

I - INTRODUCTION

Le Fer Servadou est un cépage rouge d'implantation essentiellement midi-pyrénéenne. L'arôme de ses vins varie selon la maturité de la récolte, évoluant ainsi des odeurs végétales aux arômes de fruits rouges, plus particulièrement le cassis. Ses caractéristiques aromatiques sont originales et non dénuées d'intérêt dans un marché dominé par une uniformisation des caractéristiques organoleptiques des vins produits à partir de quelques cépages "ubiquistes" à forte notoriété (Cabernet-Sauvignon, Merlot, Syrah, Pinot Noir... en rouge et Chardonnay, Sauvignon, Chenin en blanc). Malgré cela, le Fer Servadou est cultivé et vinifié selon des techniques encore largement empreintes d'empirisme ne permettant pas toujours de valoriser le potentiel aromatique de ce cépage.

Aujourd'hui, la filière viticole exprime la volonté de se démarquer et de miser sur des produits typés. Pour répondre à cette attente, le Centre Technique Interprofessionnel de la Vigne et du Vin (ITV) met en œuvre un programme de recherche dont l'objectif est d'évaluer et de maîtriser les caractéristiques aromatiques développées par le Fer Servadou. Le fruit de cette recherche est d'apporter aux professionnels les outils nécessaires à la gestion et à la valorisation de leur production.

La connaissance approfondie des arômes caractéristiques des vins de Fer Servadou, qu'ils soient considérés comme défauts ou qualités, est nécessaire pour cerner, comprendre et piloter les facteurs climatiques, agronomiques et viticoles. Citons, par exemple, l'incidence des facteurs suivants :

- l'éclairement des grappes (température, rayonnement lumineux)
- le type de sol (alimentation hydrique et minérale, stressante ou non limitante)
- le matériel végétal (porte-greffe, clone...)

Pour acquérir ces connaissances, l'ITV France et la Station régionale Midi-pyrénées ont entamé une collaboration avec des laboratoires de recherche en Chimie Analytique. L'essence de cette collaboration est de mettre au point des méthodes d'analyses capables de repérer, identifier et quantifier **des molécules typiques du cépage appelées les arômes**. Ces composés sont considérés comme des traceurs de qualité quand leurs teneurs sont dépendantes de l'environnement, des pratiques culturales et œnologiques.

Dans le cadre de ce travail, l'étude analytique entreprise sur le Fer Servadou a été dirigée sur deux marqueurs de qualité, un négatif (l'arôme poivron vert) et un positif (l'arôme cassis).

Ces dosages permettront d'affiner l'étude des facteurs influençant la teneur de ces composants essentiels, en confortant les résultats issus des dégustations.

1.1 - Un arôme végétal : le poivron vert

Un dosage avantageux de l'IBMP

La 3-isobutyl-2-méthoxypyrazine (IBMP) a été identifiée en 1975 par Bayonove (Bayonove, Cordonnier et al. 1975) (cf. Figure 6).

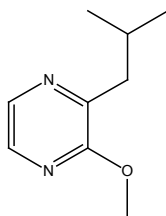


Figure 6 : 3-isobutyl-2-méthoxypyrazine

Cette molécule a une odeur très caractéristique de **poivron vert**, mais aussi de « moisi », « terreux » ou « vert ». Elle est présente dans de nombreux légumes (pois vert, betterave, asperge, concombre, laitue...) et dans les raisins de certains cépages comme le Cabernet-Sauvignon et le Sauvignon blanc. L'IBMP est présente à des teneurs allant de 6 à 38 ng/L pour les vins et de 6 à 79 ng/L pour les jus de raisins. Son seuil de perception est de 2 ng/L dans l'eau et de 15 ng/L dans les vins. Comme le Fer Servadou appartient à la même famille ampélographique que le Cabernet-Sauvignon, des dosages ont été réalisés sur l'initiative de l'ITV sur des vins issus de ce cépage. Les résultats ont confirmé que ce cépage est riche en IBMP.

Une méthode d'analyse de l'IBMP simple à mettre en œuvre et rapide a été mise au point. Ce dosage s'appuie sur une extraction par SPME (solid phase micro extraction) suivie d'une analyse par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse.

L'extraction se fait à l'aide d'une fibre en silice fondue imprégnée d'un polymère en polydiméthylsiloxane-divinylbenzène. La fibre est exposée dans la phase gazeuse surmontant l'échantillon de vin. Les analytes viennent s'y adsorber selon leur affinité. Une fois l'étape d'adsorption terminée, la fibre est alors introduite directement dans l'injecteur du chromatographe, où les composés sont désorbés sous l'effet de la chaleur. En pratique, la fibre est conservée dans une seringue maintenue elle-même dans un support (cf. figure 2).

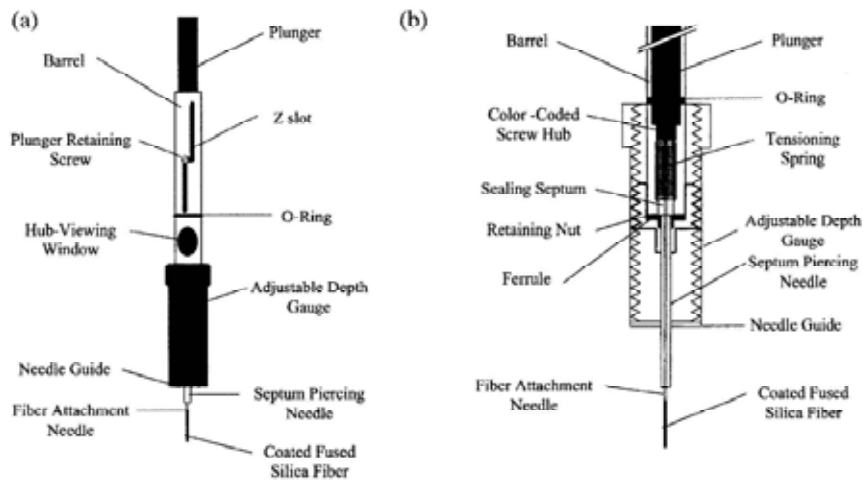


Figure 2 : Schéma d'un support de fibre SPME

Cette technique d'extraction allie de nombreux avantages : quantité d'échantillon minimale, simplicité de mise en œuvre, pas d'utilisation de solvants, gain de temps, automatisation possible. L'optimisation des conditions d'extraction s'est faite facilement et rapidement par l'emploi des plans d'expériences (19 essais).

La méthode de dosage est suffisamment sensible (2 ng/L) puisqu'elle est très en dessous de la limite de perception de l'IBMP dans le vin. Cette méthode de dosage a une répétabilité (CV < 8 %) cohérente avec les attentes de l'ITV.

La méthode de dosage de l'IBMP peut être utilisée comme un outil d'interprétation de l'efficacité des travaux en vert mais aussi d'étude de l'évolution de la teneur en IBMP au cours de la maturité dans le Fer Servadou. Elle peut également permettre de cartographier les parcelles et d'étudier leur potentiel en IBMP en fonction de l'implantation du cépage.

Des jus de raisins des vendanges de cette année ont pu être analysés. L'utilisation d'un passeur automatique nous a permis d'avoir une cadence de 18 échantillons par jour, si bien que la campagne d'analyse s'est déroulée sur une semaine et demie. De la même manière le dosage des vins est en cours. Les résultats seront développés dans la partie « Approche Technologique ».

1.2 - Un arôme fruité : Le cassis

La note à rechercher

Les travaux, effectués par Didier Fort (2001) et par Flora Dias (2002) pour l'ITV, ont permis de rassembler un grand nombre d'informations très pertinentes sur les arômes présents dans le Fer Servadou et plus précisément sur l'arôme cassis. Ces études sensorielles ont permis d'établir une liste de 11 descripteurs caractéristiques de ce cépage :

- ✓ poivron vert
- ✓ piquant
- ✓ lacté
- ✓ renfermé
- ✓ végétal vert
- ✓ noix, noisette, amande
- ✓ sucré
- ✓ torréfié

- ✓ fruits rouges
- ✓ fraise

- ✓ cassis

Parmi ces descripteurs, nous avons choisi de nous intéresser au 'cassis', note intéressante à développer et typique du Fer Servadou. Actuellement dans le Fer Servadou et ses 'cousins', aucune molécule n'a été associée à ce descripteur. Cependant, le descripteur cassis est cité dans des analyses sensorielles par GC-Olfactométrie dans des vins : Aubry le mentionne dans son étude sur le Pinot noir de Bourgogne (Aubry 1999). Il fait aussi partie des descripteurs cités pour décrire le Merlot et le Cabernet-Sauvignon (Kotseridis, Razungles et al. 2000). La recherche bibliographique nous a permis de dresser une liste de composés associés à l'odeur de cassis. Nous cherchons à mettre en évidence un de ces composés ou à identifier un ou plusieurs composés sentant le cassis. Les matrices étudiées sont des vins, du ratafia et de la crème de cassis. Sur ces matrices, nous avons réalisé une extraction liquide-liquide au dichlorométhane afin d'extraire un maximum de composés. Les extraits obtenus sont analysés par différentes méthodes chromatographiques (GC-O, GC-MS...).

Dans un premier temps, nous utilisons un couplage spécifique la chromatographie en phase gazeuse couplée à un olfactomètre. L'originalité de ce couplage repose sur l'alliance entre le pouvoir de réparation d'une colonne capillaire et la sensibilité de l'odorat chez l'homme. Grâce à ces analyses, nous obtenons des aromagrammes reportant des descripteurs d'odeurs en fonction du temps.

Six expérimentateurs du Laboratoire de Contrôle et des œnologues de l'Institut Technique du Vin de Gaillac ont effectué ces séances de flairage.

Sur les aromagrammes obtenus, deux zones odorantes correspondant au cassis ont été déterminées. L'étude de la première zone a été entreprise. Rapidement, nous avons identifié un composé l'éthyl vanillate qui n'est pas responsable de l'odeur de cassis, mais qui nous servira de repère puisqu'il est proche de cette zone. Ensuite, l'étude plus précise de cette zone a été réalisée. Les expériences olfactives ont été menées sur cinq extraits de vin. Pour chaque extrait, plusieurs analyses ont été effectuées pour vérifier si les deux arômes caractéristiques de cette zone, cassis ou fleuri (descripteur de l'éthyl vanillate) sont présents dans les extraits.

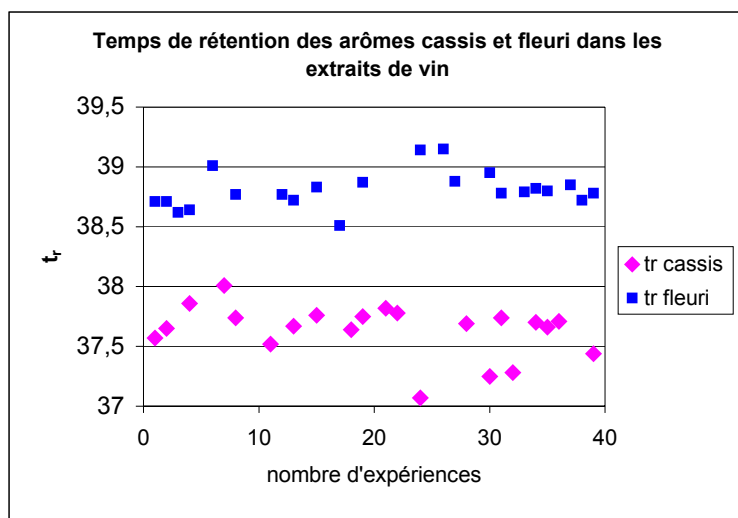


Diagramme 1 : résultats des séances de flairage

Nous pouvons observer sur le diagramme 1 deux zones bien distinctes, la première comporte l'arôme cassis et la seconde, l'arôme fleuri. Nous pouvons constater que l'arôme cassis est présent dans tous les extraits ainsi que l'éthyl vanillate. Ces analyses GC-O ont permis de situer le massif de pics où se trouve la(les) molécule(s) correspondant à l'arôme cassis. Le but de l'étape suivante est d'identifier les molécules qui sont dans cette zone. Des analyses GC-MS, sur les mêmes extraits, ont permis de repérer quatre molécules dans la zone cassis en utilisant comme repère, sur les chromatogrammes, l'éthyl vanillate. L'identification de ces pics est en cours.

II - PERSPECTIVES

De nouvelles analyses GC-O et GC-MS, avec un autre type de colonne, sont prévues pour compléter les résultats obtenus. Des essais d'extraction du type SPME sont aussi prévus pour voir si cette extraction est plus sélective que l'extraction liquide-liquide précédemment.

BIBLIOGRAPHIE

"Improving headspace solid-phase microextraction of 3-isobutyl-2-methoxypyrazine by experimental design with regard to stable isotope dilution gas chromatography-mass spectrometry analysis in wine"

Prouteau, C., Schneider, R., Lucchese, Y., Nepveu, F., Renard, R. and Vaca-Garcia, C.

Prouteau et al. « Utilisation des plans d'expériences pour l'optimisation de l'extraction par HS-SPME d'un constituant du vin ». Chimométrie 2001(Paris)

Prouteau et al. « Analysis of 3-isobutyl-2-methoxypyrazine by SPME and stable isotope dilution assay in vitis vinifera L. CV Fer servadou wines ». In *Vino Analytica Scientia* 2003 (Aveiro Portugal)