

Le vieillissement du vin : une question d'obturation ?

Article prenant sa source de l'article de recherche "Wine aging: a bottleneck story" (Nature Science of Food, 2019)¹.

>>> À partir d'une étude de cas sur des bouteilles de vin blanc vieilles en cave, une approche multidisciplinaire intégrant analyses sensorielles, œnologiques et métabolomiques du vin ainsi qu'étude des transferts d'oxygène a mis en lumière l'importance de l'interface verre / bouchon¹. Le transfert d'oxygène au niveau de cette interface peut participer significativement à l'oxydation au cours de la phase de vieillissement du vin en bouteille. <<<

■ Contexte

Les mécanismes de vieillissement en bouteille dépendent notamment de l'autoxydation chimique, qui est favorisée par l'apport d'oxygène au vin. Le bouchon constitue alors le dernier rempart permettant de limiter les réactions impliquées dans la consommation d'oxygène. De nombreuses études se sont concentrées sur les propriétés barrières aux gaz des différents types d'obtérateurs, comparant des bouchons en liège naturel, avec des niveaux de qualité différents, à des bouchons agglomérés, des bouchons synthétiques ou encore des capsules à vis². Bien qu'il existe des différences évidentes en matière de perméabilité à l'oxygène entre les principaux types d'obtérateurs, celles-ci ne justifient pas les raisons pour lesquelles une oxydation incontrôlée peut se produire parfois de manière sporadique. Dans la présente étude, la question de la consommation d'oxygène par des vins blancs lors du vieillissement en bouteille a été examinée, afin d'évaluer la contribution de l'interface entre le bouchon et le goulot. A partir d'une oxydation sporadique observée pour quelques bouteilles de vin blanc provenant du même millésime et d'un même lot de production, une approche multidisciplinaire a été adoptée, associant évaluation sensorielle, analyse chimique ciblée et non ciblée ainsi qu'une étude des transferts d'oxygène au niveau du couple bouchon + goulot.

■ Étude réalisée et principaux résultats

Quatre bouteilles de vin blanc de Bourgogne (cépage Chardonnay, appellation Marsannay) ont été étudiées (Fig. 1), deux du millésime 2005 et deux autres du millésime 2006. Le vin de chaque millésime provenait d'une même cuvée de 5 hL. Pour chaque millésime, une bouteille était soupçonnée d'être non oxydée et l'autre oxydée, en raison de la différence de couleur visible à travers le verre de la bouteille. Afin de ne pas endommager le goulot de la bouteille enserrant le bouchon, le vin contenu dans les bouteilles a été échantillonné sous atmosphère inerte (argon) en perçant la bouteille. Une partie du vin a été utilisée pour analyse sensorielle par un panel entraîné (15 personnes) et l'autre partie pour les analyses chimiques et les paramètres œnologiques classiques ainsi qu'une analyse métabolomique par spectrométrie de masse à ultra-haute résolution³.

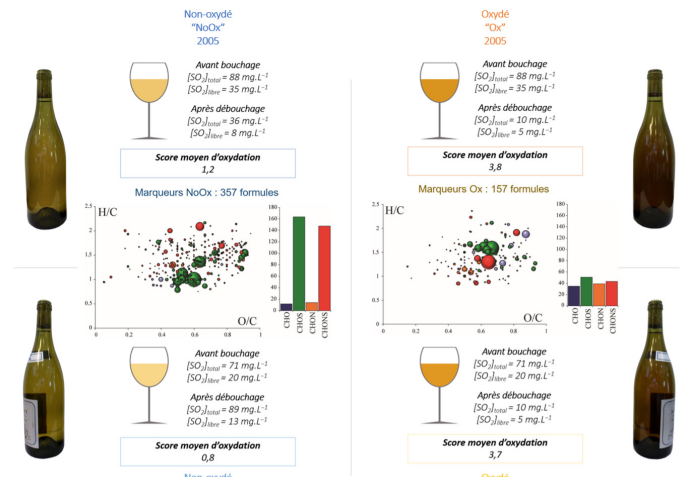


Figure 1. Couleurs des vins (reportées dans les verres, à partir de mesures CIELab), scores d'oxydation (-5 = forte réduction, +5 = forte oxydation), teneurs en SO₂^{*}, et analyses métabolomiques (diagrammes de van Krevelen et décompte des formules élémentaires discriminantes des vins oxydés « Ox » et non oxydés « NoOx »). (* Remarque : les teneurs initiales de SO₂ ont été mesurées par un laboratoire différent lors du contrôle qualité des vins au moment de la mise en bouteille).

Pour les deux millésimes, les vins soupçonnés d'être oxydés (Ox) avaient des notes oxydatives (aussi bien en perception orthonasale que rétronasale) significativement plus élevées (Fig. 1, testées par ANOVA) que les vins qui étaient supposés non oxydés (NoOx).

L'apport modéré d'oxygène conduit à de multiples réactions chimiques impliquant le SO₂, en particulier son addition nucléophile aux quinones, avec consommation préférentielle du SO₂ libre. En revanche, un fort apport d'oxygène peut impliquer à la fois le SO₂ libre et le SO₂ combiné. Ainsi, la diminution observée de la concentration totale en SO₂ (libre plus combiné) dans les vins oxydés, pour les deux millésimes, illustre clairement l'oxygénation plus élevée subie pendant le vieillissement en bouteille (Fig. 1), en adéquation avec les résultats sensoriels. Comme en témoignent les couleurs des vins (Fig. 1), les vins Ox étaient nettement plus oxydés que les vins NoOx, avec une différence de couleur détectable par l'œil humain ($\Delta E > 25$), conséquence de la formation de pigments bruns d'oxydation.

Une analyse métabolomique non ciblée par spectrométrie de masse à ultra-haute résolution, a montré que plusieurs milliers de composés marqueurs des vins non oxydés sont majoritairement des composés azoté-soufrés CHOS et CHONS⁴ (polyphénols sulfonés, acides aminés/peptides...) tandis que ceux-ci ont été consommés dans des mécanismes moléculaires consécutifs à une oxygénation élevée dans les bouteilles oxydées (Fig. 1). À partir des coefficients de diffusion d'oxygène déterminés expérimentalement à partir d'une méthode manométrique développée au laboratoire⁵, d'abord au travers du système composé du bouchon en liège inséré dans le

goulot, puis, après débouchage, au travers du bouchon seul sans l'interface verre/liège, différents flux d'oxygène (OTR) ont pu être évalués (Fig. 2).

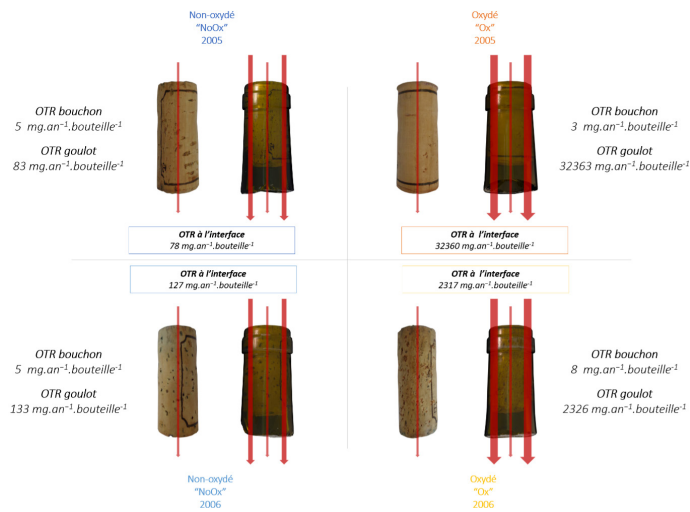


Figure 2. Flux d'oxygène (OTR) mesurés au travers du bouchon seul (bouchon), de l'ensemble bouchon + goulot (goulot) et de l'interface.

Les valeurs obtenues pour le système bouchon + goulot sont nettement plus élevées pour les vins oxydés que pour les vins non oxydés. Le transfert d'oxygène, mesuré pour le bouchon en liège, une fois extrait du goulot, est à peu près identique pour les quatre bouchons, avec une valeur similaire à celles mesurées dans le liège lors de travaux précédents⁶. Ces résultats soulignent donc le rôle important joué par l'interface entre le bouchon en liège et le goulot en verre⁷.

Ces valeurs, qui apparaissent très élevées, ont été calculées à partir de mesures effectuées dans des conditions différentes de celles appliquées lors de la conservation du vin (échantillon sec, sans pression partielle de vapeur d'eau et d'éthanol). Il est également important de noter que ces valeurs correspondent à la propriété barrière du bouchon dans son état final, après de nombreuses années de conservation, et que les propriétés barrières ont pu changer au fil du temps. Néanmoins, les données obtenues montrent clairement que le transfert d'oxygène, au niveau de l'interface entre le bouchon et le goulot, est toujours plus élevé que le transfert par le bouchon seul. Dans ce cas, l'oxydation du vin n'est donc pas due à une mauvaise propriété barrière du liège, mais à un transfert incontrôlé d'oxygène au niveau de l'interface, comme cela fut déjà envisagé dans une étude réalisée en laboratoire sur un ensemble statistiquement représentatif d'échantillons en liège naturel insérés ou non dans un goulot de bouteille⁶.

■ Conclusions et perspectives

Nos résultats ont révélé que la résistance à l'oxydation d'un vin pendant le vieillissement en bouteille peut être modulée par un apport prononcé d'oxygène au niveau de l'interface entre le bouchon en liège et le goulot en verre, indépendamment de la propriété barrière intrinsèque de

l'obturateur (les quatre bouchons présentant, dans cette étude de cas, des valeurs similaires). D'un point de vue pratique, ces résultats incitent à approfondir le rôle des traitements de surface des obturateurs, ainsi que l'effet de leur masse volumique et de leurs propriétés mécaniques, mais également de la qualité de la mise en bouteille (procédé d'obturation). En outre, le rôle du goulot de verre (dimension ou encore propriétés de surface) reste encore à explorer. Ainsi, en prenant en considération le fait que plusieurs autres facteurs peuvent contribuer à la stabilité oxydative d'un vin (effet matrice lié au métabolisme de la vigne en lien avec les conditions environnementales au vignoble, à l'évolution des pratiques de vinification telles que la réduction du taux de SO₂...), une telle enquête multidisciplinaire devrait être étendue à un nombre supérieur d'échantillons, afin de pouvoir hiérarchiser les facteurs contributifs. ■

Thomas Karbowiak¹, Julie Chanut^{1,2}, Kevin Crouvisier-Urien^{1,2}, Aurélie Lagorce^{1,2}, Jordi Ballester³, André Geoffroy, Chloé Roullier-Gall^{1,3}, Régis D. Gougeon^{1,3}, Philippe Schmitt-Kopplin⁴, Jean-Pierre Bellat²

1 Université Bourgogne Franche-Comté, AgroSup Dijon, UMR PAM, 1 Esplanade Erasme, 21000 Dijon, France
 2 Université Bourgogne Franche-Comté, Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne, UMR 6303 CNRS, 9 Avenue Alain Savary, 21000 Dijon, France
 3 Université Bourgogne Franche-Comté, Institut Universitaire de la Vigne et du Vin, 1 rue Claude Ladrey, 21000 Dijon, France
 4 Research Unit Analytical BioGeoChemistry, Department of Environmental Sciences, Helmholtz Zentrum München, Ingolstaedter Landstr. 1, 85764 Neuherberg, Germany

- 1 Karbowiak T., Crouvisier Urien K., Lagorce A., Ballester J., Geoffroy A., Roullier-Gall C., Chanut J., Gougeon R., Schmitt-Kopplin P. & Bellat J.-P. (2019) Wine aging: a bottleneck story, *Nature - Science of Food* 3. <https://doi.org/10.1038/s41538-019-0045-9>
- 2 Crouvisier-Urien K., Bellat J.-P., Gougeon R.D. & Karbowiak T. (2018) Gas transfer through wine closures: a critical review. *Trends in Food Science and Technology* 78, 255-269. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.05.021>
- 3 Jeandet P., Heinzmann S., Roullier Gall C., Cilindre C., Aron A., Deville M.-A., Moritz F., Karbowiak T., Demarville D., Brun C., Moreau F., Michalke B., Liger-Belair G., Witting M., Lucio M., Steyer D., Gougeon R. & Schmitt-Kopplin P. (2015) Chemical messages in 170-year-old champagne bottles from the Baltic Sea: Revealing tastes from the past. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the USA* 112, 5893-5898. <https://doi.org/10.1073/pnas.1500783112>
- 4 Romanet, R., Bahut, F., Nikolantonaki, M., & Gougeon, R. D. (2020). Molecular characterization of white wines antioxidant metabolome by Ultra High Performance Liquid Chromatography High-Resolution Mass Spectrometry. *Antioxidants* 9, 115. <https://doi.org/10.3390/antiox9020115>
- 5 Chanut J., Lagorce A., Lequin S., Gougeon R., Simon J.-M., Bellat J.-P. & Karbowiak T. (2021). Fast manometric method for determining the oxygen diffusion coefficient through wine stopper. *Polymer Testing* 93, 106924. <https://doi.org/10.1016/j.polymer-testing.2020.106924>
- 6 Lagorce-Tachon A., Karbowiak T., Paulin C., Simon J.-M., Gougeon R. & Bellat J.-P. (2016) About the role of the bottleneck/cork interface on oxygen transfer. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 64, 6672-6675. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.6b02465>
- 7 Chanut J., Bellat J.-P., Gougeon R. & Karbowiak T. (2021) Controlled diffusion by thin layer coating: the intricate case of the glass-stopper interface. *Food Control* 120, 107446.