération d'acides phénols provenant d'hétérosides phénoliques (Vivas, 1993a). L'apparition et l'accumulation de glucose confirment cette interprétation (figure 10). Les mycelia des diverses espèces isolées sont capables de se développer en milieu liquide en utilisant comme source de carbone les ellagitanins en solution (figure 11). Ce qui constitue la démonstration des aptitudes particulières de ce champignon.

Les champignons isolés de douelles en cours de séchage possèdent le matériel enzymatique adapté à la dégradation de nombreux polyphénols. Nous avons montré par ailleurs (Vivas et Glories, 1993), que des enzymes permettent également une croissance de ces champignons à partir de polysaccharides.

Les différentes bactéries isolées ne se sont pas révélées capables de dégrader la lignine. De plus, les divers champignons n'ont pas d'effet sensible sur la lignine, ce qui va à l'encontre des premières interprétations (Vivas, 1993) et confirme les travaux plus récents (Chatonnet et al., 1994).

2 Comparaison du séchage naturel et du séchage artificiel

	Séchage naturel	Séchage artificiel
Extrait sec (mg/g)	97 ± 10	134 ± 5
Phénols totaux (IFC)#	19,6 ± 1	22,5 ± 1,5
Acide ellagique (mg/g)	17 ± 3	24 ± 3
Ellagitanins totaux (mg/g)§	52 ± 11	69 ± 15

#, indice de Folin Ciocalteu ;
§, dosage par réaction de Bate-Smith à l'acide nitreux, résultats en mg/g équivalent castalagine

Tableau 3- Incidence du mode de séchage sur la composition du bois de chêne. (Séchage naturel : 24 mois ; séchage artificiel : 6 mois)

	Chêne vert	Chêne séché artificiellement	Chêne séché naturellement
Amertume	115a	138b	287c
Astringence	122a	164b	300c

Les lettres différentes indiquent que les chiffres sont significativement différents entre eux pour un seuil de 5%

Tableau 4- Seuil de perception gustative des extraits à l'eau de bois de chêne. Influence du mode de séchage. (dégustation réalisée avec 26 personnes, seuil à 50% donné en mg/l d'extrait à l'eau)

	Séchage naturel		Séchage artificiel	
	Aldéhydes (mg/l)	Scopolétine (µg/l)	Aldéhydes (mg/l)	Scopolétine (µg/l)
Allier	2,24	88	1,41	46
Vosges	1,84	78	1,14	62
Limousin	1,15	75	1,06	50

Tableau 5- Incidence du mode de séchage et de l'origine géographique du bois sur les teneurs en aldéhydes phénols et en scopolétine

Le séchage naturel, permet par rapport au séchage artificiel l'élimination d'une partie de la fraction fixe hydrosoluble du bois. Il s'agit surtout de l'élimination des composés phénoliques (tableau 3). Le rôle du lessivage et de l'oxydation chimique des composés phénoliques, bien que de faible intensité, participe à ce résultat final. L'insolubilisation d'une partie des ellagitanins au cours du vieillissement du bois sur pied (Peng et al., 1991), ainsi que les dégradations d'origines microbiennes, au cours du séchage naturel, constituent les deux principaux facteurs influençant la composition du bois. Cependant les écarts d'extraits secs entre séchage naturel et artificiel sont réduits (37 mg/g pour l'extrait sec et 17 mg/g pour les ellagitanins). La différence la plus importante réside dans la modification des caractères gustatifs des extraits

aqueux de bois ; en relation avec des modifications des structures en présence. On observe que le seuil de perception (à 50%) de l'astringence et de l'amertume de l'extrait de chêne séché naturellement est plus important que ceux mesurés sur l'extrait de chêne séché artificiellement ; respectivement de 45% et de 52% (tableau 4). Cela signifie qu'après séchage naturel l'extrait de chêne est moins perceptible à la dégustation. En outre, les extraits sont jugés peu amers et moins astringents. L'analyse plus détaillée de la concentration en certaines molécules, montre que le séchage naturel provoque une augmentation de la teneur en aldéhydes phénols et en scopolétine (tableau 5). Il a été clairement démontré que la scopolétine dérive de son hétéroside la scopoline (Vivas, 1993a ; Vivas, 1993b), jugée par Joseph et Marche (1972) comme particulièrement amère. Nous avons déterminé le seuil de perception de l'aesculine qui est voisin de 1 µg/l en solution hydroalcoolique (12% vol. 5g/l d'acide tartrique et pH 3,5) et jugé très amer. Le seuil est donné pour 100% des dégustateurs (n= 12). Dans un vin rouge jeune, en cuve, il est de 3 µg/l pour 90% des dégustateurs. L'origine des aldéhydes phénols n'a toujours pas d'explication satisfaisante.

Au travers de cet exemple on comprend facilement la complexité des phénomènes intervenant dans le séchage naturel. Ainsi, toute tentative de raisonnement et d'optimisation doit passer par le respect du facteur temps, du lessivage et de l'action des microorganismes.

3 Optimisation de l'étape de séchage naturel

3.1 - Le problème de l'hétérogénéité des conditions climatiques

Généralement les conditions climatiques ne sont pas figées, elles varient d'une année sur l'autre et sont à l'origine de la notion de millésime en œnologie. Bien que certains climats soient caractérisés par une homogénéité remarquable, tels que les climats équatoriaux ; dans la plupart des régions du monde des tendances climatiques existent et permettent de différencier les climats océaniques, continentaux, méditerranéens et autres. Cependant autour de la moyenne représentative d'un climat des variations notables sont enregistrées. Dans le problème qui nous intéresse, c'est l'hygrométrie de l'air et la répartition des pluies qui sont prépondérantes. Le raisonnement du séchage et le choix de la date de début de l'opération passent par une parfaite connaissance du climat local (macro-climat). Ainsi, certaines régions peu pluvieuses et trop sèches ne sont pas conseillées, car même si le séchage est couplé avec un système d'aspersion fréquent du bois, la déshydratation trop rapide induira, une perte de bois peu compatible avec la rentabilité de la technique (fentes de retrait, lessivage incomplet). Les climats français semblent, en revanche, convenir. Le climat adéquate pour un séchage naturel satisfaisant serait le suivant :

- une première phase de lessivage abondant du bois, indispensable à sa qualité et à l'implantation d'une flore, qui nécessite une humidité suffisante et des pluies permettant le développement des thalles ;

- Une dernière phase suffisamment sèche pour induire une déshydratation progressive et continue du bois.

Il apparaît nécessaire de recourir à l'aspersion des piles pour réguler les effets du climat. Mais la compréhension des mécanismes impliqués dans le lessivage est un préalable indispensable.

3.2 - Modélisation de l'étape de lessivage

Le lessivage, mais surtout le maintien d'un taux d'hygrométrie suffisant, permet d'améliorer les conditions d'affinage

des bois. Dans ce cas, l'action des microorganismes est sensiblement augmentée. Les phénomènes biochimiques peuvent en particulier se poursuivre durant les périodes chaudes et sèches de l'année. Cependant, nous ne disposons que de peu de résultats sur les mouvements de l'eau dans les piles et dans le bois.

L'eau est répartie dans trois compartiments :

- D'abord l'eau libre qui s'écoule par gravité et qui n'est pas retenue par le bois ;
- Ensuite l'eau d'imprégnation qui se trouve dans les fibres du bois, contribuant à leur gonflement. Cette fraction d'eau, sature toute la matrice et s'élimine progressivement au cours de l'évaporation ;
- Enfin, l'eau de constitution qui est fortement retenue par le bois ; son élimination demanderait des forces d'aspiration ou des températures qui ne sont pas compatibles avec l'obtention de bois destinés à la tonnellerie. Ce dernier compartiment n'est jamais affecté par les traitements habituels. Dans le bois, les mouvements de l'eau sont liés à la nature colloïdale des polysaccharides formant les tissus pariétaux. Ainsi, au cours de l'évaporation de l'eau, en surface, on crée une différence de tension partielle qui provoque l'aspiration de l'humidité des couches profondes vers la surface. La présence d'eau sur le bois (pluies ou aspersion) annule ce mouvement ascendant. La couche de surface plus humide cède une partie de l'eau aux couches plus profondes, il se met en place un mouvement descendant. Les fibres polysaccharidiques plus ou moins humectées jouent alors le rôle de microcolonnes de film liquide. On peut comparer le phénomène à la mèche d'une lampe à pétrole.

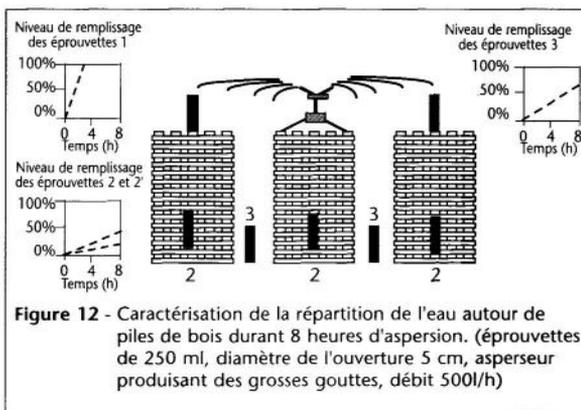


Figure 12 - Caractérisation de la répartition de l'eau autour de piles de bois durant 8 heures d'aspersion. (éprouvettes de 250 ml, diamètre de l'ouverture 5 cm, aspersion produisant des grosses gouttes, débit 500l/h)

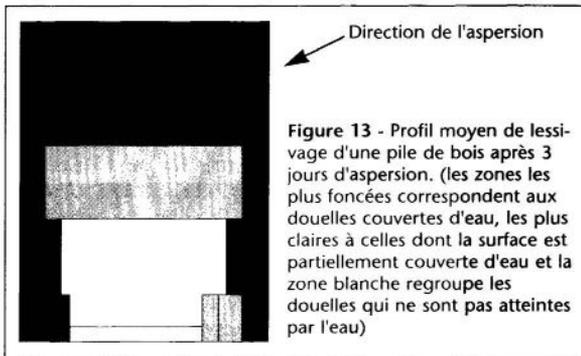


Figure 13 - Profil moyen de lessivage d'une pile de bois après 3 jours d'aspersion. (les zones les plus foncées correspondent aux douelles couvertes d'eau, les plus claires à celles dont la surface est partiellement couverte d'eau et la zone blanche regroupe les douelles qui ne sont pas atteintes par l'eau)

Dans les conditions de la pratique nous avons étudié, dans un premier temps, la répartition de l'eau dans la pile au cours d'une aspersion de 8 heures pour un débit d'eau moyen de 500 l/h. Des éprouvettes sont placées sur les piles (éprouvettes 1 du dispositif, figure 12), à l'intérieur des piles (éprouvettes 2, 2' du dispositif) et entre les piles (éprouvettes 3 du dispositif). Les résultats sont regroupés sur la figure 12. On observe que l'eau tombe rapidement sur les piles, et qu'une bonne partie tombe entre les piles. Cependant, le fait de rapprocher les piles ne diminue pas pour autant les pertes, car la majeure partie de l'eau ruisselle le long des douelles avant de tomber sur le sol. L'intérieur des piles n'est

raisonnablement concerné par l'eau de ruissellement que pour de longues durées d'aspersion (> 8 h). Si le lessivage nécessite du temps pour être parfaitement efficace, en revanche l'augmentation de l'humidité ambiante, utile aux microorganismes, atteint un niveau satisfaisant dès les 4 premières heures de l'aspersion. On note sur la figure 13 que plus de 60% des douelles, constituant la pile, ont reçu de l'eau et sont humectées. Ceci est suffisant, d'une part pour ralentir le dessèchement des bois et d'autre part, pour créer un microclimat humide au sein de la pile. Finalement, en retardant la dessiccation des couches profondes on prolonge la durée d'action des mycéliums présents dans la paroi des cellules du bois. Les performances du lessivage sont également améliorées, puisque par aspersion raisonnée on multiplie par dix à vingt la fraction hydrosoluble soustraite au bois.

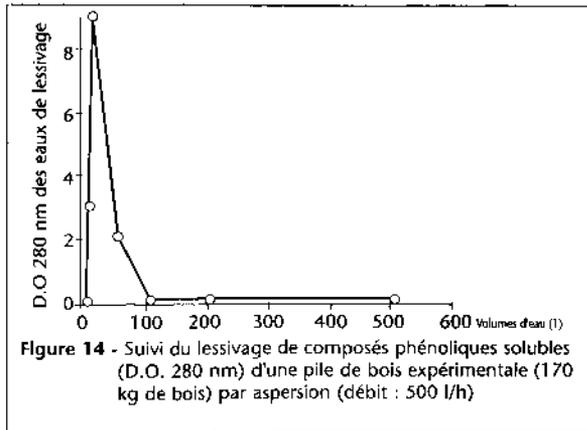


Figure 14 - Suivi du lessivage de composés phénoliques solubles (D.O. 280 nm) d'une pile de bois expérimentale (170 kg de bois) par aspersion (débit : 500 l/h)

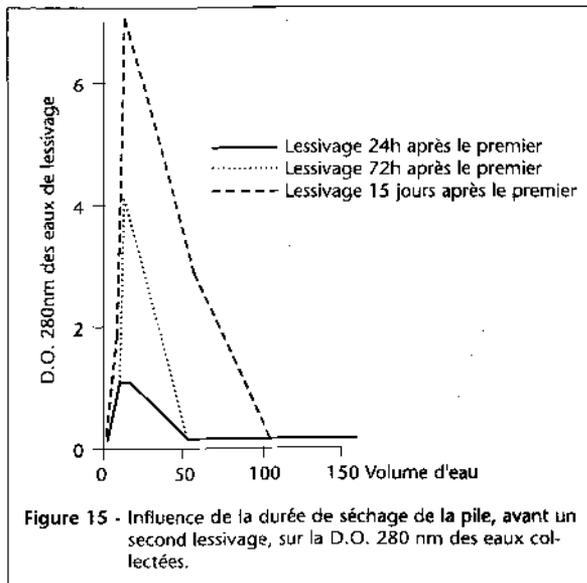


Figure 15 - Influence de la durée de séchage de la pile, avant un second lessivage, sur la D.O. 280 nm des eaux collectées.

Des expériences complémentaires permettent de choisir une séquence d'aspersion optimale. Nous avons réparti soigneusement l'eau, sur la surface des piles, par un dispositif adéquat, collecté à la partie basse. L'estimation des phénols totaux est réalisée par mesure de l'absorbance à D.O. 280 nm. Les résultats rapportés figure 14 montrent que l'élimination des composés phénoliques hydrosolubles ne se fait que durant les tous premiers instants du lessivage. On observe également, que l'élimination d'une nouvelle fraction nécessite un temps de séchage du bois suffisant (figure 15). Ces quelques expériences confirment notre interprétation des mouvements de l'eau de l'intérieur du bois vers la surface. Ainsi lors du séchage du bois les mouvements ascendants de l'eau entraînent, dans le même temps, de nombreuses substances hydrosolubles. Il n'est donc pas nécessaire, comme on l'a cru depuis fort longtemps, que l'eau traverse toute l'épaisseur du bois pour qu'il se produise une lixiviation des polyphénols du bois. En réalité le schéma réactionnel semble être plus complexe ; puisque l'eau en s'évaporant

dépense les extractibles qui sont ensuite éliminés par simple lessivage de la surface des douelles. L'aspersion pour être efficace doit donc être séquentielle.

3.3 - Conduite de l'aspersion des piles de bois

La tonnellerie DEMPTOS a développé un système d'aspersion des piles de bois mis en fonction lors des périodes chaudes et sèches de l'année. Dans ces conditions, la maturation du bois est à la fois plus régulière et plus complète. Mais un excès d'arrosage est aussi à craindre, car si tous les constituants du bois ne sont pas des éléments positifs pour l'élevage des vins, en revanche certains d'entre eux sont à conserver car ils participent activement à l'amélioration de la qualité des produits élevés en barriques. Ce sont les ellagitannins, les polysaccharides, des fractions de lignines facilement extractibles et des composés aromatiques en quantités raisonnables.

Les programmes d'aspersion sont à adapter aux conditions climatiques environnantes ainsi qu'aux degrés de lessivage et d'affinage souhaités pour le bois.

Ces programmes, ne peuvent se résumer à un simple protocole général.

3.4 - Éventualité d'un ensemencement microbien

L'importance du facteur biochimique dans les nombreuses transformations subies par le bois au cours de son affinage pose le problème de l'ensemencement par un levain industriel. Nos travaux se sont portés sur cet aspect (Vivas, 1993) et nous ont conduits à sélectionner une souche bien adaptée au milieu bois. Les critères de sélection ont concerné la vitesse de germination et la facilité d'implantation des souches de *A. pullulans* sur le bois, leur aptitude à poursuivre leur développement sur des milieux pauvres en eau ($H_r \leq 60\%$), riches en ellagitannins et ne contenant que de faibles quantités de glucose directement assimilables, sporulant abondamment lors de fortes chaleurs et constituant rapidement une source d'auto-ensemencement. Quelques souches ont satisfait aux différents cribles de la sélection ; elles appartiennent toutes à l'espèce *A. pullulans*. Le dépôt de brevet (9213502- Brevet d'invention n° 48) sur ces champignons permettra, si les conditions techniques et économiques l'exigent, la production et l'utilisation d'un levain fongique sélectionné dans le processus d'affinage des bois.

Nous trouvons au moins deux applications à cela : d'abord l'implantation précoce d'une flore fongique homogène sur le bois, représentée par *A. pullulans* ; enfin, la création d'espaces nouveaux de maturation et d'affinage des bois dans des sites où l'opération n'était pas réalisée, dans ce cas on impose dès le départ une flore sélectionnée et adaptée à l'affinage. Nous pourrions en particulier implanter des unités de séchage dans différents endroits du monde, pour peu que les conditions climatiques s'y prêtent.

CONCLUSION

Comme de nombreuses autres opérations du travail et du traitement des bois à la tonnellerie, le séchage naturel n'avait pas fait l'objet d'une étude systématique. Depuis 1990 nous avons regroupé une première somme de données, qui est utile à la visualisation globale des phénomènes de séchage, que nous préférons appeler aujourd'hui maturation ou affinage du bois. La complexité des mécanismes mis en jeu, justifie le changement de nom. Mais plus qu'une dissection patiente et attentive des grandes étapes caractérisant le processus, nous avons optimisé et raisonné la maturation du bois grâce à un meilleur choix des conditions de lessivage des piles.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- CHATONNET P.; BOIDRON J.-N.; DUBOURDIEU D. 1994.** Nature et évolution de la microflore du bois de chêne au cours de son séchage et de son vieillissement à l'air libre. *J. Intern. Sci. Vigne Vin*, 28, 185-201.
- CHATONNET P.; BOIDRON J.-N.; DUBOURDIEU D. 1994.** Evolution des composés phénoliques du bois de chêne au cours de son séchage. Premiers résultats. *J. Intern. Sci. Vigne Vin*, 28, 337-357.
- CHATONNET P.; BOIDRON J.-N.; DUBOURDIEU D. 1994.** Evolution de certains composés volatiles du bois de chêne au cours de son séchage. Premiers résultats. *J. Intern. Sci. Vigne Vin*, 28, 359-380.
- HALUK J.P.; SCHOEGEL F.; METCHE M. 1991.** Chimie de la couleur du bois. Etude comparative des constituants polyphénoliques dans le chêne sain et le chêne coloré. *Holzforschung*, 45, 6, 437-444.
- JOSEPH E.; MARCHE M. 1972.** Contribution à l'étude du vieillissement du cognac. *Connaissance Vigne Vin*, 6, 273-330.
- KLUMPERS J.; SCALBERT A.; JANIN G. 1994.** Ellagitannins in European oak wood : Polymerization during wood ageing. *Phytochemistry*, 36, 1249-1252.
- LARIGNON P.; CANTAGREL R.; ROULLAND C.; VIDAL J.P. 1994.** Incidence des pratiques de tonnellerie en Charentes sur la microflore des merrains en fin de maturation. *Rev. Œnol.*, 74, 9-13.
- MONTIES B. 1980.** Les lignines, in : Les polymères végétaux. Polymères pariétaux et alimentaires non azotés. Monties B. (Ed.), Bordas, Paris, 122-155.
- NIMZ H.H. 1978.** ¹³C NMR spectra of lignins. *C.R. JIEP*, Bulletin liaison n° 8, 185-206.
- PENG S.; SCALBERT A.; MONTIES B. 1991.** Insoluble ellagitannins in *Castanea sativa* and *Quercus petraea* woods. *Phytochemistry*, 30, 3, 775-778.
- PONTALIER P.; SALAGOÏTY-AUGUSTE M.H.; RIBEREAU-GAYON P. 1982.** Intervention du bois de chêne dans l'évolution des vins rouges élevés en barriques. *Connaissances Vigne Vin*, 16, 45-61.
- SREBOTNIK E.; MESSNER K. 1991.** Immunoelectron microscopic study of the porosity of brown-rot degraded pine wood. *Holzforschung*, 45, 95-101.

TARANSAUD J. 1976. Le livre de la tonnellerie. La roue aux livres (eds.), Paris.

VIRIOT C.; SCALBERT A.; HERVE DU PENHOAT C.L.M.; MOUTOUNET M. 1994. Ellagitannins in woods of sessile oak and sweet chestnut. Dimerization and hydrolysis during wood ageing. *Phytochemistry*, 36, 5, 1253-1260.

VIVAS N.; GLORIES Y.; DONÈCHE B.; GUEHO E. 1991. Observation sur la flore fongique du bois de chêne (*Quercus sp.*) au cours de son séchage naturel. *Ann. Sc. Nat. Bot. (Paris)*, 13, 11, 4, 149-153

VIVAS N. 1993a. Le séchage naturel du bois de chêne destiné à la fabrication de barriques. Tonnellerie DEMPTOS (éditions), collection avenir œnologie (diffusion), Château de Chaintré, France

VIVAS N. 1993b. Les phénomènes liés à la maturation du bois de chêne pendant son séchage. *Rev. Œnol.*, 70, 17-20.

VIVAS N.; GLORIES Y. 1993. Etude de la flore fongique du chêne (*Quercus sp.*) caractéristiques du séchage naturel des bois destinés à la tonnellerie. *Crypto. Mycol.*, 14, 2, 127-148

VIVAS N.; DONÈCHE B.; GLORIES Y. 1996. Incidence de la durée du séchage naturel de *Quercus petraea* Liebl. et de *Quercus robur* L. sur la diversité de la flore fongique en place et sur quelques aspects de son écologie. (Soumis pour publication au *J. Sci. Tech. Tonnellerie*).

E N R E S U M E ...

Une investigation complète des différents paramètres pouvant intervenir au cours du séchage naturel du bois de chêne est présentée. Elle concerne l'influence respective des phénomènes de lessivage, d'oxydation chimique ou d'hydrolyse et de transformation par voie biochimique. Nos résultats montrent que ces divers facteurs interviennent ensemble, mais ce sont principalement les transformations biochimiques permises par les champignons et les bactéries qui permettent d'interpréter la plus importante partie des modifications subies par le bois au cours de cette étape d'affinage. La synthèse des travaux nous a également conduits à une optimisation du séchage naturel notamment par le raisonnement des phénomènes d'aspersion des piles de bois.

Tonnellerie Yves Saint Martin

47160 Buzet-sur-Baïse

Tél. 53 79 73 18 - Fax 53 79 11 22

1945 - 1995

Cinquante ans

d'expérience

à votre service

