

Etude du profil aromatique de vins de cépage Chardonnay en relation avec la contrainte azotée des sols viticoles

Présenté par Danaé Falesse

Promoteurs : Prof. Bruno Delvaux (UCL/ELI/ELIE)
Prof. Sonia Collin (UCL/ELI/ELIM/INBR)

Lecteurs : Laura Decourrière (Ph. D. student UCL/ELI/ELIM/INBR)
Ir. Vincent Dienst (Œnologue)

Mémoire de fin d'études présenté en vue de l'obtention
du diplôme de **Bioingénieur : sciences agronomiques**

Remerciements

Au terme de ce mémoire, clôturant ces cinq années d'études, je voudrais remercier différentes personnes qui m'ont aidée, soutenue et instruite durant l'élaboration de ce travail.

Avant toutes choses, mes remerciements principaux s'adressent à mes deux promoteurs, les professeurs Delvaux et Collin. Pr Delvaux, merci pour les nombreuses heures consacrées à notre travail de terrain qui m'ont permis de me familiariser avec la pédologie, pour la confiance que vous m'avez donnée et pour votre disponibilité. Pr Collin, merci pour les corrections ainsi que les remarques pertinentes et pour la découverte de cette partie plus « chimique » de mon mémoire qui m'a énormément passionnée. Merci à tous les deux d'avoir fait naître en moi une passion pour la vigne et le vin et de m'avoir permis de travailler sur un sujet si passionnant.

Merci également à Laura Decourrière qui a suivi mon travail et m'a encadrée tout au long de l'année. Je te remercie pour les nombreuses explications, relectures et conseils. Je pense que l'exigence que tu as eue envers moi m'a permis de fournir le meilleur de moi-même.

Mes remerciements s'adressent également aux membres des laboratoires SOL et INBR et particulièrement à Claudine Givron et Anne Iserentant qui ont toujours été disponibles pour m'expliquer les différentes manipulations réalisées au laboratoire SOL. Merci également aux techniciens, doctorants et mémorants des différents laboratoires. Merci à Sébastien François de nous avoir accompagnés sur le terrain que ce soit sous le soleil italien ou sous la « drache » belge. Ta bonne humeur et ton enthousiasme ont rendu ces moments très agréables. Merci à Xavier Draye pour ses précieux rappels dans le domaine des statistiques. Je remercie également Olivier Imbrecht et Thibaut Cugnon pour leurs conseils lors de la réalisation de l'expérience portant sur l'azote potentiellement minéralisable.

Je tiens également à remercier les différents vignobles pour l'accès à leurs parcelles et à leurs échantillons de moût et de vin qui ont permis la réalisation des différentes expériences. Merci en particulier à Vincent Dienst pour ta présence lors des prélèvements de sols et tes nombreux conseils, à Benoît Heggen pour votre disponibilité et vos réponses à mes nombreuses questions et à Lucas Avenanti et sa famille pour l'accueil extraordinaire que nous avons reçu lors de notre séjour en Italie.

Merci à mes deux lecteurs cités précédemment, Laura et Vincent, d'avoir consacré du temps à la lecture et à l'évaluation de ce travail.

Ma gratitude s'adresse également à mes parents. Durant cinq ans, vous m'avez soutenue, encouragée et surtout... supportée. Merci, maman, pour la relecture de ce mémoire et merci, papa, de m'avoir transmis cette passion pour le vin. Un immense merci également à mes cokoteurs du « Supportkot » qui ont su me changer les idées entre deux pages de mémoire et qui m'ont encouragée dans les moments de travail intense. Finalement et pas des moindres, merci à mes chères amies les « birettes », toujours présentes, pour se détendre comme pour aller en bibliothèque. Merci d'avoir rendu ces cinq années universitaires inoubliables.

Table des matières

Liste des figures	iv
Liste des tableaux	xi
Liste des abréviations	xiv
Introduction	xvi
1. Revue de la littérature.....	1
1.1 Le matériel végétal	1
1.2 Le cycle de production de la vigne	2
1.3 Le concept de terroir.....	4
1.4 L'azote.....	9
1.5 Le processus de vinification des vins blancs	15
1.6 La composition des raisins et du vin	20
1.7 Les familles aromatiques du vin.....	32
2. Matériel et méthodes - Partie sol.....	39
2.1 Description des cépages sélectionnés	39
2.2 Description des vignobles sélectionnés	40
2.3 Expériences réalisées.....	44
2.4 Analyses statistiques.....	49
3. Matériel et méthodes - Partie INBR	54
3.1 Échantillonnage du moût et des vins	54
3.2 Conservation et stockage des échantillons du moût et des vins	54
3.3 Questionnaire pour les vignerons	54
3.4 Analyse sensorielle.....	54
3.5 Analyses de bases sur moût et vin	55
3.6 Extraction d'arômes.....	61
3.7 Appareillage utilisé.....	66
3.8 Identification des composés.....	70
3.9 Quantification des composés	72
4. Résultats et discussion - Partie sol.....	73
4.1 Indice héliothermique de Huglin pour les années 2015, 2016 et 2017 des trois domaines viticoles étudiés.....	73
4.2 Explication générale des résultats.....	74
4.3 pH _{H2O} , pH _{KCl} et différence de pH pour les quatre parcelles d'étude.....	74
4.4 Matière organique (MO).....	77
4.5 Carbone organique (C _{org}).....	79
4.6 Carbone total (C _{tot})	80

4.7	Azote total (N_{tot})	82
4.8	Rapport C/N.....	83
4.9	Potentiel de minéralisation azotée	85
4.10	Respirométrie	85
5.	Résultats et discussion - Partie INBR	90
5.1	Analyses de base sur moûts et vins	90
5.2	Extraction d'arômes.....	93
5.3	Analyses sensorielles des échantillons des vins de Chardonnay 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.....	125
5.4	Détection du DMS dans les échantillons de moût 2017 et de vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.....	130
6.	Discussion commune	133
6.1.	Lien entre les teneurs en azote assimilable des moûts des quatre parcelles d'étude et les propriétés physico-chimiques et biologiques des sols	133
6.2.	Ajout d'azote et de levures dans les moûts du domaine des Marnières	136
6.3.	Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et les alcools supérieurs retrouvés dans les vins 2015, 2016 et 2017	136
6.4.	Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et les esters retrouvés dans les vins 2015, 2016 et 2017	137
6.5.	Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et les terpénoïdes retrouvés dans les vins 2015, 2016 et 2017	138
6.6.	Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et les cétones et aldéhydes retrouvés dans les vins 2015, 2016 et 2017	139
6.7.	Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et les acides retrouvés dans les vins 2015, 2016 et 2017	139
6.8.	Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et le DMS retrouvé dans les vins 2015, 2016 et 2017	140
7.	Conclusion	141
8.	Annexes.....	I
I.	Annexe I	I
II.	Annexe II.....	XII
III.	Annexe III.....	XV
IV.	Annexe IV	XVIII
V.	Annexe V	XXVII
VI.	Annexe VI	XXX
VII.	Annexe VII	XLI
VIII.	Annexe VIII.....	XLV
IX.	Annexe IX	XLVIII
	Références bibliographiques	LIV

Liste des figures

Figure 1.1-1. Taxonomie de la vigne d'après Galet, 2001.	xi
Figure 1.2-1. Le cycle reproducteur et végétatif de la vigne d'après Galet, 2001.....	3
Figure 1.3-1. Distribution de la taille des particules selon le système U.S.D.A (White, 2003).	7
Figure 1.4-1. Diagramme des principaux sources et puits d'azote, du vignoble au vin final d'après Bell et Henschke, 2005.	10
Figure 1.4-2. Réactions de nitrification.....	10
Figure 1.4-3. Le cycle de l'azote du sol (Delmelle et al., 2018).	11
Figure 1.4-4. L'absorption de l'azote par la vigne.	12
Figure 1.5-1. Les sulfites dans le vin (Delanoë et al.,2001).	16
Figure 1.5-2. Structure de l'acétaldéhyde.....	16
Figure 1.5-3. Structure du D-glucose, du D-fructose, du D-galactose et de l'éthanol.	17
Figure 1.5-4. Les étapes de la fermentation alcoolique (Navarre et Langlade, 2002).	18
Figure 1.5-5. Structure de l'acide pyruvique.....	18
Figure 1.5-6. La fermentation malolactique.	19
Figure 1.5-7. Structures de l'acide citrique, de l'acide acétique, du 2,3-butanediol, de l'acétoïne et du diacétyl.	19
Figure 1.6-1. Représentation schématique d'une baie de raisin.	20
Figure 1.6-2. Structure du saccharose et de l'amidon.	20
Figure 1.6-3. Structure du L-arabinose, du D-xylose et du D-rhamnose.	21
Figure 1.6-4. Corrélation entre la contrainte hydrique évaluée par le potentiel de la tige à maturité (Mpa) et la concentration en sucres réducteurs (g/L) (Tregoat et al., 2002).	21
Figure 1.6-5. Structure de l'acide L-malique et de l'acide L-tartrique.....	23
Figure 1.6-6. Évolution de la concentration en acides organiques de la baie de raisin au cours du temps (Terrier et al., 2001).	24
Figure 1.6-7. Structure du tartrate.	24
Figure 1.6-8. Structure de l'acide succinique, de l'acide fumarique et de l'acide oxaloacétique.	25
Figure 1.6-9. Structures des formes majoritaires de l'azote dans les moûts.	25
Figure 1.6-10. Structure de la proline, de la méthionine, de la cystéine, du sulfure d'hydrogène, du carbamate d'éthyle, de l'urée et de l'arginine.....	27
Figure 1.6-11. Structure de l'acétate de 2- phényléthanol et du 2-phényléthanol.....	28
Figure 1.6-12. Production d'ester d'un Chardonnay fermenté au moyen de deux sources d'azote différentes d'après Lallemand, 2015.	28
Figure 1.6-13. Évolution des principaux éléments minéraux d'un cépage de type Riesling. (Deloire, 2007).	30
Figure 1.7-1. La voie d'Ehrlich (Hazelwood et al., 2008).	32
Figure 1.7-2. Structures des acides aminés (valine, isoleucine et leucine) et des alcools supérieurs correspondants (alcool isobutyrique, alcool amylique, alcool isoamylique).	32
Figure 1.7-3. Structure du lactate d'éthyle	33
Figure 1.7-4. Structures de l'octanoate d'éthyle, du décanoate d'éthyle et de l'acétate d'éthyle	33
Figure 1.7-5. Les étapes principales de la réaction de Maillard (Machiels et Istasse, 2002).	34
Figure 1.7-6. Structures de composés soufrés aux odeurs nauséabondes : le méthanthiol, l'éthanthiol et le méthionol.....	35
Figure 1.7-7. Structures de l'acide propanoïque et de l'acide butanoïque.	35
Figure 1.7-8. Structures de l'isopentényl pyrophosphate et du diméthylallyl pyrophosphate.	36
Figure 1.7-9. Structures du linalol, du géraniol, du nérol, de l' α -terpinéol, de l'hotriénol et de l'eucalyptol.....	37
Figure 1.7-10. Formation des lactones à partir des acides hydroxylés (Dufossé et al., 1994).	38

Figure 1.7-11. Structure du sotolon.....	38
Figure 1.7-12. Structure des quatre stéréoisomères de la whisky lactone.....	38
Figure 2.2-1. Situation géographique de la parcelle d'étude du domaine des Marnières.....	41
Figure 2.2-2. Situation géographique des parcelles d'étude du domaine de Terracuda.....	43
Figure 2.3-1. Fonctionnement de l'analyseur élémentaire VARIO EL Cube d'ELEMENTAR.....	45
Figure 2.3-2. Dispositif expérimental utilisé pour l'expérience de respirométrie.....	47
Figure 3.5-1. Réaction de transformation de l'acide L-malique en L-aspartate.....	59
Figure 3.6-1. Schéma détaillé du dispositif SAFE.....	62
Figure 3.6-2. Extraction des thiols en utilisant l'acide p-hydroxymereubenzoiique comme agent sélectif de dérivatisation repris de (Bauer et al., 2010).....	63
Figure 3.7-1. Représentation schématique d'un appareillage GC-MS.....	66
Figure 3.7-2. Gradient de température du four GC.....	70
Figure 3.7-3. Gradient de température utilisé pour la détection du DMS.....	70
Figure 3.9-1. Droite de calibration.....	72
Figure 4.3-1. Valeurs moyennes et écarts-types du $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	75
Figure 4.3-2. Valeurs moyennes et écarts-types du pH_{KCl} à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	76
Figure 4.4-1. Valeurs moyennes et écarts-types de la teneur en MO mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	78
Figure 4.5-1. Valeurs moyennes et écarts-types de la teneur en C_{org} mesurée à une profondeur de prélèvement (A 0-10 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	80
Figure 4.6-1. Valeurs moyennes et écarts-types de la teneur en C_{tot} mesurée à deux profondeurs de prélèvement (A 0-10 cm et B 10-20cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	81
Figure 4.7-1. Valeurs moyennes et écarts-types de la teneur en N_{tot} mesurée à deux profondeurs de prélèvement (A 0-10 cm et B 10-20cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	82
Figure 4.8-1. Valeurs moyennes et écarts-types du rapport C/N calculé à deux profondeurs de prélèvement (A 0-10 cm et B 10-20cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	84
Figure 4.10-1. Émission de CO_2 par gramme de sol sec en fonction du temps pour la profondeur A (0-10) cm des parcelles du « vignoble A », des Marnières, Pianelli et Gilberto.....	86
Figure 4.10-2. Émission de CO_2 par gramme de C_{org} en fonction du temps pour la profondeur A (0-10) cm des parcelles du « vignoble A », des Marnières, Pianelli et Gilberto.....	87
Figure 5.2-1. Concentrations (obtenues en mode SIM) du 3-méthylbutan-1-ol au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert...	95
Figure 5.2-2. Concentrations (obtenues en mode full scan) de l'acétylacétone au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert..	100
Figure 5.2-3. Concentrations (obtenues en mode SIM) du phénylacétaldéhyde au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert...	104
Figure 5.2-4. Concentration du nonanal (obtenue en mode full scan) au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.....	105
Figure 5.2-5. Concentration (obtenue en mode full scan) de l'hex-2-enal au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert..	105
Figure 5.2-6. Concentrations (obtenues en mode SIM) du butanoate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert..	106

Figure 5.2-7. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'isobutyrate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	106
Figure 5.2-8. Concentrations (obtenues en mode SIM) de du lactate d'éthyle –(S) au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	107
Figure 5.2-9. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'hexanoate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	107
Figure 5.2-10. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'octanoate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	107
Figure 5.2-11. Concentrations (obtenues en mode SIM) du décanoate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	108
Figure 5.2-12. Concentrations (obtenues en mode full scan) du 2-phénylacétate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	108
Figure 5.2-13. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'acétate de 3-méthylbutyl au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	112
Figure 5.2-14. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'acide hexanoïque au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	115
Figure 5.2-15. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'acide octanoïque au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	115
Figure 5.2-16. Concentrations (obtenues en mode full scan) de l'acide décanoïque au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	116
Figure 5.2-17. Concentrations (obtenues en mode full scan) du 2-acétylfurane au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	119
Figure 5.2-18. Concentrations (obtenues en mode SIM) du linalol au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	121
Figure 5.2-19. Concentrations (obtenues en mode full scan) de la (E)-whisky lactone au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.	123
Figure 5.3-1. Chromatogramme de l'extrait du vin 2016 du domaine des Marnières obtenu grâce à la technique pHMB.	129
Figure 5.3-2. Partie de chromatogramme de l'extrait du vin 2016 du domaine des Marnières obtenu grâce à la technique pHMB contenant une succession de pics anormaux.	131
Figure 5.4-1. Superposition des chromatogrammes de l'analyse du DMS au sein d'un échantillon de vin 2015 du domaine des Marnières et du standard analytique du DMS de référence. L'injection de 1 ppm de standard est représentée par la ligne noire et l'extrait de vin 2015 est en rose.	131
Figure 5.4-2. Superposition des chromatogrammes de l'analyse du DMS au sein d'un échantillon de vin 2016 du domaine des Marnières et du standard analytique du DMS de référence. L'injection de 1 ppm de standard est représentée par la ligne noire et l'extrait de vin 2015 est en rose.	131
Figure 5.4-3. Superposition des chromatogrammes de l'analyse du DMS au sein d'un échantillon de moût 2017 du domaine des Marnières et du standard analytique du DMS de référence. L'injection de 1 ppm de standard est représentée par la ligne noire et l'extrait de moût 2017 est en rose.	131
Figure 5.4-4. Superposition des chromatogrammes de l'analyse du DMS au sein d'un échantillon de vin 2017 du domaine des Marnières et du standard analytique du DMS de référence. L'injection de 1 ppm de standard est représentée par la ligne noire et l'extrait de vin 2017 est en rose.	131
Figure 6.1-1. Précipitations mensuelles cumulées pour les années 2015, 2016 et 2017 obtenues à la station de Pergola.	134
Figure I-1. Profil du point A du vignoble A.	I
Figure I-2. Profil du point B du vignoble A.	II
Figure I-3. Profil du point C du vignoble A.	III
Figure I-4. Profil du point D du vignoble A.	IV

Figure I-5. Profil du point E du vignoble A.	IV
Figure I-6. Profil du point A des Marnières.	V
Figure I-7. Profil du point C des Marnières.	VI
Figure I-8. Profil du point D des Marnières.	VII
Figure I-9. Profil du point F des Marnières.	VIII
Figure VI-1. Droite de calibration du butan-1-ol.	XXX
Figure VI-2. Droite de calibration du 3-méthylbutan-1-ol.	XXX
Figure VI-3. Droite de calibration du 2-méthylbutan-1-ol.	XXX
Figure VI-4. Droite de calibration du pentan-1-ol.	XXX
Figure VI-5. Droite de calibration du (Z)-hex-3-en-1-ol.	XXXI
Figure VI-6. Droite de calibration de l'hexan-1-ol.	XXXI
Figure VI-7. Droite de calibration de l'alcool benzylique.	XXXI
Figure VI-8. Droite de calibration du trans-2-hexen-1-ol.	XXXI
Figure VI-9. Droite de calibration du 2-phényléthanol.	XXXI
Figure VI-10. Droite de calibration de l'oct-1-en-3-ol.	XXXI
Figure VI-11. Droite de calibration du 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one.	XXXII
Figure VI-12. Droite de calibration de l'acétoïne.	XXXII
Figure VI-13. Droite de calibration de l'acétylacétone.	XXXII
Figure VI-14. Droite de calibration du benzaldéhyde.	XXXIII
Figure VI-15. Droite de calibration de l'hexanal.	XXXIII
Figure VI-16. Droite de calibration de l'(E)-hex-2-enal.	XXXIII
Figure VI-17. Droite de calibration du dodécanal.	XXXIII
Figure VI-18. Droite de calibration du nonanal.	XXXIII
Figure VI-19. Droite de calibration du propanoate d'éthyle.	XXXIV
Figure VI-20. Droite de calibration de l'isobutyrate d'éthyle.	XXXIV
Figure VI-21. Droite de calibration du butanoate d'éthyle.	XXXIV
Figure VI-22. Droite de calibration du 2-hydroxy-4-méthylpentanoate d'éthyle.	XXXIV
Figure VI-23. Droite de calibration de l'acétate d'éthyle-(S).	XXXIV
Figure VI-24. Droite de calibration de l'octanoate d'éthyle.	XXXIV
Figure VI-25. Droite de calibration du 3 hydroxy butyrate d'éthyle.	XXXV
Figure VI-26. Droite de calibration du malate de diéthyle.	XXXV
Figure VI-27. Droite de calibration du décanoate d'éthyle.	XXXV
Figure VI-28. Droite de calibration du succinate de diéthyle.	XXXV
Figure VI-29. Droite de calibration du pyruvate d'éthyle.	XXXV
Figure VI-30. Droite de calibration du dodécanoate d'éthyle.	XXXV
Figure VI-31. Droite de calibration du succinate de monoéthyle.	XXXVI
Figure VI-32. Droite de calibration de l'hexanoate d'éthyle.	XXXVI
Figure VI-33. Droite de calibration du phénylacétate d'éthyle.	XXXVI
Figure VI-34. Droite de calibration de l'acétate de 3-méthylbutyl.	XXXVII
Figure VI-35. Droite de calibration du 2-méthylpropyl acétate.	XXXVII
Figure VI-36. Droite de calibration de l'acétate de propyl.	XXXVII
Figure VI-37. Droite de calibration de l'acétate de 2-méthylbutyl.	XXXVII
Figure VI-38. Droite de calibration de l'acide butanoïque.	XXXVIII
Figure VI-39. Droite de calibration de l'acide 3-méthylbutanoïque.	XXXVIII
Figure VI-40. Droite de calibration de l'acide 2-méthylbutanoïque.	XXXVIII
Figure VI-41. Droite de calibration de l'acide décanoïque.	XXXVIII
Figure VI-42. Droite de calibration de l'acide heptanoïque.	XXXVIII
Figure VI-43. Droite de calibration de l'acide octanoïque.	XXXVIII
Figure VI-44. Droite de calibration de l'acide nonanoïque.	XXXIX
Figure VI-45. Droite de calibration de l'acide hexanoïque.	XXXIX
Figure VI-46. Droite de calibration du furfural.	XXXIX

Figure VI-47. Droite de calibration du 2-furanméthanol.	XXXIX
Figure VI-48. Droite de calibration du 2-acétylfurane.	XXXIX
Figure VI-49. Droite de calibration du 5-méthylfurfural.	XXXIX
Figure VI-50. Droite de calibration du linalol.	XL
Figure VI-51. Droite de calibration du 1-méthylpyrrole-2-carboxaldehyde.	XL
Figure IX-1. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de moût 2017 du domaine des Marnières – mode full scan. (1) Butan-1-ol, (2) 3,3-Diméthyl-2,4-pentanedione, (3) 4-Méthylheptan-3-one, (4) Cyclopentanol, (5) 3-Hydroxybutan-2-one (acétoïne), (6) 3-Méthylcyclopent-2-en-1-one, (7) 3-Méthylbutan-1-ol, (8) 2-Méthylbutan-1-ol, (9) Pentan-1-ol, (10) (E)-Pent-2-en-1-ol, (11) 2,3-Diméthylbutan-1-ol, (12) Pentane-2,4-dione (acétylacétone), (13) Hexanal, (14) 3-Méthylbutyraldehyde oxime, (15) 4-Hydroxy-4-méthylpentan-2-one, (16) Hex-2-enal, (17) (E)-Hex-3-en-1-ol, (18) (Z)-Hex-3-en-1-ol, (19) (E)-Hex-2-en-1-ol, (20) Hexan-1-ol, (21) Acide 4-hydroxybutanoïque, (22) 2-Méthylcyclopentan-1-one, (23) Décanal, (24) 1,1,2,2-Tétrachloroéthane, (25) Hexyl prop-1-en-2-yl carbonate, (26) 3,4,5,5-Tétraméthylcyclopent-2-en-1-one, (27) 4-Méthylheptan-2-one, (28) 2-(Hydroxyméthyl)cyclohexan-1-one, (29) 2-Dodecyloxyrane, (30) Benzaldéhyde, (31) Acide hexanoïque, (32) Sec-butyl nitrite, (33) Oct-1-en-3-ol, (34) 2,4,6-Triméthylpyridine, (35) Acétate de tridecan-3-yl, (36) 2,4-Diméthylcyclohexan-1-ol, (37) Acide hex-2-énoïque, (38) Acétate de (E)-hex-2-enyl, (39) 2,6-Diméthylundecane, (40) 5-Ethenyl-5-méthylloxolan-2-one, (41) 1-Méthyl-6,7-dioxabicyclo[3.2.1]octane, (42) Alcool benzylique, (43) O-decylhydroxylamine, (44) 1-Méthoxy-tricyclo[4.3.1.1(3,8)]undecane, (45) 3,4-Diméthylhexane-2,5-dione.	XLVIII
Figure IX-2. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de moût 2017 du domaine des Marnières – mode full scan. (46) (Z)-N-methoxy-3,5-diméthylcyclohex-2-en-1-imine, (47) 2 Acétylthiophène, (48) 3,3,5,5-Tétraméthylcyclohexan-1-ol, (49) 1,2:5,6-Di-O-isopropylidène-α-D-ribohexafuranos-3-ulose, (50) 3,7-Diméthyl-1,6-dien-3-ol (linalol), (51) 2-Phényléthan-1-ol, (52) 1-(2,4-Diméthylfuran-3-yl)éthanone, (53) 1H-Inden-1-ol, 2,4,5,6,7,7a-hexahydro-4,4,7a-triméthyl-, (54) 9-Oxa-bicyclo [3,3,1]nonane-1,4-diol, (55) 1,7-Dioxaspiro[5,5]undec-2-ène, (56) Acide octanoïque, (57) [3R,6S]-2,2,6-Triméthyl-6-vinyltetrahydro-2H-pyran-3-ol, (58) 2,6-Diméthyl-3,7-diene-2,6-diol, (59) Méthyl-2-méthoxyoct-2-énoate, (60) Dodecanal, (61) Dodécane, (62) 1-(2,2-Diméthylcyclohexyl)éthanone, (63) Acide nonanoïque, (64) 2,4-Diméthyl-1,3-cyclopentanedione, (65) But-2-yn-1-eicosyl carbonate, (66) (E)-2,3-Diméthyl-8-oxo-non-2-enal, (67) 1-(2-Ethyl-4-méthyl-1,3,2-dioxaborolan-4-yl)éthanone, (68) 2-Heptanone, 6-(3-acétyl-1-cyclopropen-1-yl)-3-hydroxy-6-me, (69) Acétate de 2-acétyloxy-3-hydroxypropyl, (70) 2-octen-1-ol, 7-[[tetrahydro-2H-pyran-2-yl]oxy]-, (E)-, (71) acetic acid, 4-t-butyl-4-hydroxy-1,5-diméthyl-hex-2-enyl ester, (72) 5-Dodecyloxolan-2-one, (73) Acétate de (8E)-9-Méthyl-8-tridecen-2-yl, (74) Acide tridécanoïque, (75) 6-Méthyl octanedecane.	XLVIII
Figure IX-3. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de moût 2017 du domaine des Marnières – mode full scan. (76) Cyclohexène, 1,5,5-Triméthyl-6-acétylméthyl-, (77) 2,6,10-Triméthyltetradécane, (78) 1,2,3,6-Tetrahydrophtalimide, (79) 2,4-Ditert-butylphénol, (80) Acide cis-13-eicosénoïque, (81) 7,9-Di-tert-butyl-1-oxaspiro(4,5) Deca-6,9-diene-2,8-dione.	XLIX
Figure IX-4. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2015 du domaine des Marnières – mode full scan. (1) Acétate d'éthyle, (2) 2-Méthyl propan-1-ol, (3) Butan-1-ol, (4) 2-Éthyloxétane, (5) Acétoïne, (6) Propanoate d'éthyle, (7) 3-Méthyl butan-1-ol, (8) Isobutyrate d'éthyle, (9) Pentan-1-ol, (10) 2-Méthylpropyl acétate, (11) Acide butanoïque, (12) Acide 3-nitropropanoïque, (13) Pyruvate d'éthyle, (14) Butanoate d'éthyle, (15) Lactate d'éthyle-(S)-, (16) Furfural, (17) Acide 3-méthylbutanoïque, (18) Acide 2-méthylbutanoïque, (19) 3-Méthylpentan-1-ol, (20) 3-Méthyl butanoate d'éthyle, (21) (E)Hex-3-en-1-ol, (22) (Z)Zex-3-en-1-ol, (23) Hexan-1-ol, (24) Acetate de 3-méthyl butyl, (25) Acetate de 2-méthyl butyl, (26) Acide 4-hydroxybutanoïque, (27) 1-Nonène, (28) 2-Acétylfurane, (29) Sec butyl nitrite, (30) Méthyl-4-hydroxybutanoate, (31) 3-Hydroxybutanoate d'éthyle, (32) Acide 4-butoxybutanoïque, (33) 4-Acetate (S)-(-)-1,2,4-Butanetriol, (34) 5-Méthylfurfural, (35) Benzaldéhyde, (36) Acide hexanoïque.	XLIX

Figure IX-5. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2015 du domaine des Marnières – mode full scan. (37) 1H-pyrrole-2-carboxaldehyde, (38) Hexanoate d'éthyle, (39) Acide 11-cyclopentyl, (40) Acide hex-2-énoïque, (41) Acétate d'hexyle, (42) 4-Méthyl dec-1-ene, (43) Tetrahydro 2H-pyran-2-one, (44) Alcool benzylique, (45) 2-Phénylacétaldéhyde, (46) Hex-2-énoate d'éthyle, (47) Diethyl malonate, (48) Acide 2-hydroxy-4-méthylpentanoïque, (49) Lactate d'isoamyle, (50) 2-6 Diméthyldecane, (51) 2 Acétylthiophène, (52) Succinate d'éthyle, (53) 1,2:5,6 Di-O-isopropylidene- α -D-ribohexafuranos-3-ulose, (54) α -Méthyl- α -[4-méthyl-3-pentenyl]oxiraneméthanol, (55) Linalol, (56) 2-Phényléthan-1-ol, (57) Méthyle succinate de monoéthyle, (58) Butanoate de diéthyle, (59) Acide octanoïque, (60) Octanoate d'éthyle, (61) Dodec-1-ene, (62) Dodécane, (63) 2-Phényl acétate d'éthyle, (64) Malate de diéthyle, (65) 5-Oxotetrahydrofuran-2-carboxylic acid, ethyl ester, (66) (Z)-Dodec-5-en-4-olide, (67) (E) Whisky lactone.XLIX

Figure IX-6. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2015 du domaine des Marnières – mode full scan. (68) (Z) Whisky lactone, (69) 1-(4-Hydroxy-3-méthylphényl) éthanone, (70) Acide décanoïque, (71) Vanilline, (72) 9-Décénoate d'éthyle, (73) Décénoate d'éthyle, (74) 5-Oxopyrrolidine-2-carboxylate d'éthyle, (75) 1-O-ethyl 4-O-(3-méthylbutyl)butanedioate, (76) Octanoate de pentyl, (77) (E)-3-Phénylprop-2-énoate d'éthyle, (78) 2,4-Di-tert-butylphénol, (79) Dodécénoate d'éthyle, (80) Octadécane-1,2-di-ol, (81) 4-Hydroxy-3,5-diméthoxybenzaldehyde, (82) 7,9-Di-tert-butyl-1-oxaspiro(4,5)Deca-6,9-diene-2,8-dione.L

Figure IX-7. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2016 du domaine des Marnières – mode full scan. (1) Acétate d'éthyle, (2) 2-Méthyl propan-1-ol, (3) Butan-1-ol, (4) 4-Méthylheptan-3-one, (5) [Tert-butyl(diméthyl)silyl]trifluorométhanesulfonate, (6) 2-Méthylbutan-1-ol, (7) Acétoïne, (8) Propanoate d'éthyle, (9) Acétate de propyl, (10) 3-Méthylbutan-1-ol, (11) Isobutyrate d'éthyle, (12) 3,4-Dihydroxy-5-méthyl-dihydrofuran-2-one, (13) Acide butanoïque, (14) 1-Méthoxy-3-méthyl-3-hydroxybutane, (15) 2-Butyl-3-méthylloxirane, (16) Acide 3-nitropropionique, (17) Sec-butyl nitrite, (18) 2-Méthylpentan-3-ol, (19) Butanoate d'éthyle, (20) Lactate d'éthyle-(S), (21) Furan-2-carbaldehyde, (22) Acide 3-méthylbutanoïque, (23) 3-Ethoxypropan-1-ol, (24) 4-Méthylpentan-1-ol, (25) Trans-2-butanoate d'éthyle, (26) Acide 2-méthylbutanoïque, (27) 3-Méthylpentan-1-ol, (28) 2-Furanméthanol, (29)(E)-hex-3-en-1-ol, (30)(Z)-hex-3-en-1-ol, (31) Hexan-1-ol, (32) Acétate de 3-méthylbutyle, (33) Acétate de 2-méthylbutyle, (34) Acide 4-hydroxybutanoïque, (35) 2-Acétylfurane, (36) 3-Hydroxybutanoate d'éthyle, (37) Acide 4-butoxy-butanoïque, (38) 1,3-Propanediol diacétate, (39) 5-Méthylfurfural, (40) Benzaldéhyde, (41) Acide hexanoïque.L

Figure IX-8. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2016 du domaine des Marnières – mode full scan. (42) 1H-pyrrole-2-carbaldehyde, (43) Hexanoate d'éthyle, (44) Acide hex-2-énoïque, (45) Acétate d'hexyle, (46) 3-Hydroxy-4,4-diméthylloxolan-2-one, (47) 1-Méthylpyrrolidin-2-one, (48) Alcool benzylique, (49) 2-Phénylacétaldéhyde, (50) hex-2-énoate, (51) 2-Hydroxy-4-méthylpentanoate d'éthyle, (52) 1,4-Butanediol diacétate, (53) Lactate d'isoamyle, (54) Acide heptanoïque, (55) 2-acétylthiophène, (56) Méthyle succinate d'éthyle, (57) 1,3-Dioxolane,4-[[2-méthoxy-4-octadécényl]oxy]méthyl]-2,2 diméthyle, (58) α -Méthyl- α -[4-méthyl-3-pentenyl]oxiraneméthanol, (59) Nonanal, (60) Linalol, (61) 2-Phényléthan-1-ol, (62) Butanoate-2-hydroxyméthyle d'éthyle, (63) Succinate de monoéthyle, (64) Butanedioate diéthyle, (65) Acide octanoïque, (66) Octanoate d'éthyle, (67) Dodécane, (68) 2-Phénylacétate d'éthyle, (69) Malate de diéthyle, (70) (E) Whisky lactone.LI

Figure IX-9. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2016 du domaine des Marnières – mode full scan. (71) Acide benzène-1,2-dicarboxylique, (72) Acide 3-méthyldécénoïque, (73) (Z) whisky lactone, (74) Acide (E)-dec-3-énoïque, (75) 2-Hydroxy-3-méthyle diéthyle succinoate, (76) Acide décanoïque, (77) Vanilline, (78) 9-Décénoate d'éthyle, (79) Décénoate d'éthyle, (80) 5-Oxopyrrolidine-2-carboxylate d'éthyle, (81) Silver décanoate, (82) Octanoate de pentyl, (83) Acide 3-hydroxydodécénoïque, (84) 2,4-Di-tert-butylphénol, (85) 3-Hydroxytridécénoate d'éthyle, (86) 12,15-Octadécadiénoate de méthyle, (87) Dodécénoate d'éthyle, (88) Acide cis-13-eicosénoïque, (89) 3-(Octadécyloxy)-1,2-propanediol diacétate, (90) 7,9-Di-tert-butyl-1-oxaspiro(4,5)deca-6,9-diene-2,8-dione.LI

Figure IX-10. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2017 du domaine des Marnières – mode full scan. (1) Acétate d'éthyle, (2) 2-Méthyl propan-1-ol, (3) 3 Méthylbutanal, (4) Butan-1-ol, (5) 2-Ethylloxetane, (6) Acétoïne, (7) Propanoate d'éthyle, (8) Acétate de propyl, (9) 3-Méthyl butan-1-ol, (10) Isobutyrate d'éthyle, (11) 2 Méthylpropyl acétate, (12) Acide butanoïque, (13) Acide 3-nitropropionique, (14) Pyruvate d'éthyle, (15) Hexane-3,4-diol, (16) Butanoate d'éthyle, (17) Lactate d'éthyle-(S)-, (18) Furfural, (19) Acide 3-méthylbutanoïque, (20) 3 Ethoxy propan-1-ol, (21) Acide 2-méthylbutanoïque, (22) 2-Furanmethanol, (23) 2-(Propyn-2-oxy)cyclohexan-1-ol, (24) (Z)Hex-3-en-1-ol, (25) Hexan-1-ol, (26) Acetate de 3-méthyl butyl, (27) Acetate de 2-méthyl butyl, (28) Acide 4-hydroxybutanoïque, (29) 2 Methyl cyclopentan-1-one, (30) 2-Acétylfurane, (31) Propan-2-ol, (32) 1,1-Diethoxy-2-methylpropane, (33) 2,5-Hexanedione, 3,4-dihydroxy-3,4-dimethyl, (34) Mmethyl 4-hydroxybutanoate, (35) 3-Hydroxybutanoate d'ethyle, (36) Acide 4-butoxybutanoïque, (37) 1,3-Propanediol diacetate, (38) 5-Methylfurfural, (39) Benzaldéhyde, (40) Acide hexanoïque, (41) Acétate de 3-ethoxypropyle. LII

Figure IX-11. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2017 du domaine des Marnières – mode full scan. (42) Hexanoate d'éthyle, (43) Acide hex-2-énoïque, (44) Acétate d'hexyle, (45) 5-Ethényl 5-méthylloxolan-2-one, (46) 4-Acetoxybutanoate d'éthyle, (47) Diethyl malonate, (48) 2-Hydroxy-4-méthylpentanoate d'éthyle, (49) Lactate d'isoamyle, (50) 2 Acetylcyclopentan-1-one, (51) 2,4,6-Triméthyldécane, (52) 2-Acétylthiophène, (53) Méthyle succinate d'éthyle, (54) Linalol, (55) 2-Phényléthan-1-ol, (56) Succinate de monoéthyle, (57) Butanoate de diéthyle, (58) Acide octanoïque, (59) Octanoate d'éthyle, (60) Dodec-1-ène, (61) 2,3-Dihydro-1-benzofuran, (62) Dodécane. LII

Figure IX-12. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2017 du domaine des Marnières – mode full scan. (63) 2-Phénylacétate d'hexyle, (64) 2-Phénylacétate d'éthyle, (65) Malate de diéthyle, (66) 5-Oxotetrahydrofuran-2-carboxylate d'éthyle, (67) (E) Whisky lactone, (68) Acide 3-méthyldécanoïque, (69) (Z) Whisky lactone, (70) 2-Methoxy- 4 vinylphenol, (71) Eugénol, (72) Acide décanoïque, (73) Vanilline, (74) (Z)-Octadec-9-énoate de butyl, (75) Decanoate d'éthyle, (76) Hexadecan-1-ol, (77) 5-Oxopyrrolidine-2-carboxylate d'éthyle, (78) 2-t-Butyl-5-propyl [1,3] dioxolan-4-one, (79) 2,4-Di-tert-butylphenol, (80) Dodecanoate d'ethyl, (81) Acide cis-13-eicosénoïque, (82) 4-Hydroxy-3,5-diméthoxybenzaldéhyde. LIII

Liste des tableaux

Tableau 1.3-1. Classes des climats viticoles en fonction de l'indice de Huglin.....	6
Tableau 1.6-1. Les principaux composés azotés du moût (repris de Lorenzini et Dienes-N, 2016).	26
Tableau 2.2-1. Récapitulatif des caractéristiques de la parcelle de Chardonnay du domaine des Marnières.	41
Tableau 2.2-2. Récapitulatif des caractéristiques de la parcelle de Chardonnay du vignoble A.....	42
Tableau 2.2-3. Récapitulatif des caractéristiques de la parcelle Gilberto (Terracuda, 2018).	43
Tableau 2.2-4. Récapitulatif des caractéristiques de la parcelle Pianelli (Terracuda, 2018).....	44
Tableau 2.4-1. Nombre et localisation des points de prélèvement par parcelle d'étude.	50
Tableau 3.5-1. Liste des réactifs utilisés lors de la détermination du pH d'un moût et d'un vin.	55
Tableau 3.5-2. Liste des réactifs utilisés lors de la détermination de l'acidité totale d'un moût et d'un vin.....	56
Tableau 3.5-3. Liste des réactifs utilisés lors de la détermination de la teneur en azote assimilable d'un moût.	57
Tableau 3.5-4. Liste des réactifs utilisés lors de la mesure de l'acide L-malique.	59
Tableau 3.5-5. Protocole suivi pour déterminer la teneur en acide L-malique.....	60
Tableau 3.6-1. Liste des réactifs utilisés lors du SAFE.....	61
Tableau 3.6-2. Concentration de l'IST.....	62
Tableau 3.6-3. Liste des réactifs utilisés lors de l'extraction des thiols.	64
Tableau 3.7-1. Paramètres de la GC Agilent 6890N et de la MS Agilent 5973.....	67
Tableau 3.7-2. Paramètres de la GC Agilent 7890N et de la MS Agilent 5977B.	68
Tableau 3.7-3. Paramètre de la GC-PFPD.....	69
Tableau 4.1-1. Valeurs de l'IH pour les années 2015, 2016 et 2017 au « vignoble A ».	73
Tableau 4.1-2. Valeurs de l'IH pour les années 2015, 2016 et 2017 au domaine des Marnières.....	73
Tableau 4.1-3. Valeurs de l'IH pour les années 2015, 2016 et 2017 au domaine de Terracuda.	73
Tableau 4.3-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour le pH_{H_2O} mesurés à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.	75
Tableau 4.3-2. Résultats de l'ANOVA 2 pour le pH_{KCl} mesurés à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.	76
Tableau 4.3-3. Différence $pH_{H_2O}-pH_{KCl}$ mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	77
Tableau 4.4-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour la teneur en MO mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	78
Tableau 4.5-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour la teneur en C_{org} mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	80
Tableau 4.6-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour la teneur en C_{tot} mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	81
Tableau 4.7-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour la teneur en N_{tot} mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	83
Tableau 4.8-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour le rapport C/N mesuré à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.....	84

Tableau 4.9-1. Valeurs moyennes des ions ammonium extraits après incubation pour les parcelles du domaine des Marnières et du « vignoble A » aux deux profondeurs de prélèvement.....	85
Tableau 4.9-2. Résultats de l'ANOVA 2 pour le NH_4^+ mesurés à deux profondeurs de prélèvement (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A et du domaine des Marnières.....	85
Tableau 5.1-1. pH et acidité totale du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières ainsi que date des vendanges des années 2015, 2016 et 2017.....	90
Tableau 5.1-2. Teneur en acide L-malique du moût 2017 et des vins 2015 et 2016 du domaine des Marnières ainsi que date des vendanges des années 2015, 2016 et 2017.....	91
Tableau 5.1-3. Teneurs en azote assimilable des moûts 2017 du domaine des Marnières, du « vignoble A » et des parcelles Pianelli et Gilberto du domaine de Terracuda.....	92
Tableau 5.1-4. Teneur en sucre et taux alcoométrique potentiel du moût 2017 du domaine des Marnières obtenus grâce à l'indice de réfraction.....	92
Tableau 5.1-5. Teneur en sucre et taux alcoométrique potentiel du moût 2017 du domaine des Marnières obtenus grâce à un densimètre.....	93
Tableau 5.2-1. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des alcools du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.....	97
Tableau 5.2-2.. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des cétones du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.....	101
Tableau 5.2-3. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des aldéhydes du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.....	105
Tableau 5.2-4. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des esters éthyliques du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.	109
Tableau 5.2-5. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des esters d'alcools supérieurs du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières...	112
Tableau 5.2-6. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des acides du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.....	116
Tableau 5.2-7. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des hétérocycles (O, N, S) du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières...	120
Tableau 5.2-8. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des terpénoïdes et dérivés des caroténoïdes du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.	121
Tableau 5.2-9. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des lactones du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.....	123
Tableau 5.2-10. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des dérivés halogénés du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.....	123
Tableau 5.3-1. Analyses sensorielles réalisées sur les échantillons de vin de Chardonnay du domaine des Marnières des années 2015, 2016 et 2017.....	126
Tableau 5.3-2. Composés retrouvés au-dessus de leur seuil de perception et leurs odeurs correspondantes dans les différents échantillons de moût et vins.....	127
Tableau 5.3-3. Caractéristiques des trois pyrroles recherchées en mode SIM dans le moût 2017 et les vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.....	130
Tableau 6.1-1. Teneurs en azote assimilable des moûts 2017 du domaine des Marnières, du « vignoble A » et des parcelles Pianelli et Gilberto du domaine de Terracuda.....	134
Tableau 7.8-1. Paramètres étudiés (acidité totale, teneur en acide L-malique, pH et concentrations en arômes) mettant en évidence l'impact de la maturité insuffisante de l'année 2016. La colonne de gauche reprend les paramètres dont les valeurs sont supérieures pour l'année 2016 et la colonne de droite reprend les paramètres dont les valeurs sont inférieures pour l'année 2016. La ligne verte horizontale indique le seuil de perception des molécules représentées.....	144
Tableau III-1. Résultats du test de Tukey du $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ».	XV

Tableau III-2. Résultats du test de Tukey du pH_{KCl} réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ».	XV
Tableau III-3. Résultats du test de Tukey de la teneur en MO réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ».	XV
Tableau III-4. Résultats du test de Tukey de la teneur en C_{org} réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ». ..	XVI
Tableau III-5. Résultats du test de Tukey de la teneur en N_{tot} réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ». ..	XVI
Tableau III-6. Résultats du test de Tukey de la teneur en C_{tot} réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ». ..	XVI
Tableau III-7. Résultats du test de Tukey du rapport C/N réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ».	XVII
Tableau III-8. Résultats du test de Tukey de la teneur en ions ammonium réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur deux parcelles : domaine des Marnières et « vignoble A ».	XVII
Tableau V-1. Programme SIM 1.	XXVII
Tableau V-2. Programme SIM 2.	XXVII
Tableau V-3. Programme SIM 3.	XXVIII
Tableau V-4. Programme SIM 4.	XXIX
Tableau VII-1. Récapitulatif des différentes molécules ne rentrant pas dans les autres familles du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.	XLI
Tableau VIII-1. Comparaison des concentrations des composés issus de deux SAFE différents du vin 2016 (domaine des Marnières).	XLV

Liste des abréviations

2SEOI	2-sulfanyléthanol
4S4M2Pone	4-sulfanyl-4-méthylpentan-2-one
ANOVA	Analysis of variance
AOC	Appellation d'origine contrôlée
C	Carbone
C _{org}	Carbone organique
C _{tot}	Carbone total
CE	Capacité d'échange
CR	Coefficient de réponse
DMS	Diméthylsulfure
DOC	Dénomination d'origine contrôlée
EST	Standard externe
GC	Chromatographie en phase gazeuse
GC-MS	Chromatographie en phase gazeuse - spectrométrie de masse
GC-O	Chromatographie en phase gazeuse - olfactométrie
IH	Indice héliothermique de Huglin
INBR	Unité de brasserie et des industries alimentaires
I _R	Indice de rétention
IRM	Institut royal météorologique de Belgique
IST	Standard interne
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
MO	Matière organique
MS	Matière sèche
N	Azote
N _{tot}	Azote total
NIST	National Institute of Standards and Technology
OIV	Organisme International du vin et de la vigne
OMS	Organisation mondiale de la Santé
PDMS	Potentiel de diméthylsulfure
PEHD	Polyéthylène à haute densité
PFPD	Pulsed Flame Photometric Detector

pH	Potentiel hydrogène
pH _{H₂O}	pH déterminé dans une solution d'eau
pH _{KCl}	pH déterminé dans une solution de chlorure de potassium
pHMB	Acide para-hydroxymercuribenzoïque
R ²	Coefficient de détermination
Rapport C/N	Rapport carbone sur azote
Rapport m/z	Rapport masse sur charge
SAFE	Solvent Assisted Flavour Evaporation
SAS	Statistical Analysis Software
SIM	Single ion monitoring
TAV	Titre alcoométrique volumique
UA	Unité arbitraire
UCL	Université Catholique de Louvain-la-Neuve
%vol	Pourcentage volumique

Introduction

Au vu de la diversité de cépages, de millésimes, d'appellations et de types de vins (sans compter de prix d'achat), choisir un vin s'avère parfois être un défi de taille. Comment faire alors pour un consommateur lambda ne détenant pas un certificat d'œnologie pour choisir quelle bouteille de vin apporter à un repas de famille ? La perfection si souvent recherchée, ne se retrouve que dans une petite gamme de vins proposés aujourd'hui à travers le monde. Selon van Leeuwen et Seguin (2006), c'est le terroir regroupant les facteurs environnementaux, biologiques et humains (pratiques culturelles et œnologiques) qui va influencer la qualité du futur vin.

De nombreuses études portent sur l'influence du statut hydrique du sol et de la vigne sur l'aspect qualitatif du vin. Il est connu depuis longtemps qu'une contrainte hydrique est recherchée afin de permettre l'expression d'un potentiel qualitatif optimal. Dans le cadre de ce travail, c'est le statut azoté, jouant également un rôle primordial, qui nous intéressera. Selon Peyrot des Gachons *et al.* (2005), afin qu'un vin blanc révèle toute son excellence, un apport modéré et régulier d'azote à la vigne est recherché.

La vigne est capable de capter l'azote du sol principalement sous sa forme minérale. C'est la minéralisation de la matière organique qui va permettre de fournir cet azote prélevable par la plante. Le statut azoté de la vigne, outre qu'il dépend du statut azoté du sol, est influencé par le climat, le cépage et le porte-greffe (Reynard *et al.*, 2011). Les fertilisations au sol ou encore la fertilisation foliaire influenceront également le statut azoté de la vigne. Le moment du cycle de production de la vigne influencera aussi le prélèvement de l'azote par la plante. Avant la floraison, la vigne remobilisera l'azote stocké dans ses racines l'année précédente. Ensuite, après floraison, la vigne est capable d'absorber l'azote du sol.

Dans le moût, l'azote sera retrouvé sous différentes formes. Ce sont les ions ammonium et les acides aminés primaires, regroupés sous le terme d'azote assimilable, qui auront toute leur importance. En effet, ils seront absorbés par les levures et permettront le bon déroulement de la fermentation. En cas de déficit ou d'excès d'azote assimilable, certains composés aromatiques aux odeurs parfois désagréables seront créés. En cas de moût carencé en azote assimilable, des ajouts dans le moût peuvent corriger ce déficit avant fermentation.

Dans le vin, de nombreuses molécules aromatiques regroupées par famille chimique sont présentes. Ces composés ont plusieurs origines. Dans le raisin, on retrouve déjà certaines molécules aromatiques, mais c'est surtout sous forme de précurseurs d'arômes qu'elles sont présentes. De nombreuses molécules aromatiques apparaîtront lors de la vinification et plus particulièrement lors de la fermentation alcoolique et malolactique. Finalement, l'élevage et le vieillissement du vin permettront également la formation de certains composés aromatiques dits tertiaires.

Dans le cadre de ce mémoire, trois vignobles ont été sélectionnés. Le premier vignoble est le domaine de Terracuda et se situe dans les Marches en Italie. Au sein de ce domaine, deux

parcelles ont fait l'objet de cette étude ; la parcelle Pianelli et la parcelle Gilberto. Ces deux parcelles sont cultivées avec le cépage Bianchetto del Metauro. Les deux autres vignobles, situés en Belgique et cultivés avec le Chardonnay, sont le domaine des Marnières situé dans la province de Liège et le « vignoble A » dont le nom exact ne sera pas mentionné dans ce travail.

Ces trois vignobles, et plus particulièrement ces deux pays d'études, se distinguent par de nombreuses caractéristiques. Alors que le Chardonnay est connu mondialement, le Bianchetto del Metauro est produit uniquement dans une petite région italienne. L'Italie est connue pour son climat chaud et sec, idéal pour la production de vin alors que la pluie et les gelées printanières peuvent être un obstacle pour les viticulteurs belges. Cependant, le climat belge est de plus en plus propice au développement de la culture de vignes. En effet, alors que l'OIV (Organisme International du vin et de la vigne) relate une légère diminution dans la production de vin en Europe, la Belgique a vu, de 2000 à 2014, sa production multipliée par trois. Cet été caniculaire en Belgique qui générera des vendanges précoces risque d'augmenter si ce n'est la quantité, la qualité des vins de cette année.

Cette année, une autre étudiante de la Faculté des bioingénieurs, Hélène Sosnowski, a réalisé son mémoire sur les 4 mêmes parcelles d'étude. Son sujet porte sur le statut hydrique du sol de ces vignobles.

L'objectif de ce mémoire se décline en trois parties principales :

- 1) l'étude du statut azoté du sol à travers la caractérisation de paramètres physico-chimiques et biologiques du sol. Cet objectif a été réalisé sur les quatre parcelles d'étude ;
- 2) la détermination des caractéristiques chimiques principales de moût et de vin ainsi que l'identification et la quantification des molécules aromatiques présentes dans le moût et dans le vin. La provenance de ces molécules est également recherchée. Cette étape a été réalisée uniquement pour le domaine des Marnières, sur le moût 2017 et les vins des millésimes 2015, 2016 et 2017 ;
- 3) le lien entre le statut azoté du sol et la quantité d'azote assimilable retrouvée dans le moût ainsi que son influence sur la composition aromatique du moût et du vin. Les teneurs en azote assimilable sont connues pour les moûts provenant des quatre parcelles alors que le lien avec la composition aromatique sera réservé au domaine des Marnières.

1. Revue de la littérature

1.1 Le matériel végétal

1.1.1 Les cépages et les clones

La vigne appartient à la famille des Vitacées qui comprend 17 genres parmi lesquels le genre *Vitis*, que l'on retrouve principalement dans les zones aux climats tempérés et subtropicaux de l'hémisphère nord (Lavignac, 2001). C'est au sein de ce genre que l'on retrouve les vignes cultivées (Keller, 2015). En effet, la nature et l'abondance des fruits du genre *Vitis* permettent la culture (Lavignac, 2001). Comme on peut le remarquer sur la *figure 1.1-1*, le genre *Vitis* est divisé en deux sous-genres, les Vraies vignes et les *Muscadinia*. Ce second sous-genre est composé d'une seule espèce cultivée, *Vitis rotundifolia*. C'est dans le sous-genre des Vraies vignes que l'on retrouve l'espèce cultivée en Europe, *Vitis Vinifera* (Lavignac, 2001). Cette espèce cultivée présente une grande sensibilité au phylloxéra¹ (Reynier, 2007). Le tronc américain comprend une trentaine d'espèces sauvages parmi lesquelles *Vitis riparia*, *Vitis labrusca*, *Vitis rupestris* et *Vitis aestivalis*. Les vignes sauvages peuvent vivre jusqu'à plus d'un siècle. En ce qui concerne la vigne cultivée, on l'arrache généralement entre 30 et 50 ans parce que son rendement diminue fortement à ce moment-là. La vigne cultivée est plantée à l'état de plant greffé et prend en général trois ans pour rentrer en production (Reynier, 2007 ; Galet, 2001).

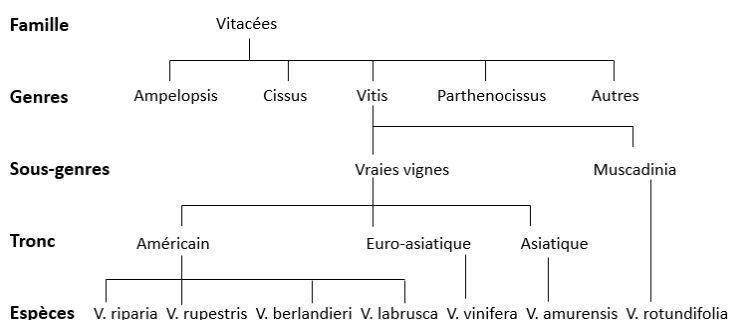


Figure 1.1-1. Taxonomie de la vigne d'après Galet, 2001.

1.1.2 Les cépages et les clones

L'ampélographie, qui signifie étymologiquement la description des vignes, a pour but de distinguer et d'identifier les différents cépages (Lavignac, 2001). Cette discipline s'intéresse également aux relations entre cépages ainsi qu'à l'appréciation des aptitudes et des potentialités des cépages, des porte-greffes et des espèces dont ils sont issus (Reynier, 2007).

Au sens botanique, les cépages sont des cultivars et non des variétés. Les cultivars sont l'ensemble des individus issus par voie végétative d'un plant de semis. Un cépage est en général

¹ Le phylloxéra est un insecte du genre hémiptère s'attaquant au système racinaire de la vigne en suçant la sève des racines. Il a détruit de nombreux vignobles au XIXe siècle.

une population de clones qui est un ensemble de copies conformes de la descendance obtenue par voie végétative d'une souche mère (Reynier, 2007).

L'encépagement est l'ensemble des cépages utilisés pour la production d'un type de vin ou cultivés dans une aire de production (Reynier, 2007). Certains cépages portent le nom de leur origine. La dénomination des cépages est cependant assez compliquée puisqu'il existe une importante synonymie ampélographique qui fait que certains cépages sont désignés par des noms différents en fonction des régions dans lesquels ils sont cultivés.

1.1.3 Les porte-greffes

Au XIX^e siècle, le phylloxéra a détruit de nombreux vignobles européens et il a fallu plus de 30 ans pour enfin arriver à surmonter cette maladie. Les espèces sauvages du tronc américain ont permis d'élaborer, par croisement avec des vignes européennes, des espèces hybrides résistantes. Ces espèces sont à l'origine des porte-greffes actuels. En conjuguant la résistance au phylloxéra, propriété américaine et la qualité, propriété européenne, et ce par greffage, on a pu pérenniser la production de vins de qualité dans nos régions à partir de *Vitis vinifera*. C'est à ce moment-là que le choix du cépage et du système racinaire a été dissocié (van Leeuwen et Roby, 2001).

1.2 Le cycle de production de la vigne

La vigne est une plante pérenne qui suit un cycle de production de fruits chaque année. Dans tous les vignobles du monde, la vigne se renouvelle de la même façon (Jeuge-Maynard, 2010). Cependant, elle est cultivée dans les deux hémisphères et sous des climats forts différents ce qui va affecter son comportement physiologique (Galet, 2001). Par exemple, sous des climats tropicaux où la vigne ne rencontre pas de températures inférieures à 12°C, la croissance de la vigne est continue et on peut théoriquement arriver à 3 récoltes de raisins par an (Galet, 2001).

Comme on peut le voir sur la *figure 1.2-1*, dans l'hémisphère nord, la vigne suit un cycle végétatif du mois de février au mois de novembre/décembre et un cycle reproducteur du mois de mai/juin au mois de septembre/octobre. Ces deux cycles se déroulent en partie au même moment et sont en concurrence pour l'utilisation de la sève. Ils seront suivis d'un repos hivernal, plus généralement appelé dormance, qui s'étend du mois de novembre/décembre au mois de février. Bien entendu, l'apparition et la durée exacte de ces différentes phases vont changer en fonction du terroir et plus particulièrement en fonction du climat et du cépage.

Un peu avant le début du printemps, sous l'effet du réchauffement du sol et en fonction de son humidité et du porte-greffe considéré, l'activité racinaire reprend. Les cellules de la stèle racinaire secrètent des ions dans les vaisseaux, ce qui génère un gradient osmotique favorisant l'absorption d'eau du sol et son transfert vers les parties aériennes. La force osmotique sous-jacente est à l'origine des pleurs de la vigne (Keller, 2015) à l'extrémité des sarments². La sève s'écoule au niveau des plaies causées par la taille hivernale et à celui des surfaces non

² Un sarment est une branche de vigne de l'année, à partir du moment où elle est lignifiée.

subérisées. La composition de cette sève diffère de celle de la sève brute car elle est plus riche en composés organiques et moins riche en matière minérale (Reynier, 2007). Cette étape marque la transition de la dormance à la période de croissance active.

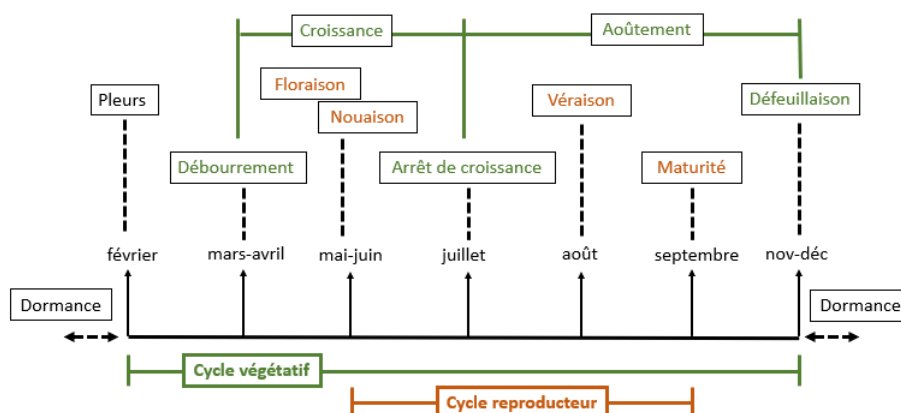


Figure 1.2-1. Le cycle reproducteur et végétatif de la vigne d'après Galet, 2001.

1.2.1 Le cycle végétatif

La première étape du cycle végétatif est le débourrement. Vers le début du mois d'avril, sous l'effet de la température de l'air ambiant qui atteint environ 10°C, l'activité biologique de la vigne reprend et les bourgeons gonflent (Reynier, 2007). Les écailles protectrices s'écartent pour laisser apparaître la bourre³. La température de l'air ambiant n'est pas le seul facteur influençant le débourrement. On peut classer les cépages en fonction de la précocité de leur débourrement. Certains cépages sont à débournements précoces alors que d'autres sont à débournements tardifs. Dans la plupart des cas, les cépages à débournement précoce ont une maturité précoce et inversement (Keller, 2015). Dans les régions plus froides, la précocité accroît le risque de gelées printanières, lesquelles peuvent dans certains cas détruire la récolte (Hugh et Jancis, 2002). Un dernier facteur influençant le débourrement est le moment de taille de la vigne. Une taille tardive peut retarder le débournement jusqu'à quinze jours (Reynier, 2007).

La période de croissance s'étend du débourrement au mois de juillet. La croissance du rameau comprend 3 phases. Une phase de croissance lente suivie d'une phase de croissance rapide avec un ralentissement au moment de la floraison et finalement une phase de croissance ralentie et de chute de l'apex (Reynier, 2007). Au même moment, c'est le passage du stade de bourgeon au stade de jeunes pousses où les feuilles apparaissent, se déroulent et finalement s'étalent. Ces

³ La bourre est une sorte de duvet cotonneux qui protège le bourgeon des vignes durant l'hiver.

organes sont le siège de la photosynthèse qui permet la synthèse des sucres nécessaires à la vigne et au vin.

La dernière partie du cycle végétatif est l'aoûtement. Il se déroule du mois de juillet à la fin du mois de novembre, au moment de la chute des feuilles. C'est le moment où la vigne élabore ses réserves pour résister aux gelées de l'hiver. Le rameau se transforme en sarment, devient plus dur et accumule des matières de réserves, surtout de l'amidon (Reynier, 2007).

1.2.2 Le cycle reproducteur

Le cycle reproducteur commence par la floraison qui a lieu vers le mois de mai (hémisphère Nord). Les inflorescences correspondant aux futures grappes apparaissent. Elles sont composées de boutons floraux. Les inflorescences qui deviendront les grappes sont localisées vers le bas des rameaux en situation opposée par rapport aux feuilles. Selon le cépage et les conditions du milieu, le nombre d'inflorescences varie d'une centaine à plusieurs milliers (Jeuge-Maynard, 2010). Les fleurs des variétés *Vitis vinifera* sont hermaphrodites et subissent une autopolinisation.

Une fois la fécondation réalisée, la nouaison⁴ s'effectue début juin. Celle-ci concerne une partie des fleurs, les fleurs non fécondées (et même certains ovules fécondés) se détachent et chutent (Reynier, 2007). C'est une phase cruciale du cycle reproducteur car elle détermine en grande partie le volume de la récolte (Jeuge-Maynard, 2010).

Le développement des baies jusqu'à la récolte se déroule en trois phases. Une première période herbacée où la baie verte va grossir. Ensuite une période de maturation, c'est à ce moment que les baies changent de couleur et que le niveau de sucre augmente (Reynier, 2007). L'équilibre des acides se modifie également (Hugh et Jancis, 2002). La première étape de cette période de maturation correspond à la véraison où le changement des caractéristiques physiques et chimiques du raisin est rapide et se termine par l'étape de maturité (Reynier, 2007). La maturité est variable selon les cépages, certains étant plus précoces que d'autres. La vendange correspond à une récolte à maturité optimale en fonction du vin que l'on veut produire et se déroule en général vers le mois de septembre dans nos régions. Dans certains cas, on assiste à une 3^{ème} période qui correspond à la surmaturation, le raisin va perdre de l'eau et son jus va se concentrer.

1.3 Le concept de terroir

Il n'existe pas de produit agricole qui possède une relation si étroite avec le sol que le vin (van Leeuwen, 2009). De nombreuses étiquettes de vin portent même le nom de la région du lieu d'origine des vignes. Le terroir apparaît comme un concept essentiel en viticulture. Il permet de relier les attributs sensoriels du vin aux conditions environnementales dans lesquelles les raisins sont cultivés (van Leeuwen et Seguin, 2006).

⁴ La nouaison consiste en la transformation de l'ovaire de la fleur en fruit après la fécondation.

De nombreux facteurs sont considérés lorsqu'on aborde le concept de terroir : les facteurs environnementaux comprenant le climat, le sol, la géologie et la topographie, les facteurs biologiques regroupant le cépage et le porte-greffe et finalement les facteurs humains relatifs aux pratiques humaines (agri-viticoles et œnologiques) ainsi qu'à l'histoire socio-économique (Van Leeuwen et Seguin, 2006 ; van Leeuwen, 2009). Parmi les facteurs les plus importants influençant la qualité du vin, on retrouve le climat, le sol et de moindre influence mais également important, le cépage (van Leeuwen *et al.*, 2004). De par ses nombreux facteurs mais surtout de par leurs interactions, le concept de terroir est complexe à étudier (Morlat, 2010).

Les vins de qualité sont souvent élaborés sous l'effet de contraintes environnementales qui réduisent le rendement mais augmentent le potentiel qualitatif du raisin et du futur vin (van Leeuwen, 2009). Cependant, les vins de grande qualité grandissent dans des régions aux climats très différents et il est impossible de définir un sol et un climat idéal en termes de température, précipitations (quantité et distribution) et d'ensoleillement (van Leeuwen, 2009).

1.3.1 Les facteurs environnementaux

➤ Le climat

Les éléments clés du climat en viticulture sont l'eau et la température (White, 2003). La vigne nécessite 1200 degrés jours en base 10°C ce qui la rend adaptée à de nombreux climats. On dit souvent que les zones les plus aptes à la viticulture sont situées entre le 35° et le 50° parallèle dans l'hémisphère Nord et entre le 32° et le 45° parallèle dans l'hémisphère Sud. À des latitudes plus élevées, les températures sont trop basses et la maturité ne sera pas atteinte. Les vignes produiront des raisins verts et des vins acides avec un faible taux d'alcool en raison de la faible accumulation en sucre (van Leeuwen et Seguin, 2006). Dans ces régions aux latitudes élevées, il faut privilégier des cépages à maturité précoce tels que le Chardonnay (van Leeuwen, 2009). La meilleure expression du terroir est obtenue quand le cépage atteint sa maturité complète à la fin de la saison, dans les conditions climatiques locales (Deloire *et al.*, 2005).

Le climat peut être divisé selon l'échelle d'étude en trois catégories (van Leeuwen et Seguin, 2006) :

- le **macroclimat** est le climat étudié sur des centaines de km² et durant une longue période, souvent de 30 ans minimum (Deloire *et al.*, 2005) ;
- le **mésoclimat** et le **topoclimat** s'intéressent aux variations climatiques à l'intérieur du domaine viticole. L'aire étudiée s'étend de moins d'un hm² à plusieurs km² et l'étude porte sur des données horaires ou quotidiennes. Quand le climat est influencé par le relief, on parle de topoclimat (Deloire *et al.*, 2005 ; van Leeuwen, 2009) ;
- le **microclimat** s'intéresse aux variations climatiques aux alentours de la grappe de raisin. L'échelle d'étude est donc de quelques cm voir m et de quelques secondes voir minutes (Deloire *et al.*, 2005). Le microclimat dépend fortement du type de sol et de la gestion de la canopée. En effet, les sols secs se réchauffent plus rapidement ce qui permettra une maturité précoce. Et si la vigne n'est pas trop vigoureuse, les rayons du

soleil pourront pénétrer à travers la canopée et atteindre la grappe plus facilement (van Leeuwen, 2009).

Différents indices climatiques ont été développés spécifiquement pour la viticulture. Un des plus utilisé est l'indice héliothermique de Huglin (1978). Cet indice permet de caractériser le climat d'une région viticole donnée. Il divise les climats viticoles en 6 classes que l'on peut observer dans le *tableau 1.3-1*, allant de très frais à très chaud.

Tableau 1.3-1. Classes des climats viticoles en fonction de l'indice de Huglin.

Classes des climats viticoles	Indice de Huglin
Très chaud	$3000 < IH$
Chaud	$2400 < IH \leq 3000$
Tempéré chaud	$2100 < IH \leq 2400$
Tempéré	$1800 < IH \leq 2100$
Frais	$1500 < IH \leq 1800$
Très frais	$IH \leq 1500$

Pour l'hémisphère Nord, l'indice de Huglin est calculé comme la somme des températures moyennes et maximales au-dessus de 10°C pour la période allant du premier avril au 30 septembre. La formule pour calculer l'indice héliothermique de Huglin est la suivante ;

Équation 1
$$IH_i = \sum_{01/04}^{30/09} \frac{[(T-10)+(Tx-10)]}{2} * k$$

Dans cette formule, T correspond à la température moyenne journalière [°C], Tx à la température maximale journalière [°C], i à l'année concernée et k est le coefficient de longueur du jour (variant de 1.02 à 1.06 entre 40 et 50 degrés de latitude) (Huglin, 1978).

➤ La géologie

On dit souvent que la vigne est une plante calcicole (Bourguignon, 2015). Mais le lien n'est pas univoque. Dans certaines régions, il existe une bonne correspondance entre le type de roche et la qualité du vin et dans d'autres régions, comme à Bordeaux, on retrouve de très bons vins sur des roches sédimentaires d'origines géologiques très différentes (van Leeuwen, 2009).

➤ Le sol

Le sol est à l'interface entre l'atmosphère et la lithosphère. En soutenant la croissance des plantes et des animaux, le sol fait partie de la biosphère. En raison de sa composition chimique, physique et biologique, le sol apparaît comme un élément d'une grande complexité. La vigne interagit en permanence avec le sol dans lequel elle se développe et cela se ressent dans le produit fini, le vin.

Les propriétés physiques du sol

La **texture** d'un sol représente la distribution de la taille des particules de la fraction fine (<2mm). Comme illustré à la *figure 1.3-1*, en dessous de 2µm de diamètre, on se trouve en

présence d'argile, entre 2 et 50 μm de diamètre, on parlera de limon et finalement entre 50 et 2000 μm de diamètre, de sable (White, 2003).

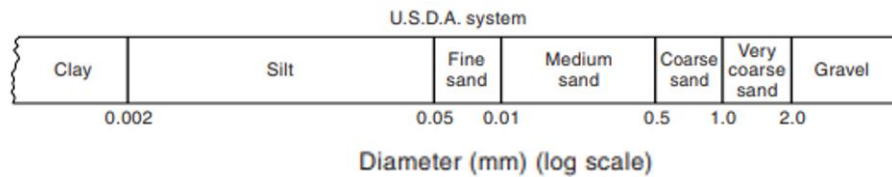


Figure 1.3-1. Distribution de la taille des particules selon le système U.S.D.A (White, 2003).

La **structure** du sol correspond à l'agencement dans l'espace des constituants de ce sol. En viticulture, on recherche une structure qui permet de fournir une certaine quantité d'eau et d'oxygène, deux facteurs fondamentaux pour la croissance des racines et des organismes du sol. Il faut également que la structure soit assez poreuse pour permettre aux racines de pénétrer. La texture et la structure d'un sol sont très importantes et influencent de nombreux facteurs tels que la rétention en eau, l'aération, le drainage, la température du sol et la rétention des nutriments (White, 2003).

La **porosité** est une autre propriété physique du sol. Elle est importante car elle détermine la quantité d'eau que le sol peut contenir. Les pores du sol sont entièrement ou partiellement occupés par de l'eau on parlera alors de sol saturé ou insaturé (White, 2003).

La **profondeur** du sol influence la quantité d'eau disponible pour la vigne. Dans des sols peu profonds, l'eau est un facteur relativement limitant ce qui favorise un cycle végétatif relativement précoce chez la vigne. Dans des sols plus profonds, la disponibilité en eau sera plus élevée et le cycle végétatif moins précoce. Un sol intermédiaire paraît idéal puisqu'il permet de fournir une contrainte hydrique favorable à la production de vins de qualité (Bodin et Morlat, 2006).

Les propriétés chimiques du sol

La **fertilité** d'un sol fait référence à son pouvoir nutritif. Même si la vigne peut se développer sur des sols relativement pauvres comparés à d'autres cultures, la fertilité reste un facteur essentiel pour la bonne conduite d'un vignoble. La fertilité influencera la productivité (White, 2003) et la qualité potentielle du futur vin (Hugh et Jancis, 2002).

Le **complexe d'échange** (CE) se caractérise par des cations comme Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ et NH_4^+ retenus par les charges négatives de la matière organique (MO) et des argiles. Ces cations sont dits échangeables. Les anions comme H_2PO_4^- , SO_4^{2-} , NO_3^- et Cl^- sont attirés par les sites chargés positivement en bordure des argiles (White, 2003).

La vigne est assez tolérante à de larges gammes de **pH**. En effet, on produit de bons vins dans des sols acides, neutres et basiques. Idéalement, on préconise un pH entre 5,5 et 8 pour cultiver des vignes mais certains vignobles sont établis sur des sols à des pH aux alentours de 3,5 et donnent de bons vins (White, 2003). Cependant, si le sol est trop acide, la structure du sol va être dégradée et l'activité biologique diminuée. Les processus tels que la minéralisation seront

alors réduits. L'acidité du sol réduit également la biodisponibilité des micronutriments du sol et favorise la concentration en éléments potentiellement toxiques (White, 2003).

Les propriétés biologiques du sol

Selon White (2003), un sol biologiquement sain présente les 3 propriétés suivantes :

- la présence de macro- et microorganismes qui décomposent la MO et permettent un apport de nutriments et de résidus favorisant l'amélioration de la structure du sol ;
- la présence d'une macrofaune dont des vers de terre pouvant creuser des galeries ;
- l'absence de pesticides.

Les propriétés hydriques du sol

Depuis plusieurs années, de nombreuses publications ont montré l'importance du statut hydrique de la vigne pour produire un vin de qualité. En général, les viticulteurs cherchent à obtenir des conditions en eau limitantes afin de favoriser une contrainte hydrique modérée et l'élaboration d'un vin de meilleure qualité. En effet, lorsque l'alimentation en eau devient limitante, la photosynthèse diminue, limite la croissance végétative et favorise l'accumulation des composés carbonés dans les baies de raisin (van Leeuwen *et al.*, 2003). Le déficit hydrique augmente la vitesse de maturation du raisin en limitant la taille des baies et permet ainsi d'atteindre plus rapidement des teneurs en sucres et en anthocyanes adéquates (van Leeuwen *et al.*, 2001). Dans le cas des cépages blancs, une forte contrainte hydrique sera souvent néfaste alors que pour les cépages rouges, une forte contrainte hydrique peut rester favorable au potentiel œnologique (van Leeuwen *et al.*, 2003 ; van Leeuwen *et al.*, 2001).

➤ **La topographie**

La topographie est surtout importante dans le sens où elle influence les conditions climatiques de la parcelle. Sur pente concave, l'érosion limite la profondeur du sol. La partie inférieure de la pente possède une profondeur plus grande à la suite de l'accumulation des colluvions. Les meilleurs sols viticoles se trouvent généralement au milieu de la pente à une profondeur intermédiaire. Les pentes permettent également une bonne évacuation de l'eau et donc un réchauffement plus rapide du sol (Bourguignon, 2015). L'exposition de la parcelle au sud est également recherchée afin de capter un maximum du rayonnement solaire et garantir de meilleures conditions de maturation (van Leeuwen, 2009).

1.3.2 Les facteurs biologiques

Nous avons déjà abordé ce qu'étaient les cépages, les clones et les porte-greffes dans la *section 1.1* concernant le matériel végétal. Ici, nous nous intéresserons plus particulièrement aux critères essentiels pour choisir ces différents matériaux végétaux.

Un porte-greffe doit être choisi en fonction de trois critères essentiels :

- la nature du sol : le pH, la fertilité, la profondeur et le régime hydrique ;
- la résistance aux parasites du sol : nématodes et phylloxéra ;

- l'objectif de production et donc la vigueur voulue de la vigne et sa précocité. On conseille généralement d'allier des porte-greffes précoces avec des cépages tardifs (Vigne-vin Sud-Ouest, 2002; van Leeuwen et Roby, 2001).

Concernant le cépage, on se focalise généralement sur l'adaptation du cépage au climat. En fonction de la région de production, n'importe quel cépage ne peut pas être cultivé. Par exemple, dans les régions septentrionales, on préconise des cépages à débourrement tardif afin d'échapper au gel printanier et au cycle court pour permettre au raisin de mûrir avant l'arrivée des gelées d'automne (Bourguignon, 2015). Outre le climat, chaque cépage possède ses propres caractéristiques, comme sa productivité, dont l'expression changera avec les propriétés du sol (Serrano, 2001).

Le dernier choix s'opère au niveau du clone. Les plants de vigne issus de sélection clonale offrent la garantie de ne pas avoir de virus. D'un vignoble à l'autre, on retrouvera une population homogène de clones ou une population polyclonale (Reynier, 2007).

1.3.3 Les facteurs humains

Même si tous les auteurs n'incluent pas les facteurs humains dans leur définition du concept de terroir, il paraît impossible pour d'autres comme Seguin et van Leeuwen de ne pas les inclure (van Leeuwen *et al.*, 2004). Ces facteurs humains semblent en effet primordiaux puisqu'aucun vignoble n'existe sans l'intervention de l'Homme.

Le viticulteur et l'œnologue, grâce à leur savoir-faire et leurs travaux, mettent en avant la typicité du terroir pour pouvoir produire un vin de qualité. De l'entretien de la vigne à la commercialisation des bouteilles en passant par la vinification, l'homme va intervenir de différentes manières pour produire le vin désiré. Par exemple, on verra que le sol est important pour produire un vin de qualité mais l'homme peut modifier ses propriétés de différentes manières : drainage, irrigation et densité de plantation. C'est lui qui choisit aussi son objectif de production et qui décidera de plutôt faire un vin de qualité ou alors un vin en plus grande quantité (van Leeuwen et Seguin, 2006). Dès le lancement de leurs vignobles, les vignerons doivent être conscients des choix cruciaux qu'ils font et qui les engagent pour plusieurs décennies comme le choix du cépage et des porte-greffes (Morlat *et al.*, 2001).

1.4 L'azote

L'azote est un des macronutriments essentiels aux plantes le plus important dans la physiologie de la vigne (Reynard *et al.*, 2011). Pourtant, les besoins de la vigne en azote sont assez faibles, entre 20 et 70kg d'azote par hectare et par an en fonction de la vigueur et du rendement souhaité.

Comme l'alimentation en eau, il est reconnu que le statut azoté de la vigne a une grande importance pour produire un vin de qualité. Comme on peut le voir sur la *figure 1.4-1*, le statut en azote de la vigne va avoir une influence quantitative et qualitative sur les composés de la baie de raisin, du moût et finalement sur les composés du vin (Bell et Henschke, 2005). Il est important de noter qu'outre l'azote initial du sol, certains viticulteurs rajoutent de l'azote

directement dans leur vigne ou plus tard dans leur chai. Peu d'études montrent comment cet ajout influence la qualité finale du vin (Bell et Henschke, 2005).

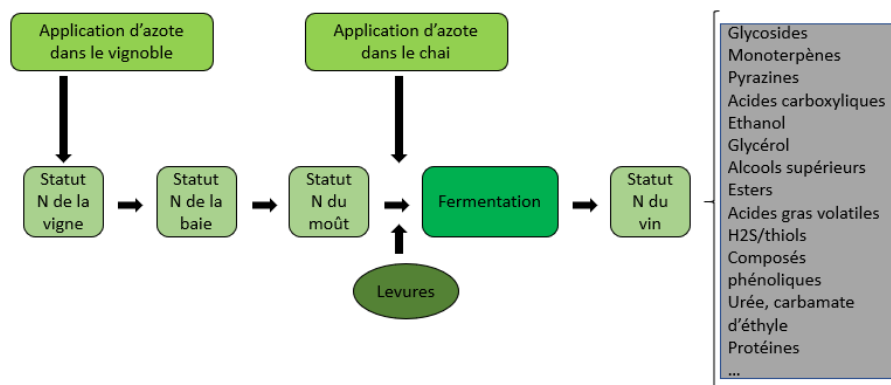


Figure 1.4-1. Diagramme des principaux sources et puits d'azote, du vignoble au vin final d'après Bell et Henschke, 2005.

En général, on considère que l'azote doit être apporté de manière modérée afin de limiter l'expression végétative de la vigne (van Leeuwen *et al.*, 2000). L'azote est un des constituants primaires des composants de la plante ; les protéines, les acides nucléiques, la chlorophylle et les hormones de croissance. En contrôlant son apport, on limite la vigueur et donc le rendement de la vigne mais on augmente la qualité du futur vin. En effet, un excès de vigueur modifie l'éclaircissement et diminue les concentrations en sucres solubles, en anthocyanes, en terpènes et en composés phénoliques totaux au profit de la synthèse des protéines (Goutouly, 2011 ; Delas, 2010). Une plus grande vigueur de la vigne entraînée par un excès d'azote contribue également à créer un microclimat favorable au développement de certaines maladies comme l'oïdium et la pourriture grise (Hirschfeld, 1998).

Chez certains cépages sensibles comme c'est le cas du Merlot, l'excès d'azote entraînera une augmentation de la vigueur mais pas du rendement car on aura affaire à des processus de coulures (Delas, 2010).

1.4.1 Le statut azoté du sol

Sur terre, on retrouve l'azote sous trois formes : organique, minérale et gazeuse (Celette, 2007). Dans le sol, l'azote se trouve principalement sous forme organique et minérale. L'azote minéral est composé de nitrates, de l'azote ammoniacal et d'urée. La grande majorité de l'azote du sol est stockée sous forme organique (van Leeuwen et Friant, 2011) mais c'est principalement sous la forme d'ammonium et encore plus de nitrates que la vigne prélève l'azote. Les nitrates proviennent de la minéralisation de la matière organique du sol.

La première étape de la minéralisation est l'ammonification qui permet de transformer l'azote de la matière organique en ion ammonium. La seconde étape est la nitrification et est illustrée sur la figure 1.4-2. L'ammonium est d'abord transformé en

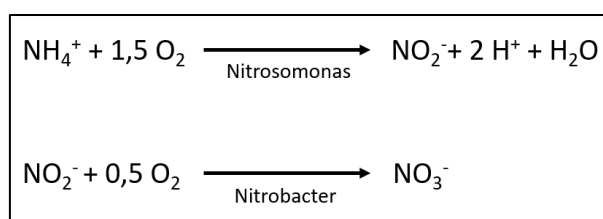


Figure 1.4-2. Réactions de nitrification

nitrites par les bactéries du genre *Nitrosomonas* et les nitrites sont finalement transformés en nitrates par les bactéries du genre *Nitrobacter*.

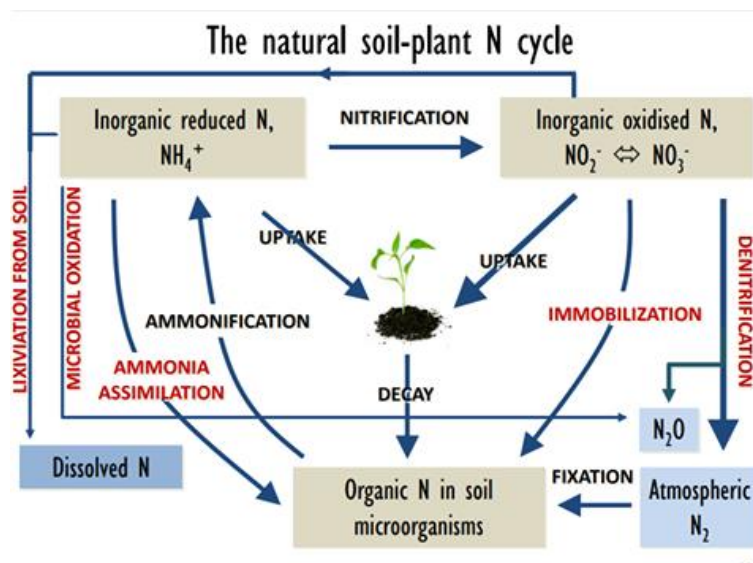


Figure 1.4-3. Le cycle de l'azote du sol (Delmelle et al., 2018).

Outre la minéralisation, d'autres processus affectent le statut azoté du sol comme on peut l'observer sur la figure 1.4-3. Le processus inverse de la minéralisation que l'on appelle assimilation consiste en la consommation par les microorganismes hétérotrophes d'une partie de l'azote minéral, principalement sous forme ammoniacale. Cet azote leur permet de répondre à leur propre besoin de renouvellement et de croissance (Celette, 2007).

L'immobilisation de l'azote suit le même principe mais dans ce cas l'azote est assimilé par les microorganismes du sol sous forme de nitrates.

La dénitrification consiste en la réduction des nitrates en oxyde d'azote NO et NO_2 puis en azote gazeux N_2 dans des conditions d'anoxie. Elle débute en général lorsque les pores du sol sont saturés à 65% en eau. L'optimum de cette réaction est entre 30 et 35°C et est négligeable lorsque le sol est proche de la saturation en eau (Celette, 2007).

L'azote peut également être lixivié. Sous forme de nitrates, très solubles, sa charge est négative et n'est donc pas retenu par la matière organique et les argiles. Lorsqu'il pleut, les nitrates sont entraînés vers le bas du profil.

La disponibilité en azote du sol dépend aussi fortement du type de sol. Les principaux paramètres du sol déterminant les quantités d'azote minéralisées sont la teneur en MO, le rapport C/N, la température, l'aération, le pH, la teneur en eau et les microorganismes du sol (van Leeuwen et al., 2000). La minéralisation augmente de manière exponentielle avec la température entre 0°C et 37°C. Elle diminue au-delà. Une bonne aération du sol est également favorable à la minéralisation ainsi qu'un pH entre 6,5 et 8,5.

Finalement, la teneur en eau du sol qui affecte la mobilité des bactéries du sol mais également la diffusion des gaz et des solutés semble être optimale lorsqu'elle est à la capacité au champ (Celette, 2007). Une contrainte hydrique aura trois effets majeurs sur le contenu en azote du sol et sur le statut azoté de la vigne. Tout d'abord, on observera une diminution de la mobilité des ions NO_3^- dans ces sols asséchés. Ensuite, les mécanismes de minéralisation seront ralentis et finalement la croissance de la vigne sera réduite ce qui limite les besoins en azote (Goutouly, 2011).

1.4.2 Le statut azoté de la vigne

Il existe trois groupes de facteurs qui influencent le statut azoté de la vigne ; les pratiques culturales, les facteurs génétiques tels que le cépage et le porte-greffe et les facteurs environnementaux tels que le sol et le climat (Reynard *et al.*, 2011). Les facteurs les plus importants sont le sol puis le cépage et finalement le climat (van Leeuwen et Friant, 2011). En ce qui concerne le cépage, citons par exemple le Cabernet sauvignon et le Pinot noir qui assimilent beaucoup d'azote contrairement au Riesling et au Grenache (Stines *et al.*, 2000).

➤ Le cycle d'absorption de la vigne

Comme vu précédemment, c'est l'ammonium et les nitrates qui seront absorbés par la vigne. L'entrée des ions NH_4^+ est passive et se fait par des canaux transmembranaires sous l'effet de la différence de potentiel osmotique créée par l'afflux de protons. L'absorption des ions NO_3^- est quant à elle active et se fait contre le gradient électrochimique grâce à des protéines de transport (Celette, 2007 ; Masclaux-Daubresse *et al.*, 2010).

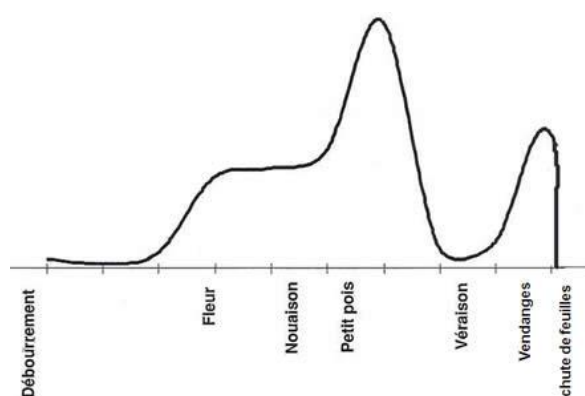


Figure 1.4-4. L'absorption de l'azote par la vigne.

Durant la dormance de la vigne, les réserves en azote sont stockées principalement dans les racines (jusqu'à 75% de l'azote) et sont constituées d'acides aminés (principalement d'arginine) et de protéines. Même si ce sont les protéines qui seront utilisées, les réserves azotées sont préférentiellement constituées d'acides aminés car c'est la forme la plus économique de stockage (rapport C/N faible) (Goutouly, 2011). Comme on peut l'observer sur la figure 1.4-4., l'absorption de l'azote par

la vigne reste faible pendant plusieurs semaines après le bourgeonnement. La croissance végétative est alors principalement soutenue par le processus de remobilisation d'azote contenu dans les racines. On observe alors une nette diminution du pourcentage en azote des racines. Le niveau d'azote des racines est minimal à la floraison et c'est seulement à ce moment-là que l'absorption d'azote commence même si le sol était riche en azote disponible pour la vigne bien avant. Aux alentours de la véraison, l'absorption d'azote chute. En effet, à partir de ce moment-là, les glucides néoformés sont distribués de manière préférentielle aux grappes ce qui diminue l'absorption d'azote par les racines, très coûteuse en énergie. On observe un dernier pic d'absorption d'azote au moment des vendanges (Goutouly, 2011). Après la récolte, la majorité de l'azote est convertie en forme stockable pour assurer les réserves au printemps suivant.

➤ Les carences en azote de la vigne

Même si les carences sont assez rares étant donné les faibles besoins en azote de la vigne, elles peuvent avoir de lourdes conséquences. La vigne peut être carencée pour deux raisons principales, une faible teneur en azote organique dans le sol et une faible minéralisation.

L'enherbement peut également créer une compétition pour l'azote minéral du sol et entraîner des carences chez la vigne (Delas, 2010 ; Habran, 2015).

Les symptômes sont d'abord un jaunissement des feuilles puis une diminution de la vigueur des vignes. Les carences en azote semblent affecter davantage la qualité des cépages blancs, en réduisant notamment la quantité des précurseurs d'arômes (Delas, 2010).

Une carence en nitrates va affecter négativement l'efficacité de l'utilisation de l'eau. En effet, les nitrates sont impliqués dans la régulation de la production d'aquaporines, des protéines responsables de la circulation de l'eau dans les tissus végétaux (Celette, 2007).

1.4.3 Le statut azoté de la baie de raisin

Bien que le besoin de la vigne en azote soit estimé entre 20 et 70 kg d'azote par hectare et par an, seulement une faible quantité de cet azote, environ une dizaine de kilos par hectare et par an sera exporté par la récolte des raisins (van Leeuwen et Friant, 2011).

Un apport élevé d'azote avant la véraison aura tendance à inhiber la croissance des baies, à augmenter la teneur en arginine des baies et à diminuer la teneur en anthocyanes. Par contre, une faible disponibilité en azote à la véraison réduira la nouaison (Hilbert *et al.*, 2003).

Dans les baies, l'azote s'accumule de la nouaison jusqu'à la récolte. Son accumulation correspond en grande partie à l'absorption de l'azote par les racines. En effet, le taux d'accumulation diminue du stade petit pois et jusqu'à la véraison et augmente légèrement peu avant la maturation (Goutouly, 2011).

1.4.4 Le statut azoté du moût

Comme nous le verrons dans le § 1.6, la composition du moût en azote influencera la croissance des levures et la cinétique de la fermentation ce qui aura des conséquences importantes sur la formation des nombreux composés notamment les composés aromatiques (Bell et Henschke, 2005).

Avant de lancer la fermentation, le vinificateur peut décider d'ajouter de l'azote dans son moût afin de combler les éventuels déficits. Différentes formes d'azote peuvent être ajoutées mais c'est le phosphate de diammonium qui est le plus utilisé (Goutouly, 2011). En revanche, un excès d'azote n'est pas corrigible et va causer de nombreux problèmes notamment de fermentation trop rapide.

1.4.5 La fertilisation azotée

La vigne est l'espèce fruitière pour laquelle la fertilisation azotée est la plus faible (Goutouly, 2011). En général, la minéralisation de la matière organique suffit et la fertilisation azotée n'est pas nécessaire (van Leeuwen et Friant, 2011). La fertilisation azotée est rare dans les vignobles de cru (van Leeuwen *et al.*, 2000) mais peut être pratiquée dans certains vignobles afin d'augmenter le rendement. Quoiqu'il en soit, il est difficile d'optimiser la fertilisation azotée

afin de parvenir à un équilibre entre aspects quantitatifs et qualitatifs du rendement (Stines *et al.*, 2000).

Il est important d'apporter les engrais azotés à la bonne période. Il est inutile de fertiliser avant le début de la floraison car l'absorption d'azote par la plante est très faible. La période optimale pour fertiliser s'étend de la floraison à la récolte (Zapata *et al.*, 2004). En dehors, l'azote risque d'être lessivé.

Différents types d'engrais azotés peuvent être apportés au sol, il en existe quatre principaux ; les engrais azotés nitriques, les engrais azotés ammoniacaux, l'urée et les engrais azotés organiques. Les engrais nitriques se présentent sous forme de nitrate de calcium, de sodium et de magnésium et contiennent de 15 à 16% d'azote. Ils ont une action rapide, sont très solubles et fournissent de l'azote sous forme directement absorbable par les vignes. Ils doivent être apportés de manière à correspondre aux besoins de la vigne pour éviter d'être lessivés. Les engrais azotés ammoniacaux contiennent entre 20,5 et 21% d'azote. Ils sont généralement nitrifiés avant d'être absorbés et permettent ainsi une action plus progressive que celle des nitrates. L'urée contient environ 46% d'azote sous forme uréique. Elle nécessite d'être transformée en ammoniac puis en nitrate. Finalement, les engrais azotés organiques ont des formes très diverses et nécessitent d'être minéralisés. Cette forme d'apport azoté permet une libération lente et progressive. Il existe également des engrais combinés qui contiennent au moins deux des 3 éléments fertilisants majeurs ; N, P₂O₅, K₂O (Delas, 2010).

La vigne peut également absorber de l'azote par son feuillage et on peut donc également apporter l'azote sous forme de pulvérisations foliaires. La forme la plus utilisée est l'urée. Elle permet un plus faible apport pour une assimilation plus rapide et est indépendante de la composition du sol et de son contenu en eau (Dufourcq *et al.*, 2010).

1.5 Le processus de vinification des vins blancs

La vinification est un processus qui permet de passer du moût de raisins au vin. La maîtrise de ce procédé permettra de profiter au mieux de la qualité des raisins (Delanoë *et al.*, 2001). Nous pouvons souligner l'importance du travail du vigneron pour produire des vins de qualité. Ce travail dans la vigne est particulièrement important pour l'élaboration des vins rouges où la qualité des tannins joue un rôle essentiel, et pour les vins liquoreux pour lesquels une pourriture noble est souhaitée. D'un chai à l'autre, différentes pratiques sont mises en œuvre et influenceront la qualité du produit fini. Pour un vin blanc, c'est la qualité du pressurage qui sera déterminante alors que le déroulement de la fermentation permet encore de modifier de façon significative les qualités d'un vin rouge.

1.5.1 L'éraflage

Dès qu'ils sont cueillis, les raisins sont très sensibles à l'oxydation et ceci peut avoir des conséquences néfastes sur le goût du vin. Une attention particulière est apportée dans la suite des opérations afin d'éviter ce phénomène d'oxydation. L'éraflage consiste à enlever les rafles des baies de raisins ainsi que d'autres composés étrangers comme des débris de feuilles. Cette étape n'est pas réalisée par l'ensemble des vignerons et est généralement évitée lorsque les vendanges se font manuellement. En effet, les rafles peuvent faciliter l'évacuation des jus dans le pressoir et ainsi limiter la trituration du raisin (Navarre et Langlade, 2002).

1.5.2 Le foulage

Afin de permettre aux levures d'entrer plus facilement en contact avec les composés du moût lors de la fermentation alcoolique, les baies de raisin vont être éclatées pour en extraire le moût sans écraser les pépins, c'est ce qu'on appelle le foulage. Ceci permet de limiter les risques de caractère herbacé dans les moûts (Navarre et Langlade, 2002). Cette étape est, à l'heure actuelle, souvent mécanique mais se faisait autrefois en piétinant le raisin directement dans la cuve. Dans certain cas, la partie liquide obtenue après foulage va être séparée du reste de la vendange, c'est ce qu'on appelle l'égouttage (Navarre et Langlade, 2002).

1.5.3 La macération pelliculaire

Lors de la vinification des vins blancs, cette étape du procédé est rarement réalisée, mais dans certain cas, le vinificateur procède à une macération pelliculaire à froid. Idéalement, la température maximale ne doit pas dépasser 18°C (Navarre et Langlade, 2002). Cette macération permet de maximiser la quantité d'arômes présents sous formes libre et liée (à un sucre, à un acide aminé, à un peptide,...) (Baumes *et al.*, 1988). Ces formes liées s'appellent des précurseurs d'arômes. Dès lors, le vin en sera d'autant plus aromatique.

1.5.4 Le pressurage

Le pressurage va permettre d'extraire la totalité du jus des raisins. Les raisins servant à faire du vin blanc vont être pressés délicatement afin d'éviter d'écraser les pépins et d'amener un

caractère herbacé au vin. On peut procéder à une ou plusieurs pressées successives (Navarre et Langlade, 2002). Le pressurage doit être réalisé rapidement afin d'éviter toute oxydation et à faible température pour empêcher un départ précoce de la fermentation (Hugh et Jancis, 2002). Des pectinases peuvent être ajoutées au moût afin de faciliter le pressurage (Navarre et Langlade, 2002). Différents appareils sont utilisés pour presser les raisins tels que des pressoirs horizontaux, verticaux ou encore pneumatiques.

1.5.5 Le sulfitage

Le sulfitage consiste à l'ajout de SO_2 au moût afin de lui conférer des propriétés antioxydantes et antiseptiques. Différents composés sont oxydables dont les arômes variétaux (Navarre et Langlade, 2002). Leur exposition à l'oxygène durant la phase pré-fermentaire peut détruire le fruité des vins jeunes (Delanoë *et al.*, 2001). Avant la fermentation alcoolique, le sulfitage permet également d'inhiber momentanément l'activité levurienne le temps de réaliser le débouillage (Navarre et Langlade, 2002).

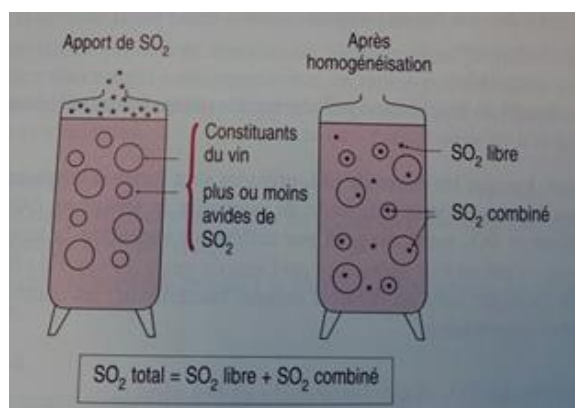


Figure 1.5-1. Les sulfites dans le vin (Delanoë *et al.*, 2001).

Comme on peut le voir sur la figure 1.5-1, lors de l'ajout de SO_2 , une partie va se combiner avec différents constituants tels que les sucres du moût et l'acétaldéhyde des vins dont la structure est observable sur la figure 1.5-2 (Bidault, 2002) tandis qu'une partie du SO_2 restera sous forme libre. Contrairement à la partie libre, la partie combinée de SO_2 ne jouera plus un rôle protecteur. Remarquons qu'à trop forte dose, le sulfitage peut être à l'origine d'un goût désagréable voire poser des problèmes de toxicité pour le consommateur (Delanoë *et al.*, 2001). Pour cette raison, le dosage en SO_2 est réglementé. La norme européenne en vigueur autorise des teneurs maximales en SO_2 total (combiné + libre) de 210 mg de sulfites par litre de vin blanc contenant moins de 5 g/L de sucres résiduels et de 260 mg/L pour un vin contenant plus de 5g/L de sucres résiduels (Bidault, 2002). L'Organisation mondiale de la Santé (OMS) fixe une dose journalière acceptable de 0,7 mg par kilo de poids corporel.

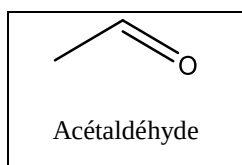


Figure 1.5-2. Structure de l'acétaldéhyde

Le sulfitage est réalisé à différents moments du processus de vinification. On essaye de pratiquer au moins un sulfitage dès le contact du moût avec l'oxygène de l'air (Navarre et Langlade, 2002). En général, on ajoute également du SO_2 à la fin de la fermentation alcoolique. Lorsque l'on souhaite qu'une fermentation malolactique se produise, il faut attendre qu'elle soit finie pour ajouter du SO_2 car les bactéries lactiques sont sensibles à ce SO_2 présent sous forme combinée (Delanoë *et al.*, 2001).

1.5.6 Le débourbage

L'étape suivante du processus de vinification est le débourbage qui consiste en la clarification du moût non fermenté. Cette étape permet d'éliminer les bourbes, c'est-à-dire les morceaux de rafles, de pépins ou les résidus terreux. Il est important de trouver un certain équilibre dans le degré de débourbage. En effet, les bourbes fines vont permettre une meilleure fermentescibilité et une qualité aromatique élevée alors que les bourbes grossières sont à l'origine de substances volatiles défavorables (Bonder, 2014; Navarre et Langlade, 2002).

Il existe différentes méthodes de débourbage. Naturellement, les bourbes les plus lourdes vont se déposer dans le fond de la cuve, on observera alors une sédimentation. Néanmoins, différentes étapes peuvent accélérer ce débourbage statique. L'ajout du SO₂ va retarder le départ en fermentation et faciliter le dépôt des impuretés. Le froid peut également favoriser le débourbage en diminuant l'agitation moléculaire. On utilise également des enzymes pectolytiques qui diminuent la viscosité du moût en cassant les chaînes de pectines (Navarre et Langlade, 2002). Une autre méthode de débourbage consiste à procéder à une centrifugation contrairement au procédé statique. Cependant, c'est une méthode plus violente qui n'est généralement utilisée que pour les vins de moins bonne qualité produits en plus grandes quantités puisqu'elle est beaucoup plus rapide que la méthode statique. À la fin du débourbage, le soutirage va permettre de séparer les moûts clairs et les bourbes légères des bourbes plus lourdes. Il s'effectue en une fois ou en plusieurs étapes (Navarre et Langlade, 2002).

1.5.7 La fermentation alcoolique

La fermentation alcoolique, étape cruciale dans l'élaboration d'un vin, consiste à convertir les hexoses du moût, le *D-glucose*, le *D-fructose* et plus faiblement, le *D-galactose* en éthanol à différentes vitesses. Les structures de ces composés sont reprises dans la figure 1.5-3.

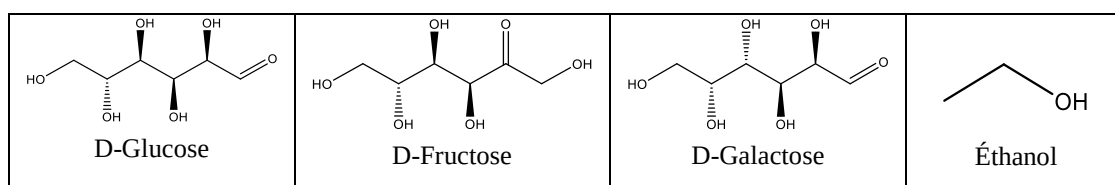


Figure 1.5-3. Structure du *D-glucose*, du *D-fructose*, du *D-galactose* et de l'éthanol.

La fermentation du glucose est plus rapide que celle du fructose et du galactose. Le moût de raisins contient entre 150 et 250g/L de sucres fermentescibles (Taillandier et Bonnet, 2005). On détermine le degré d'alcool potentiel d'un vin blanc en considérant que 1%vol d'alcool est formé par 16,83 g de sucres fermentescibles/L de moût.

Comme illustré à la figure 1.5-4, la première étape de la fermentation alcoolique est la glycolyse qui permet de transformer ces hexoses en acide pyruvique dont la structure est reprise à la figure 1.5-5. L'acide pyruvique est ensuite décarboxylé pour former un acétaldéhyde qui est lui-même réduit en éthanol et en CO₂. Bien que certaines levures soient présentes naturellement sur la

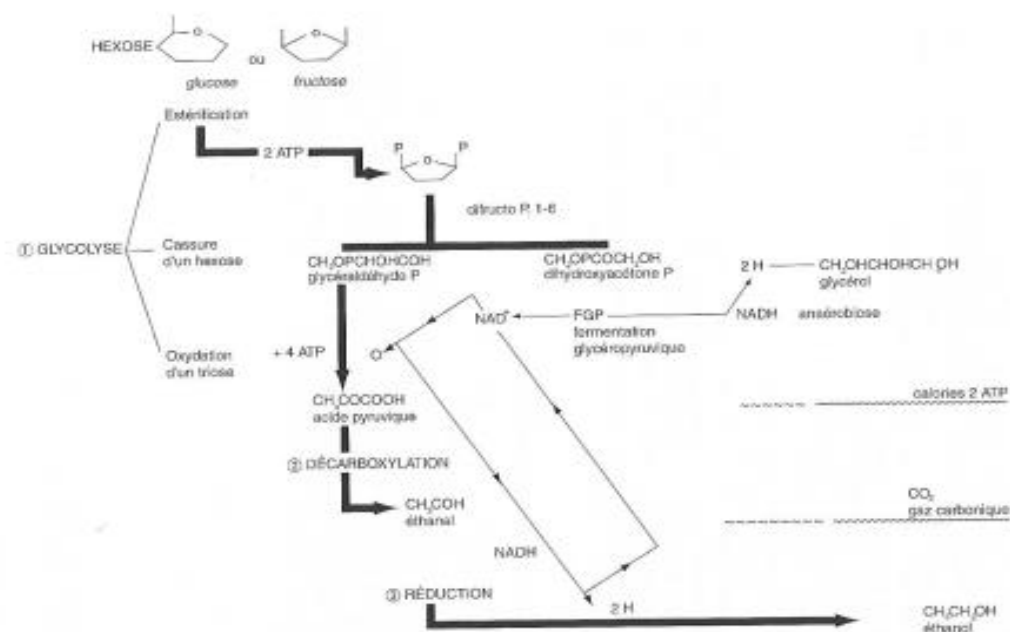


Figure 1.5-4. Les étapes de la fermentation alcoolique (Navarre et Langlade, 2002).

pellicule du raisin, on sélectionne généralement des levures en laboratoire (dites exogènes) pour assurer l'efficacité de la fermentation (Legras, 2003). En œnologie, on travaillera principalement avec *Saccharomyces cerevisiae* (var. *cerevisiae* ou var. *oviformis*, particulièrement résistante à l'éthanol) et *Saccharomyces bayanus* (var. *uvarum*, particulièrement adaptée aux climats septentrionaux ou aux vins liquoreux).

L'éthanol et le CO₂ sont les principaux produits de la fermentation alcoolique mais on retrouve également d'autres éléments comme des *alcools supérieurs*, des *acides volatils*, du *glycérol*, et des *esters* qui sont également importants dans la détermination du caractère fruité du vin (Delanoë, Maillard, et Maisondieu 2001). La nature de la souche de levure et les conditions de fermentation vont déterminer les proportions relatives de ces différents constituants (Taillandier et Bonnet, 2005). Une importance particulière doit être apportée à la température de fermentation. En effet, plus celle-ci est basse, plus la fermentation prendra du temps mais elle permettra de préserver les arômes, notamment les esters aromatiques (Navarre et Langlade, 2002). À plus haute température, la fermentation sera plus rapide mais l'aspect qualitatif sera compromis avec un risque de goût de réduction plus élevé (Jeuge-Maynard, 2010). Pour des vins blancs, la température idéale se trouve entre 15 et 18°C (Delanoë, Maillard, et Maisondieu 2001).

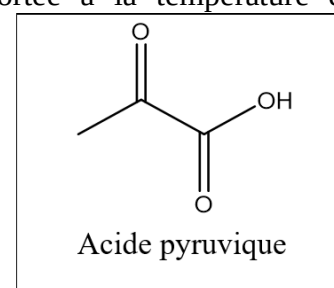


Figure 1.5-5. Structure de l'acide pyruvique.

1.5.8 La fermentation malolactique

L'étape suivante du procédé de vinification est la fermentation malolactique. Dans le cas des vins blancs, elle n'a pas toujours lieu. Les bactéries lactiques vont dégrader l'acide malique en

acide lactique suivant la réaction que l'on peut lire à la *figure 1.5-6*. L'enzyme malolactique permet le passage direct entre ces deux acides (Taillandier et Bonnet, 2005).

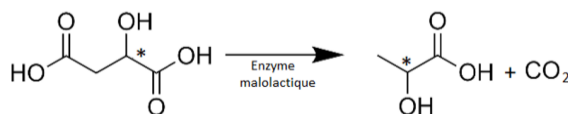


Figure 1.5-6. La fermentation malolactique.

Ces bactéries lactiques appartiennent à trois genres : *Oenococcus*, *Lactobacillus* et *Pediococcus*. En général, c'est *Oenococcus* que l'on retrouve principalement (Delanoë *et al.*, 2001). L'acide malique étant un acide plus fort que l'acide lactique, les conséquences de cette fermentation sont donc une augmentation du pH. Le vin devient donc moins acide et gagne en complexité aromatique (Delanoë *et al.*, 2001). D'autres constituants peuvent également être dégradés par les bactéries lactiques. C'est le cas de l'acide citrique qui est dégradé en acide acétique et en produits secondaires tels que le 2,3-butanediol, l'acétoïne et le diacétyle. La structure de ces composés peut être observée dans la *figure 1.5-7*. C'est également le cas du glucose, du fructose et du galactose qui peuvent être fermentés par les bactéries lactiques hétérofermentaires et former de l'acide lactique et de l'acide acétique (Taillandier et Bonnet, 2005). La température idéale de la fermentation malolactique est de l'ordre de 20°C (Delanoë *et al.*, 2001).

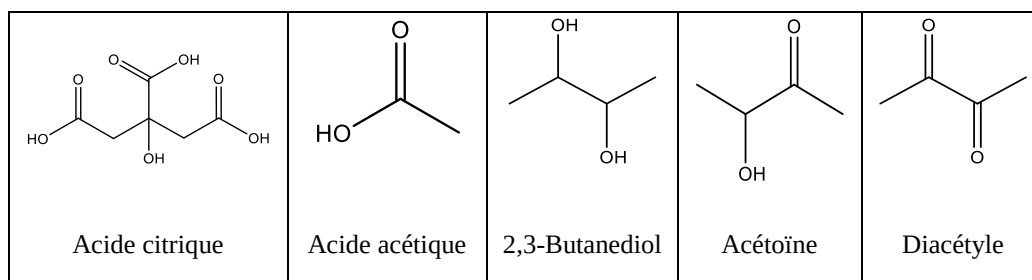


Figure 1.5-7. Structures de l'acide citrique, de l'acide acétique, du 2,3-butanediol, de l'acétoïne et du diacétyle.

1.5.9 L'élevage

La vinification à proprement parler est maintenant terminée. Jusqu'à la mise en bouteille du vin, on se trouve dans la période d'élevage. Le vin contient des lies, un dépôt constitué surtout de levures ayant terminé leur activité, et a encore besoin d'être clarifié (Hugh et Jancis, 2002). On effectue alors un soutirage qui permet de transvaser le vin hors de la cuve en laissant les lies au fond de cette dernière. Dans certains cas, les vinificateurs peuvent décider de pratiquer un élevage sur lies. Soit le soutirage est réalisé de manière tardive, soit il n'est pas réalisé et on conserve le vin sur lies durant l'ensemble de l'élevage en remettant les lies en suspension de temps à autre, c'est ce qu'on appelle le bâtonnage (Fornairon *et al.*, 2001). L'élevage du vin blanc se fait généralement en fûts de chêne ou dans des cuves en inox. Ce dernier choix aura une importance cruciale sur certains composés aromatiques retrouvés dans le vin.

1.6 La composition des raisins et du vin

Dans la baie de raisin, on retrouve différents composés en concentrations variables qui vont évoluer au cours de la maturation. Comme on peut le voir sur la *figure 1.6-1*, la baie de raisin se décline en 3 parties principales : la pellicule, la pulpe et les pépins. La pellicule est composée d'un épiderme et d'un hypoderme. On y retrouve des composés phénoliques, des substances odorantes sous forme libre ainsi que des précurseurs d'arômes, des substances minérales et des substances pectiques (Navarre et Langlade, 2002). Ces différents composés seront abordés dans les paragraphes suivants. La pulpe est la partie la plus importante de la baie de raisin en termes de volume, elle peut représenter jusqu'à 85% du poids de vendanges. On y retrouve principalement, par ordre décroissant de concentration, de l'eau (70 à 80 %), des sucres (10-15 %), des acides organiques, des substances minérales et finalement des substances azotées (Navarre et Langlade, 2002). Le nombre de pépins ainsi que leur taille et leur forme varient en fonction du cépage considéré (Hugh et Jancis, 2002).

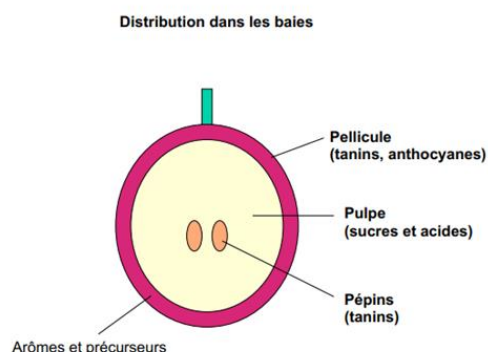


Figure 1.6-1. Représentation schématique d'une baie de raisin.

Durant le processus de vinification et de vieillissement, la quantité et la nature de ces différents composés retrouvés dans la baie vont évoluer. La suite de ce paragraphe permettra de visualiser tant les composés présents initialement dans le raisin et dans le moût que les composés retrouvés finalement dans le vin (Taillandier et Bonnet, 2005).

1.6.1 Les glucides

Les glucides, contenus dans la pulpe, sont présents principalement sous forme de deux hexoses, le glucose sous la forme D (+) et le fructose sous la forme D (-). On parle de sucres réducteurs lorsqu'ils peuvent exister sous leur forme ouverte (aldéhyde ou cétone) en équilibre avec leur forme hémiacétal. Ces deux sucres fermentescibles seront transformés plus tard en alcool lors de la fermentation alcoolique. Ils sont répartis de façon hétérogène et sont stockés principalement dans la partie intermédiaire de la pulpe (Navarre et Langlade, 2002). Ils

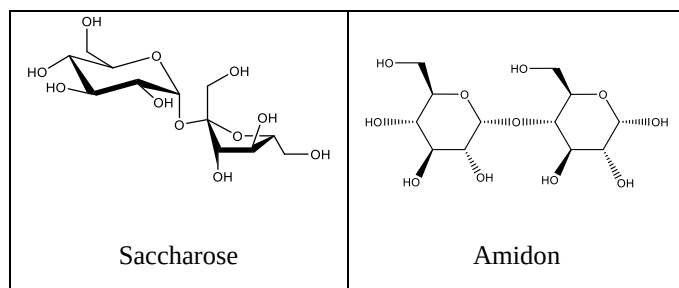


Figure 1.6-2. Structure du saccharose et de l'amidon.

proviennent de deux sources. Tout d'abord, lors de la photosynthèse, les glucides produits dans le mésophylle des feuilles matures vont être transportés sous forme de saccharose vers les cellules de la pulpe (Conde *et al.*, 2007). Une enzyme, l'invertase, va catalyser l'hydrolyse du saccharose en glucose et

en fructose. L'expression et l'activité de l'invertase vont augmenter à l'approche de la maturation (Conde *et al.*, 2007). La seconde source d'hexoses de la pulpe est l'amidon. Lorsque la plante fabrique une quantité de sucre supérieure aux besoins, ils sont dès lors stockés sous forme d'amidon et pourront être hydrolysés ensuite. Les structures du saccharose et de l'amidon sont illustrées sur la *figure 1.6-2*.

On retrouve également d'autres sucres dans la pulpe tels que des pentoses, *non fermentescibles*, mais pouvant être dégradés par les bactéries lactiques et engendrant généralement une augmentation importante de l'acidité volatile. Les principaux pentoses retrouvés dans le vin (*figure 1.6-3*) sont le L (+) arabinose (0,2 à 1,5 g/L), le D (-) ribose (0,1 g/L) et le D (+) xylose (0 à 0,4 g/L) (Delanoë *et al.*, 2001).

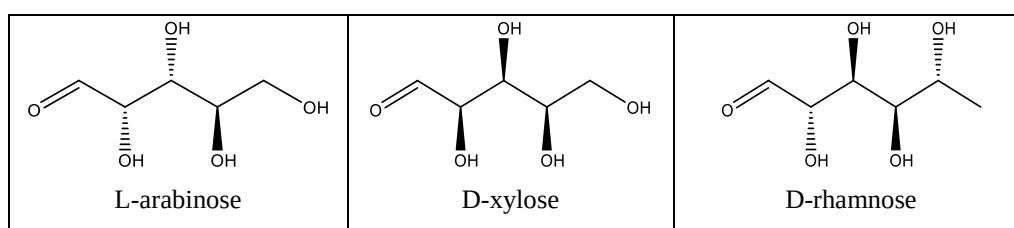
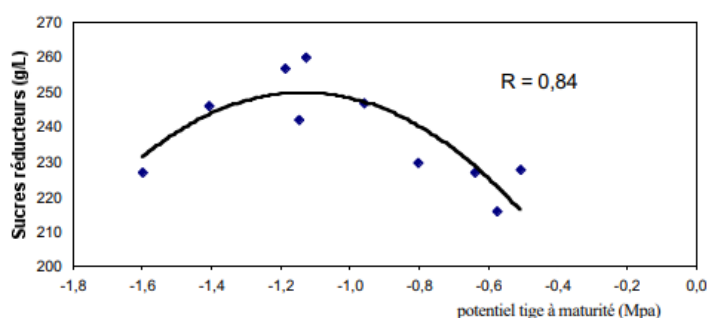


Figure 1.6-3. Structure du L-arabinose, du D-xylose et du D-rhamnose.

Jusqu'à la véraison, les sucres sont utilisés préférentiellement pour la respiration cellulaire. Ensuite, après l'arrêt de la croissance des rameaux jusqu'à la chute des feuilles, la respiration est modérée et les surfaces foliaires étant grandes, la photosynthèse y est importante. On notera une augmentation de la concentration des sucres dans les baies. Il y a une migration des sucres vers les organes de mise en réserve comme les grappes ainsi qu'une mobilisation des réserves. Les baies deviennent alors des organes accumulateurs (Snyman, 2006). L'acide malique peut également se transformer en sucre même si la quantité obtenue est relativement faible (Reynier, 2007). À maturité, on trouve entre 200 et 300 g de sucres/L de pulpe. Le rapport glucose/fructose évolue également. À la nouaison, il est de l'ordre de cinq pour être de deux à la véraison (Navarre et Langlade, 2002) et finalement de 0,95 à maturité (Taillandier et Bonnet, 2005). Bien entendu, la quantité de sucres à maturité dépend de nombreux facteurs tels que le cépage, le porte-greffe, le climat, le terroir, le régime hydrique, le rendement et également les différentes pratiques culturales de la vigne (Reynier, 2007). Certains cépages comme le Chardonnay sont connus pour être plus riches en fructose alors qu'inversement, d'autres



*Figure 1.6-4. Corrélation entre la contrainte hydrique évaluée par le potentiel de la tige à maturité (Mpa) et la concentration en sucres réducteurs (g/L) (Tregoat *et al.*, 2002).*

cépages sont connus pour être plus riches en glucose (Snyman, 2006). Différents auteurs ont montré une relation significative entre l'alimentation en eau de la vigne et la composition en sucres du moût (Morlat, 2010). Comme on peut le voir sur la *figure 1.6-4* dans laquelle la contrainte hydrique est évaluée par le

potentiel de la tige à maturité, une contrainte hydrique modérée correspond à une teneur en sucre réducteur plus élevée (Tregoat *et al.*, 2002). Chez les plantes trop vigoureuses, la croissance continue plus longtemps et la maturation des sucres est concurrencée par la croissance des entre-nœuds. La concentration en sucres des baies augmente plus lentement et plus tardivement (Reynier, 2007).

Lors de la fermentation alcoolique, les sucres vont se transformer en alcool. Cependant, en fonction de leur teneur initiale dans le moût, une partie n'est pas transformée et on parle alors de sucres résiduels. Légalement, un vin sec doit renfermer un maximum de 4 g de sucres résiduels/L de vin (Conde *et al.*, 2007). Cependant, le vinificateur essaye souvent d'être bien en dessous de cette valeur pour éviter une altération du vin (Navarre et Langlade, 2002). Les vins moelleux quant à eux contiennent des quantités beaucoup plus importantes de sucres résiduels. C'est principalement sous forme de fructose que l'on retrouve les sucres résiduels des vins secs. (Taillandier et Bonnet, 2005). En effet, les transporteurs d'hexoses, intervenant durant la fermentation alcoolique, ont une préférence pour le glucose (Conde *et al.*, 2007).

1.6.2 Les alcools

L'éthanol est l'alcool principal du vin. Il est obtenu lors de la fermentation des hexoses par les levures. Il représente entre 8 et 17% du volume d'un vin (Navarre et Langlade, 2002). Le titre alcoométrique volumique (TAV) permet de déterminer le contenu en alcool d'un vin. Il correspond au nombre de litres d'éthanol contenu dans 100 litres de vin, mesure réalisée à la température de 20°C. Il doit se situer au-dessus d'une valeur seuil qui dépend du type de vin, de la localisation géographique du vignoble et de la classification hiérarchique telle que vin de table ou appellation d'origine contrôlée (AOC) (Navarre et Langlade, 2002).

Les différentes espèces de levures ont des sensibilités variables au TAV. Par exemple, *Saccharomyces cerevisiae var. oviformis* n'est dérangée qu'à partir de 12 à 14% de TAV alors que certaines levures sont dérangées dès 5% de TAV (Delanoë *et al.*, 2001). Si le moût est fort sucré, la concentration en alcool sera élevée et risque d'inhiber l'activité levurienne, laissant des sucres résiduels dans le vin (Delanoë *et al.*, 2001). À faible concentration, l'éthanol a une saveur sucrée tandis qu'à plus forte concentration, il donne lieu à une perception brûlante (Navarre et Langlade, 2002).

Les alcools diminuent la solubilité du tartre et durant la fermentation, on observe une baisse de l'acidité totale du vin due à la précipitation des sels tartriques (Delanoë *et al.*, 2001). Lors de la fermentation, des enzymes du raisin hydrolysent des pectines et forment du méthanol. On en retrouvera en plus grande quantité dans des vins où il y a eu une étape de macération pelliculaire durant la vinification (Taillandier et Bonnet, 2005).

On retrouve également des alcools supérieurs et terpéniques dans le vin. Ils contribuent à l'aromaticité du vin et seront abordés dans le *paragraphe 1.7.1* concernant les arômes du vin.

1.6.3 Les acides organiques

Le pH des raisins est un des paramètres les plus importants pour la qualité du raisin et du futur vin produit (Conde *et al.*, 2007). Il dépend principalement de trois facteurs (Conde *et al.*, 2007) :

- le rapport entre l'acide malique et l'acide tartrique ;
- la quantité totale d'acides présents ;
- la teneur en potassium présent.

La pulpe de raisin contient surtout deux acides organiques faibles, l'acide L-(-)-malique et l'acide L-(+)-tartrique, contribuant à 90% de l'acidité totale d'un moût (Roubelakis-Angelakis, 2013; Taillandier et Bonnet, 2005). On retrouve également d'autres acides comme l'acide citrique mais en quantité environ dix fois moindre (Taillandier et Bonnet, 2005). Ces acides sont stockés dans les vacuoles des cellules de la pulpe majoritairement.

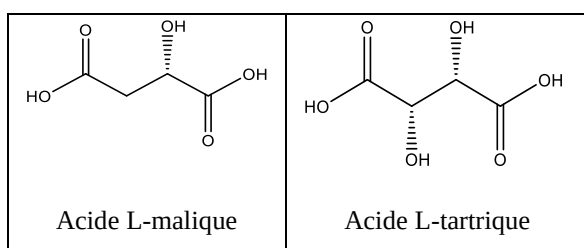


Figure 1.6-5. Structure de l'acide L-malique et de l'acide L-tartrique.

La vigne semble une des rares plantes à synthétiser de l'acide L-(+)-tartrique, acide faible mais cependant le plus fort au sein du raisin (Taillandier et Bonnet, 2005; Navarre et Langlade, 2002) et le plus résistant à l'action des bactéries (Bonder, 2014). Il est obtenu par la cassure d'hexoses au niveau de la liaison des carbones C4 et C5 (Navarre et Langlade, 2002).

Il est principalement synthétisé dans les organes en voie de croissance comme les raisins verts mais peut également venir des jeunes feuilles. Lors de la vinification, il pourra être dégradé par les bactéries lactiques, on parle de fermentation tarthro-lactique. Par contre, les levures n'ont quant à elles pas d'action sur l'acide tartrique (Taillandier et Bonnet, 2005).

L'acide L-(-)-malique est quant à lui synthétisé dans tous les fruits au niveau des tissus chlorophylliens de la plante, c'est-à-dire dans les feuilles et les baies vertes (Conde *et al.*, 2007). Il provient soit de l'hydrogénation de l'acide oxaloacétique, soit de sucres par l'intermédiaire de l'acide pyruvique, soit de l'acide citrique (Navarre et Langlade, 2002). Il joue un rôle de vecteur d'énergie et sera stocké en cas de bilan énergétique positif pour être dégradé par la suite. Remarquons cependant que cette capacité à brûler l'acide malique dépend des cépages (Navarre et Langlade, 2002).

L'acide citrique est également fort présent chez les végétaux et principalement dans les agrumes (Navarre et Langlade, 2002). Actuellement, sa voie de synthèse reste non élucidée et mal connue, il pourrait être synthétisé dans les raisins ou les racines.

Au cours du développement annuel de la vigne, la quantité d'acides du raisin va varier. La valeur maximale se situe un peu avant la véraison pour ensuite ne faire que diminuer. Comme on peut l'observer à la *figure 1.6-6*, contrairement à l'acide tartrique, la concentration en acide malique varie considérablement à mesure que les baies se développent et mûrissent. Il s'accumule dans les cellules charnues à la fin de la première phase de croissance et atteint une valeur maximale juste avant véraison (Conde *et al.*, 2007). Ensuite, au début de la maturité de la baie, la concentration en acide malique diminue. Cette

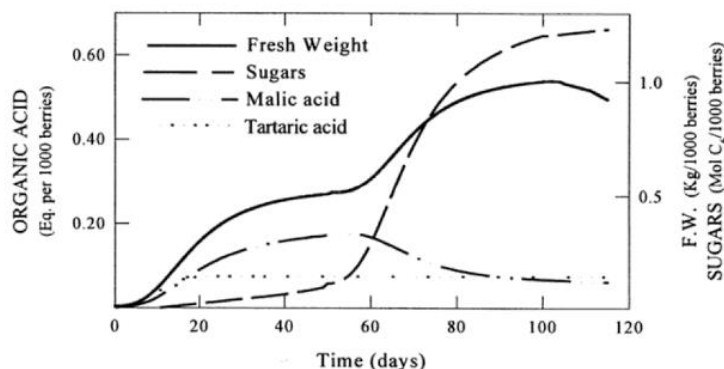


Figure 1.6-6. Évolution de la concentration en acides organiques de la baie de raisin au cours du temps (Terrier *et al.*, 2001).

diminution est due à différents phénomènes. Tout d'abord, par la dilution du suc vacuolaire lors du grossissement du grain de raisin mais ensuite et surtout par la combustion de l'acide malique pour répondre aux besoins énergétiques de la baie (Conde *et al.*, 2007).

La proportion entre acide malique et acide tartrique dépend de nombreux facteurs tels que le cépage, le porte-greffe, la nutrition minérale et les conditions climatiques (Roubelakis-Angelakis, 2013). Les régions froides produisent généralement des raisins plus riches en acide malique, alors que c'est l'inverse pour les régions chaudes (Conde *et al.*, 2007). Le régime hydrique est également important. En effet, s'il est limitant, l'acide malique sera présent en plus faible concentration (Tregoat *et al.*, 2002). L'enherbement modifie également la composition en acides présents au moment des vendanges, il permet de diminuer le taux d'acide malique et de conserver voire d'augmenter celui de l'acide tartrique (Morlat, 2010).

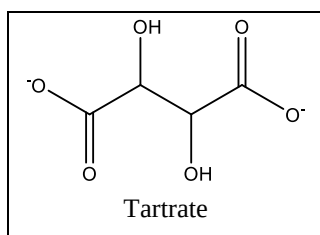


Figure 1.6-7. Structure du tartrate.

Dans le vin, on retrouve également de nombreux acides sous forme libre ou sous forme de sels d'acides. À une concentration optimale, l'acidité du vin permet sa conservation en inhibant des ferments de maladie et lui apporte de la fraîcheur (Navarre et Langlade, 2002 ; Conde *et al.*, 2007). En général, l'acidité est moins importante dans le vin que dans le moût et on retrouve souvent quelques g d'acides/L de différence. En effet, la teneur en acide tartrique diminue avec le temps car il se combine avec le potassium et le calcium, ce qui provoque la formation de précipités de bitartrate de potassium et de tartrate de calcium durant le vieillissement du vin. (Conde *et al.*, 2007; Taillandier et Bonnet 2005). On retrouve environ deux tiers de l'acide tartrique initialement présent dans le moût dans le vin fini.

L'acide malique est l'acide du vin le plus fragile et confère un goût de fruit vert au vin (Conde *et al.*, 2007). Pendant la fermentation alcoolique, il est consommé en partie par les levures mais c'est durant la fermentation malolactique (quand elle est effectuée) que sa concentration

diminue le plus. En effet, l'acide malique est alors transformé en acide lactique et on observe une augmentation du pH puisque l'acide malique est un acide plus fort que l'acide lactique.

L'acide citrique donne un goût frais, d'agrumes, aux vins. Il peut également être dégradé par les bactéries lactiques et donner de l'acide lactique et dans certains cas de l'acide acétique ainsi que des substances acétoïniques telles que le 2,3-butanediol, le diacétyle et l'acétoïne (Taillandier et Bonnet, 2005). Cependant, l'acide acétique n'est pas attendu dans un vin et sa présence en trop grande quantité peut être problématique (Conde *et al.*, 2007).

D'autres acides peuvent apparaître durant les fermentations. On retrouve notamment l'acide succinique qui est un des principaux produits secondaires de la fermentation alcoolique et les acides fumariques et oxaloacétiques dont les structures sont observables à la *figure 1.6-8* (Navarre et Langlade, 2002).

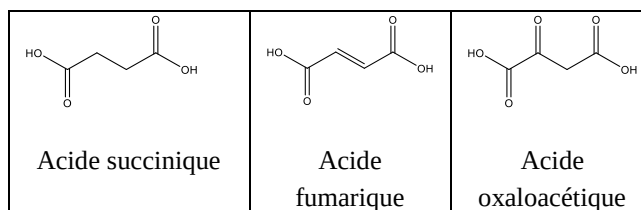


Figure 1.6-8. Structure de l'acide succinique, de l'acide fumarique et de l'acide oxaloacétique.

1.6.4 Les composés phénoliques

Les composés phénoliques du vin sont des molécules composées d'une ou plusieurs fonctions phénoliques (Navarre et Langlade, 2002). Ils contribuent à la couleur et à la qualité organoleptique de nombreux produits alimentaires dont le vin (Conde *et al.*, 2007 ; Taillandier et Bonnet 2005). Ils jouent également un rôle dans la conservation et le vieillissement du futur vin. Les composés phénoliques sont surtout situés dans la pellicule et les pépins du raisin et on les retrouve de manière beaucoup plus abondante dans les vins rouges que dans les vins blancs (Conde *et al.*, 2007; Adams 2006). Pour cette raison et puisque ce mémoire porte sur deux cépages blancs, le *Chardonnay* et le *Bianchetto del Metauro*, l'étude des composés phénoliques du raisin et du vin ne sera pas plus approfondie.

1.6.5 Les substances azotées

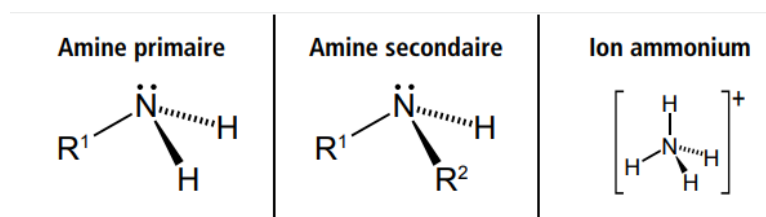


Figure 1.6-9. Structures des formes majoritaires de l'azote dans les moûts.

alors que l'azote organique comprend les acides aminés primaires et secondaires, les polypeptides et les protéines (Lorenzini et Dienes-Nagy, 2016).

Comme on peut le voir dans le *tableau 1.6-1*, l'azote total du moût se trouve sous forme minérale et sous forme organique. L'azote minéral comprend l'azote ammoniacal

Tableau 1.6-1. Les principaux composés azotés du moût (repris de Lorenzini et Dienes-Nagy, 2016).

Azote total (N total)	0.2 à 1.7 g/L
Azote minéral	
Ammonium NH_4^+	5 à 10% de l'azote total
Azote organique	
Acide aminés	60 à 80% de l'azote total
Polypeptides	10 à 30 % de l'azote total
Protéines	2 à 5 % de l'azote total

La teneur en azote ammoniacal diminue au fur et à mesure de la maturation du raisin (Hilbert *et al.*, 2003). Un enherbement et une maturité prolongée favorisent cette diminution en azote (Navarre et Langlade, 2002).

Les acides aminés sont composés d'une fonction amine et d'une fonction acide, on parle de corps amphotères (Navarre et Langlade, 2002). Dans tous les cépages, la proline, l'arginine et le glutamate sont les acides aminés les plus abondants (Lallemand, 2015). Contrairement aux autres acides aminés dont la teneur diminue avec la maturation, la teneur en proline a tendance à augmenter lorsque les baies de raisins mûrissent (Navarre et Langlade, 2002). Cependant, la proline est le seul acide aminé qui n'est pas assimilé par les levures (Lallemand, 2015).

Les peptides sont formés lorsque la fonction acide d'un acide aminé réagit avec la fonction amine d'un autre. On assiste à la création de liens peptidiques qui permettent la polymérisation par condensation (Navarre et Langlade, 2002).

La troisième forme d'azote organique sont les protéines dont le poids moléculaire est supérieur à 10 000 Da (Taillandier et Bonnet, 2005). On les sépare en holoprotéines, structures comprenant uniquement des protéines, et hétéroprotéines, structures renfermant des substances non protéiques telles que des sucres et des lipides (Navarre et Langlade, 2002). Durant la maturation du raisin, la teneur en protéines a tendance à augmenter mais à maturité, elles ne représenteront que 3 % de l'azote organique du raisin (Navarre et Langlade, 2002).

Les substances azotées sont présentes dans l'ensemble des parties de la baie de raisin mais principalement dans la pellicule et les pépins (Navarre et Langlade, 2002). La composition en azote varie également en fonction des conditions culturales, du sol et du cépage. Par exemple, le Chardonnay est reconnu pour sa richesse en éléments azotés (Taillandier et Bonnet, 2005).

Pour leur croissance et leur métabolisme, les levures vont utiliser certaines formes d'azote qu'on appelle l'azote assimilable. Dans les moûts, l'azote assimilable par les levures se retrouve principalement sous deux formes, les ions ammoniums qui représentent environ 20 % et les acides aminés primaires qui représentent environ 80 % (Lorenzini & Dienes-Nagy, 2016). On remarque donc que la proline, étant un acide aminé secondaire, ne contribue pas à augmenter la teneur en azote assimilable pour les levures. Les bactéries lactiques peuvent elles aussi assimiler de l'azote sous forme d'acides aminés, de peptides et partiellement de protéines (Taillandier, 2011).

Le cépage, la région et l'année vont avoir une grande importance sur la quantité d'azote assimilable. D'un moût à l'autre, on peut observer un facteur 10 dans les quantités d'azote assimilable (Taillandier, 2011). On parle de carence en azote assimilable lorsqu'il y en a moins que 150-200 mg d'azote/L de moût. On aura alors une fermentation languissante, voire stoppée, et une production de H_2S (Taillandier, 2011). En effet, les levures se trouvant dans un milieu carencé vont dégrader les acides aminés soufrés tels que la méthionine et la cystéine afin de produire du H_2S (Ferrari, 2002). C'est principalement dans les zones méridionales que l'on observe ce type de carence (Sablayrolles *et al.*, 2015). Un excès d'azote peut également poser un problème. Dans des moûts trop riches en azote, on aura tendance à retrouver davantage de carbamate d'éthyle et d'urée. L'urée sera formée pendant la fermentation à partir de l'arginine (Ferrari, 2002). Les structures de ces différents composés sont observables sur la *figure 1.6-10*.

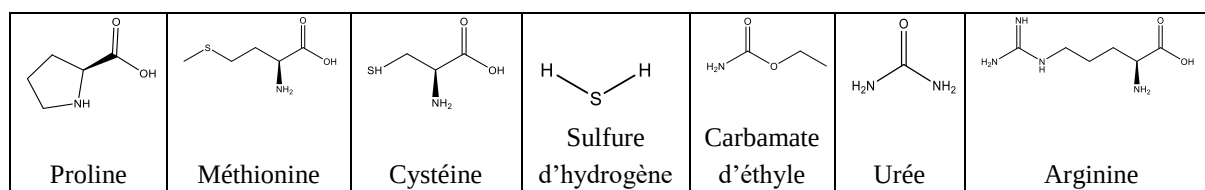


Figure 1.6-10. Structure de la proline, de la méthionine, de la cystéine, du sulfure d'hydrogène, du carbamate d'éthyle, de l'urée et de l'arginine.

À partir de la véraison, les teneurs en azote du raisin n'évoluent presque plus. D'un point de vue aromatique, il est préférable de remédier au déficit en azote directement dans le vignoble plutôt que de compléter le moût en azote une fois qu'il se retrouve en cuve (Bazireau, 2016). Si on ajoute de l'azote durant la vinification, il faut idéalement l'ajouter après le premier tiers de la fermentation alcoolique car à ce moment-là, la population de levures est au maximum et l'azote disponible a été entièrement utilisé. Si on ajoute de l'azote au début de la fermentation, on aura une très grande population levurienne mais très vite on observera une carence en azote (Lallemand, 2015).

L'azote assimilable joue deux rôles majeurs. Premièrement, c'est un facteur de croissance essentiel pour les levures durant la fermentation car il contribue à sa protéosynthèse (5-10% de la masse cellulaire totale) (Taillandier, 2011) et au transport de sucres. Deuxièmement, il participe à la biosynthèse d'arômes fermentaires (également appelés arômes secondaires) par les levures (Lallemand, 2015).

Lors de la fermentation alcoolique, c'est d'abord l'azote minéral qui va être utilisé et qui va permettre la multiplication des cellules de levures. Environ 3 jours après le début de la fermentation alcoolique, le stock d'azote minéral sera épuisé et les levures vont alors utiliser l'azote sous sa forme organique. C'est cette dernière forme d'azote qui permettra principalement de synthétiser les arômes. Idéalement, avant de commencer la fermentation alcoolique, il faudrait 60 mg d'azote sous forme minérale/L et 120 mg d'azote sous forme organique/L (Bazireau, 2016).

Comme dit précédemment, le métabolisme de l'azote entraîne la formation de nombreux composés aromatiques tels que des alcools supérieurs, des acétates d'esters et des esters éthyliques. La formation d'esters est corrélée positivement à la teneur en azote du moût sauf celle de l'acétate de 2-phényléthanol qui est corrélée négativement à la teneur en azote du moût

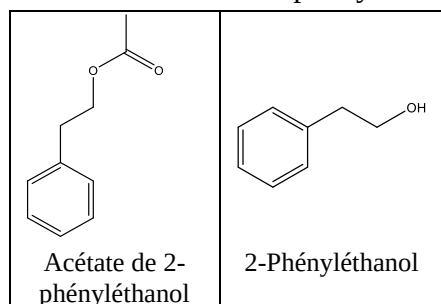


Figure 1.6-11. Structure de l'acétate de 2-phényléthanol et du 2-phényléthanol.

et celle du 2-phényléthanol qui est corrélée négativement à la teneur en acides aminés du moût (*figure 1.6-11*) (Ferrari, 2002). Différentes expériences dans lesquelles on ajoutait de l'azote, tantôt sous forme organique et tantôt sous forme inorganique, ont permis de confirmer ces résultats. Une efficacité supérieure de l'azote organique par rapport à l'azote minéral pour l'optimisation de la formation d'esters a été remarquée comme on peut l'observer sur la *figure 1.6-12* (Lallemand, 2015).

Concernant les alcools supérieurs, de nombreux auteurs ont également établi une corrélation entre la quantité d'acides aminés dans le moût et la quantité d'alcools supérieurs créés mais contrairement aux esters, l'addition d'azote dans un moût carencé induit une diminution des alcools supérieurs (Ferrari, 2002).

En ce qui concerne les thiols, une grande quantité d'ammonium en début de fermentation alcoolique a tendance à limiter la libération de thiols variétaux. En effet, l'ammonium joue le rôle de répresseur de la synthèse des transporteurs d'acides aminés à l'intérieur de la levure. Cela limite la pénétration des précurseurs de thiols de type cystéinylylé dans la cellule et donc leur conversion intracellulaire en thiol volatil. Dans ce cas, il a également été montré que les formes organiques d'azote étaient favorables à la conversion et à l'expression des thiols (Lallemand, 2015).

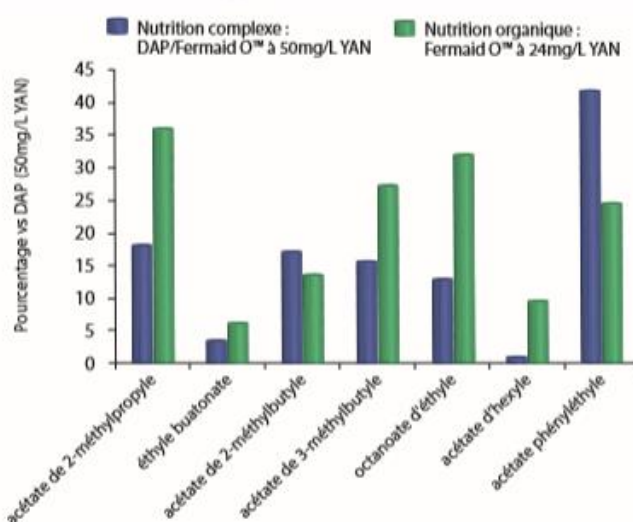


Figure 1.6-12. Production d'ester d'un Chardonnay fermenté au moyen de deux sources d'azote différentes d'après Lallemand, 2015.

L'acétaldéhyde, le diacétyl et l'acétoïne sont les principaux composés carbonylés produits par la levure. Une carence en azote provoque une diminution de la teneur en acétaldéhyde et une augmentation de celle en diacétyl (Ferrari, 2002).

Puisqu'une bonne partie des substances azotées sont assimilées par les levures surtout sous forme d'ammonium et d'acides aminés (Taillandier et Bonnet, 2005), on en retrouve peu dans le vin. La consommation d'ammonium par les levures entraîne une plus grande acidification des milieux que la consommation d'acides aminés (Conde *et al.*, 2007). Les microorganismes excrètent également des substances azotées principalement sous forme d'acides aminés. La

nature de ces derniers va changer par rapport à ce qu'on retrouvait dans le raisin (Taillandier et Bonnet, 2005). Les acides aminés proviennent de différentes sources. Tout d'abord de l'excrétion des levures et de la libération par protéolyse lors de l'autolyse des levures mortes ou par dégradation enzymatique des protéines du raisin (Conde *et al.*, 2007).

Les acides aminés servent également de précurseurs pour la synthèse de composés aromatiques tels que les alcools supérieurs, certains acides tels que l'acide isobutyrique et certains esters tels que l'acétate d'isoamyle (Conde *et al.*, 2007).

1.6.6 Les enzymes

Les enzymes sont des protéines jouant un rôle de catalyseur biologique (en accélérant des réactions biochimiques). Elles sont spécifiques à un type de réaction et à un substrat particulier et agissent dans des conditions de pH et de température définies. Dans le raisin, on retrouve deux catégories principales d'enzymes, les enzymes d'oxydation et les enzymes d'hydrolyse (Navarre et Langlade, 2002).

Parmi les enzymes d'oxydation, on trouve la tyrosinase responsable de l'oxydation des phénols. Sa teneur est variable et est déterminée en fonction du cépage et de la maturité du raisin (Taillandier et Bonnet, 2005) mais elle est très active durant la croissance herbacée de la vigne (Navarre et Langlade, 2002). La lipoxygénase est une autre enzyme responsable de phénomènes d'oxydation. Elle provient de l'oxydation en cascade des lipides de la pellicule et des pépins (Navarre et Langlade, 2002).

Les protéases hydrolysent les liaisons peptidiques des protéines et permettent la libération d'acides aminés. Dès lors, les protéases peuvent apporter des nutriments sous forme d'acides aminés aux levures mais notons que l'alcool éthylique produit lors de la fermentation alcoolique a tendance à inhiber leur activité (Taillandier et Bonnet, 2005).

Dans le groupe des enzymes d'hydrolyse, on trouve également les glycohydrolases dont les substrats sont les glucides et qui hydrolysent les liaisons osidiques (Navarre et Langlade, 2002). Les invertases transforment le saccharose en glucose et en fructose et sont également produites par les levures (Taillandier et Bonnet, 2005). D'autres enzymes d'hydrolyse, comme les pectinases et les glycosidases sont retrouvées dans les raisins.

Dans les vins, on retrouve des centaines d'enzymes qui sont tant d'origine végétale que microbienne et qui peuvent être intra- ou extracellulaires, endogènes ou exogènes (Taillandier et Bonnet, 2005).

1.6.7 Les vitamines

L'homme étant incapable de les synthétiser, les vitamines doivent donc être apportées par l'alimentation. Chimiquement, ce sont des molécules que l'on trouve sous forme liposoluble (vitamine A, D, E, et K) et hydrosoluble (B, PP, C, et P). Les vitamines liposolubles se trouvent dans les pépins de raisins (Navarre et Langlade, 2002). Dans le vin, on retrouve principalement les vitamines B, C et P.

La vitamine C, également appelée acide ascorbique, se retrouve dans les moûts à des concentrations avoisinant 50 mg/L. L'acide ascorbique est un excellent antioxydant (Taillandier et Bonnet, 2005).

Les vitamines B sont des coenzymes qui jouent deux rôles lors de la fermentation alcoolique. Premièrement, elles activent la réaction de fermentation et deuxièmement, elles sont des facteurs de croissance des levures (Navarre et Langlade, 2002). Dans le raisin, on retrouve les vitamines B1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12 (Taillandier et Bonnet, 2005).

Certaines vitamines vont se retrouver à des concentrations beaucoup moins importantes dans le vin que dans le moût, c'est le cas de la vitamine B1 et de la vitamine C. D'autres vitamines sont en revanche inexistantes ou peu présentes dans les moûts et présentes en plus grandes quantités dans les vins. Parmi celles-ci, on retrouve la vitamine B2, qui est excrétée par les levures durant la fermentation alcoolique, les vitamines B6, B7, B12 et la vitamine P. D'autres encore, comme les vitamines B3, B5 et B10, sont présentes en quantités identiques dans les moûts et les vins (Taillandier et Bonnet, 2005).

1.6.8 Les substances minérales

Les vignes puisent les éléments qui leur sont nécessaires dans le sol. Dans les moûts, on retrouve des substances minérales sous forme de sels. On classe les anions et les cations de ces sels en éléments majeurs, oligoéléments et éléments traces (Navarre et Langlade, 2002). On retrouve les substances minérales du raisin dans les parties solides du raisin, c'est-à-dire dans la pellicule, les pépins, les parois et les vacuoles des cellules de la pulpe (Navarre et Langlade, 2002). Leurs concentrations augmentent durant la maturation. Parmi les éléments majeurs, le potassium est celui qu'on retrouve en plus grande quantité. Sa teneur varie en fonction de la nature du sol, du cépage, du porte-greffe et de la maturité du raisin (Taillandier et Bonnet, 2005). Après le potassium, le calcium est le second élément le plus abondant dans le moût (Taillandier et Bonnet, 2005). Un autre cation important retrouvé dans les moûts est le phosphore.

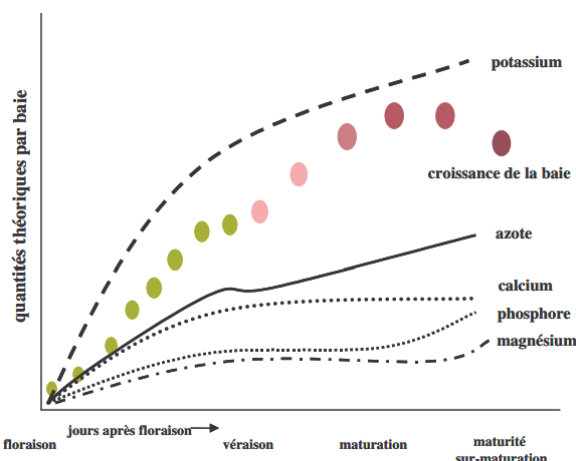


Figure 1.6-13. Évolution des principaux éléments minéraux d'un cépage de type Riesling.

Comme on peut l'observer sur la figure 1.6-13, l'azote et le potassium sont accumulés avant et après véraison. Le calcium, le phosphore et le magnésium, *trois éléments majeurs*, vont principalement être accumulés avant la véraison (Deloire, 2007).

On retrouve également des substances minérales dans le vin mais en proportions différentes. Certaines substances minérales vont former des sels généralement peu solubles et on observera donc une diminution de leurs concentrations. Les traitements établis durant la vinification tels que le collage ou le sulfitage peuvent également en modifier la concentration.

Concernant le potassium, on en retrouve plus dans les moûts que dans les vins car une partie va précipiter sous forme de bitartrate de potassium. Le calcium précipite également sous forme de tartrate de calcium mais contrairement au bitartrate de potassium, de manière indépendante de la température, ce qui peut parfois être difficile à contrôler durant la vinification (Taillandier et Bonnet, 2005).

Les sels de magnésium étant solubles dans le vin, on n'observe donc pas de diminution de cation durant la fermentation (Taillandier et Bonnet, 2005).

La teneur en phosphore dans les vins est assez variable puisque certains viticulteurs l'apportent sous forme de phosphate d'ammonium afin de faciliter la croissance des levures durant la fermentation (Taillandier et Bonnet, 2005).

1.6.9 Les substances aromatiques

Les substances aromatiques retrouvées dans la baie de raisin sont souvent appelées « arômes primaires » ou « arômes variétaux ». On les retrouve principalement dans les cellules hypoépidermiques de la pellicule (Navarre et Langlade, 2002). Cependant, on peut également en retrouver dans les autres parties de la baie comme dans la pulpe et les pépins. Par exemple, les rafles et les pépins contiennent des arômes ayant une odeur « herbacée » (Moisseff et Casamayor, 2006). Ces arômes proviennent du raisin mais dépendent fortement du terroir de la vigne. Il est intéressant de déguster le moût de raisins pour déterminer ces arômes caractéristiques même si des arômes secondaires sont déjà présents puisqu'on peut rencontrer des levures sauvages dans le moût ayant déjà initié la fermentation (Moisseff et Casamayor, 2006).

Dans le raisin, on retrouve les arômes sous forme libre et liée à des sucres, des acides aminés, des peptides et d'autres molécules. Les formes libres correspondent à des composés de faibles masses moléculaires. Elles peuvent générer une odeur car elles sont volatiles et capables d'atteindre les récepteurs olfactifs des fosses nasales tandis que les formes liées (précurseurs d'arômes), sont inodores car bien plus lourdes. Par clivage durant la vendange, la vinification ou le vieillissement, on obtiendra de nouveaux composés odorants (Morakul, 2011). Dans le raisin, on retrouve principalement comme précurseurs d'arômes des glycosides de terpènes et de caroténoïdes et des composés cystéinés et glutathionés précurseurs des thiols polyfonctionnels du vin (Navarre et Langlade, 2002).

Dans le vin, en plus de ces « arômes primaires », on retrouve deux autres catégories d'arômes. Les arômes appelés arômes fermentaires/secondaires, produits par les levures durant la fermentation alcoolique et malolactique quand elle a lieu, ainsi que durant certaines macérations (Moisseff et Casamayor, 2006). Lorsque le vin vieillit, de nouveaux arômes apparaissent, on parle « d'arômes de vieillissement » également appelés arômes d'élevage ou encore tertiaires. Ils apparaissent durant l'élevage du vin en fûts puis en bouteilles (Moisseff et Casamayor, 2006). Les familles de composés aromatiques retrouvés dans le vin seront présentées dans le *sous-chapitre 1.7* suivant cette section.

1.7 Les familles aromatiques du vin

1.7.1 La famille des alcools supérieurs

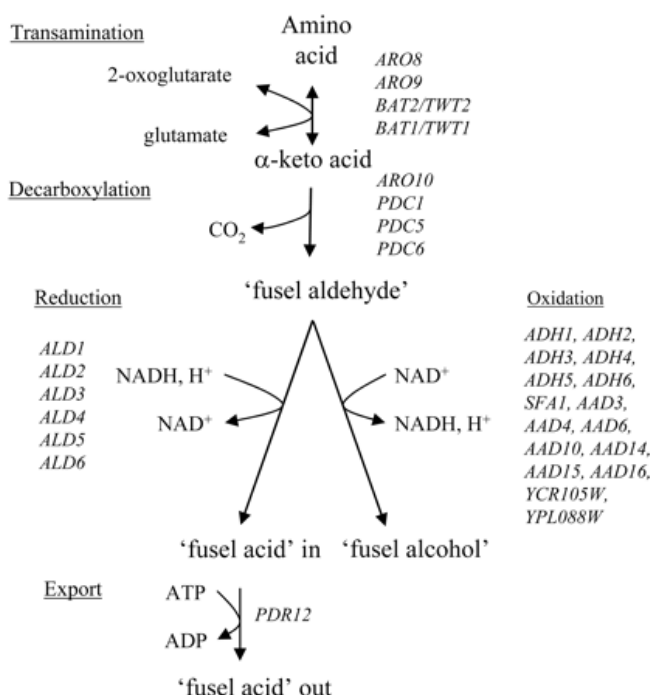


Figure 1.7-1. La voie d'Ehrlich (Hazelwood *et al.*, 2008).

Les alcools supérieurs sont des composés aromatiques libérés en tant que produits secondaires du métabolisme des levures durant la fermentation alcoolique. Lorsqu'ils sont en concentration inférieure à 300 mg/L de vin, on dit qu'ils ont une influence positive sur le vin alors qu'en concentration supérieure à 400 mg/L de vin, on dit souvent qu'ils ont une influence négative (Lonvaud *et al.*, 2010). Dans les moûts, ils sont pratiquement absents tandis que dans les vins, on les retrouve en concentrations relativement élevées avec des teneurs souvent supérieures à 100 mg/L de vin. (Oliveira *et al.*, 2011).

Les alcools supérieurs proviennent de deux voies métaboliques principales.

Premièrement, ils sont obtenus par une réaction de catabolisme faisant intervenir les acides aminés et deuxièmement via une réaction d'anabolisme des glucides (Lonvaud *et al.*, 2010).

La première voie métabolique faisant intervenir la réaction d'Ehrlich est illustrée à la figure 1.7-1. L'acide aminé est désaminé et oxydé en acide cétonique, puis cet acide est décarboxylé et réduit en alcools supérieurs correspondants (Lonvaud *et al.*, 2010). En effet, l'alcool isobutyrique, l'alcool amylique et l'alcool isoamylique sont respectivement apparentés à la valine, à l'isoleucine et à la leucine dont les structures sont observables à la figure 1.7-2 (Gonzalez et Morales, 2017).

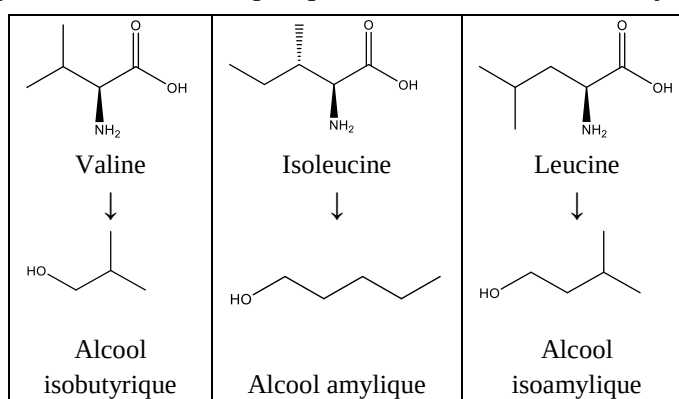


Figure 1.7-2. Structures des acides aminés (valine, isoleucine et leucine) et des alcools supérieurs correspondants (alcool isobutyrique, alcool amylique, alcool isoamylique).

Dans le cas de la seconde voie métabolique, l'acide cétonique est formé par le catabolisme glucidique. Dans certains cas, les acides cétoniques sont engagés dans la synthèse d'autres acides aminés plutôt que d'être réduits en alcools (Oliveira *et al.*, 2011). On remarque que, malgré la décomposition des acides aminés en alcools

supérieurs, on retrouve ces alcools supérieurs dans des milieux carencés en acides aminés (Gonzalez et Morales, 2017).

La voie d'Ehrlich semble donc avoir une contribution mineure dans la quantité totale en alcools supérieurs produite. Le métabolisme du carbone joue donc un rôle majeur dans la formation de ces métabolites (Gonzalez et Morales, 2017).

Plusieurs critères peuvent jouer un rôle sur la production de ces alcools. Remarquons que la nature de la souche de la levure est très importante. La température de fermentation est également déterminante dans la formation des alcools supérieurs. Une température élevée aura tendance à augmenter leurs concentrations (Lonvaud *et al.*, 2010 ; Navarre et Langlade 2002).

1.7.2 La famille des esters

Les esters présents dans le vin lui confèrent des arômes fruités et « sucrés » relativement agréables (Robinson *et al.*, 2014). Les esters les plus présents dans le vin sont les esters éthyliques et les acétates d'acides gras qu'on retrouve souvent en plus grandes quantités dans les vins blancs (Robinson *et al.*, 2014).

La voie principale de synthèse des esters est réalisée par les levures. Ils sont aussi formés par l'acétylation d'alcools supérieurs via l'acétyl-CoA dans une réaction catalysée par l'enzyme alcool O-acétyltransférase présent dans la levure (Torrea *et al.*, 2003 ; Morakul, 2011). Les esters peuvent aussi être formés durant la fermentation malolactique et le vieillissement. Par exemple, le lactate d'éthyle (structure à la *figure 1.7-3*) est connu pour être directement lié à la concentration en acide lactique produite pendant la fermentation malolactique (Torrea *et al.*, 2003). Sa synthèse est corrélée au pourcentage de dégradation de l'acide malique (Sumbly *et al.*, 2010).

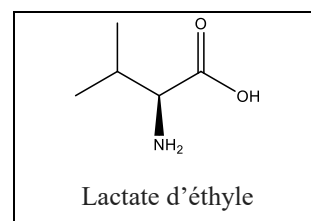


Figure 1.7-3. Structure du lactate d'éthyle

De nombreuses études ont également montré une variation de la concentration en esters durant le stockage du vin. En effet, les esters éthyliques d'acides gras ramifiés peuvent augmenter pendant le vieillissement du vin. Ces composés sont moins volatils que leurs analogues à chaîne linéaire mais ils restent des composés aromatiques du vin importants (Sumbly *et al.*, 2010).

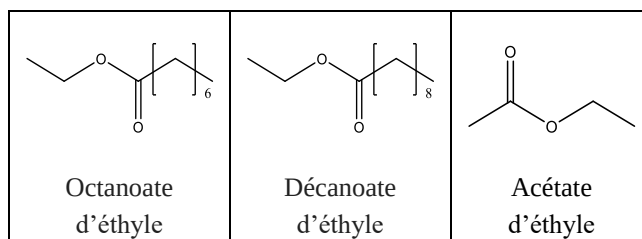


Figure 1.7-4. Structures de l'octanoate d'éthyle, du décanoate d'éthyle et de l'acétate d'éthyle

D'autres facteurs influencent la richesse et la nature en esters d'un vin. Une température plus froide de stockage permet d'avoir moins d'hydrolyse et par conséquent, une meilleure

conservation des arômes (Torrea *et al.*, 2003). Une température de fermentation plus élevée entraînera une production accrue d'octanoate et de décanoate d'éthyle. La souche de levure et les conditions de fermentation affectent également la production d'esters. Des quantités excessives d'azote peuvent également augmenter les concentrations en acétate d'éthyle et en acide acétique (Morakul, 2011). Les structures de ces différents composés sont observables sur la *figure 1.7-4*.

1.7.3 La famille des hétérocycles

Les hétérocycles présents dans le vin peuvent contenir de l'oxygène, de l'azote et du soufre. Les précurseurs des hétérocycles sont nombreux, on retrouve notamment les acides aminés, les glucides, les lipides et les vitamines (Fernandez *et al.*, 2002). Deux voies majeures de synthèse des hétérocycles apparaissent. Premièrement, des réactions enzymatiques ou de fermentation et deuxièmement, des réactions non enzymatiques, les réactions de Maillard (Fernandez *et al.*, 2002). Dans le cas de ces secondes réactions, on associe aux hétérocycles des odeurs de café, grillées ou encore rôties (Burin *et al.*, 2013). La réaction de Maillard est responsable de la saveur et de la couleur de nombreux produits alimentaires transformés (cuits, frits ou encore rôtis) (Burin *et al.*, 2013). Cependant, cette réaction peut également se dérouler dans certaines conditions sans nécessiter de chaleur. En effet, la présence de lies et le vieillissement du vin dans un environnement réducteur à pH et température faibles permettent également le déroulement d'une réaction de Maillard légèrement modifiée (Le Menn *et al.*, 2017). Comme on peut le voir sur la *figure 1.7-5*, durant la réaction de Maillard, le groupe carbonyle d'un sucre réducteur est attaqué par un groupe aminé d'un acide aminé afin de former une base de Schiff en équilibre avec un acide glycosylaminé. Ce dernier subit un réarrangement afin de former un dérivé stable. On parle de réarrangement d'Amadori dans le cas d'aldoses et de réarrangement de Heyns dans le cas des cétooses. Ensuite, ces composés peuvent réagir avec une large gamme de composés et former entre autres des hétérocycles. Certains des composés obtenus vont ensuite pouvoir polymériser (Machiels et Istasse, 2002). Les produits les plus odorants de la réaction de Maillard sont des composés hétérocycliques oxygénés, azotés ou encore soufrés à 5 ou 6 chaînons (Burin *et al.*, 2013).

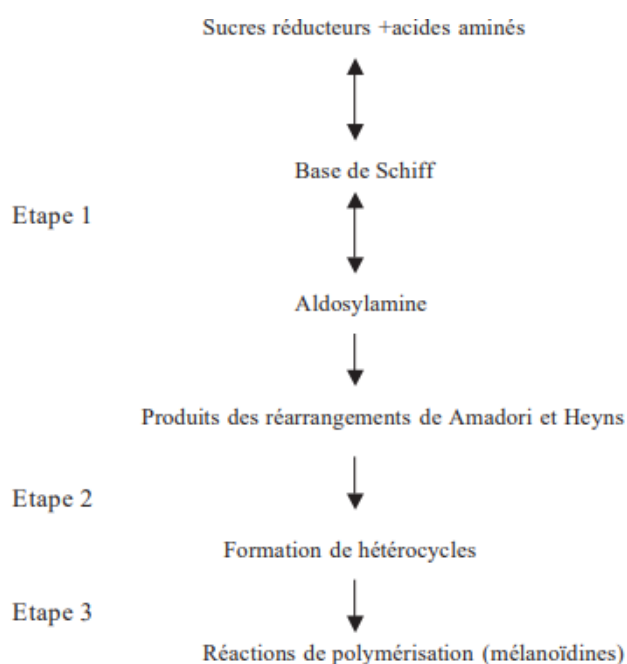


Figure 1.7-5. Les étapes principales de la réaction de Maillard (Machiels et Istasse, 2002).

Figure 1.7-5. Les étapes principales de la réaction de Maillard (Machiels et Istasse, 2002).

Comme on peut le voir sur la *figure 1.7-5*, durant la réaction de Maillard, le groupe carbonyle d'un sucre réducteur est attaqué par un groupe aminé d'un acide aminé afin de former une base de Schiff en équilibre avec un acide glycosylaminé. Ce dernier subit un réarrangement afin de former un dérivé stable. On parle de réarrangement d'Amadori dans le cas d'aldoses et de réarrangement de Heyns dans le cas des cétooses. Ensuite, ces composés peuvent réagir avec une large gamme de composés et former entre autres des hétérocycles. Certains des composés obtenus vont ensuite pouvoir polymériser (Machiels et Istasse, 2002). Les produits les plus odorants de la réaction de Maillard sont des composés hétérocycliques oxygénés, azotés ou encore soufrés à 5 ou 6 chaînons (Burin *et al.*, 2013).

Parmi les hétérocycles oxygénés, on retrouve les lactones qui feront l'objet d'un prochain paragraphe et les furanones. Les pyridines, les pyrazines, les pyrroles, les pyranones, les

oxazoles et les thiazoles contiennent un ou plusieurs atomes d'azote (Fernandez *et al.*, 2002). Les pyrazines peuvent provenir non seulement des réactions de Maillard mais aussi du métabolisme de la vigne. Les dérivés méthoxy sont notamment à l'origine des arômes végétaux et du défaut de poivron vert typiques du cépage Cabernet. On les retrouve dans la pellicule des raisins mais leur concentration diminue après véraison, d'autant plus lorsque la température et l'ensoleillement sont élevés (Navarre et Langlade, 2002).

1.7.4 La famille des composés soufrés

On retrouve cinq catégories de composés soufrés dans un vin ; les sulfures, les polysulfures, les hétérocycles soufrés qui ont déjà fait l'objet d'un paragraphe, les thioesters et les thiols (Swiegers *et al.*, 2005). Les composés soufrés sont retrouvés généralement en faible concentration mais sont des molécules très odorantes.

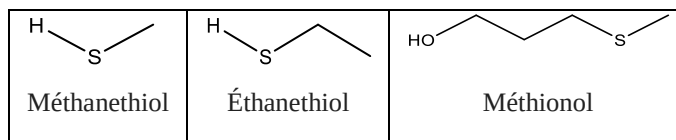


Figure 1.7-6. Structures de composés soufrés aux odeurs nauséabondes : le méthanethiol, l'éthanethiol et le méthionol.

Les thiols polyfonctionnels sont les plus puissants avec des seuils de perception au niveau du ppt (Taillandier et Bonnet, 2005). On associe historiquement aux thiols une contribution sensorielle désagréable (Swiegers *et al.*, 2005). Ces odeurs nauséabondes sont principalement dues aux molécules telles que le sulfure d'hydrogène, le méthanethiol, l'éthanethiol et le méthionol dont les structures sont représentées sur la *figure 1.7-6*. Cependant, certains thiols polyfonctionnels ont des arômes plus agréables et sont responsables de l'odeur de cassis, de pamplemousse, de goyave ou encore de fruit de la passion de certains vins (Dubourdieu et Tominaga, 2009).

Les thiols volatils se développeront principalement durant la fermentation. On les retrouve dans les baies de raisin principalement sous forme de précurseurs cystéinés ou glutathionés non volatils (Swiegers *et al.*, 2005). La teneur en précurseurs d'arômes cystéinés ou glutathionés dans le raisin dépend de différents facteurs viticoles tels que la conduite de la vigne, l'apport en eau et en azote ainsi que de la date de vendange (Roland *et al.*, 2011).

1.7.5 La famille des acides volatils

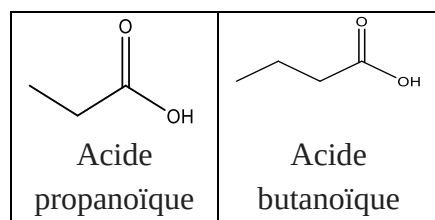


Figure 1.7-7. Structures de l'acide propanoïque et de l'acide butanoïque.

En général, on retrouve entre 0,5 et 1 g d'acides volatils /L de vin, ce qui représente entre 10 et 15% de la teneur totale en acides du vin (Swiegers *et al.*, 2005). L'acide acétique représente environ 90 % de ces acides volatils et devient répréhensible en donnant un caractère de vinaigre au vin aux alentours de son seuil de perception, c'est-à-dire entre 0,7 et 1,1 g/L. En général, une concentration entre 0,2 et 0,7 g/L d'acide acétique est optimale (Lambrechts et Pretorius,

2000). Les 10 % restants d'acides volatils contiennent principalement l'acide propionique et hexanoïque dont les structures sont reprises sur la *figure 1.7-7* (Swiegers *et al.*, 2005).

Les moûts ne contiennent normalement pas d'acides volatils. Ils sont apportés durant la fermentation alcoolique et malolactique et se développent durant la conservation du vin (Navarre et Langlade, 2002). Les acides gras à courte chaîne tels que l'acide acétique, propanoïque et butanoïque sont des sous-produits de la fermentation obtenus par l'intervention des bactéries. Les acides gras à chaîne moyenne (C_8 , C_{10} et C_{12}) sont produits par les levures lors de la biosynthèse d'acides gras à longue chaîne et peuvent agir comme inhibiteurs de la fermentation alcoolique. Les acides gras à chaîne longue, c'est-à-dire qui contiennent plus de 16 carbones, sont des précurseurs de la synthèse de nombreux composants lipidiques que l'on retrouve chez les levures. Ils ne sont pas présents sous forme libre mais on les retrouve souvent sous forme d'esters (Lambrechts et Pretorius, 2000). Mis à part les acides gras à chaîne longue, notons qu'au pH du vin, environ 95 % des acides sont présents sous forme libre (Taillandier et Bonnet, 2005).

1.7.6 La famille des composés carbonylés

Les cétones et les aldéhydes font partie des composés carbonylés. Ces composés apportent au vin des odeurs fruitées tels que la pomme et la noisette (Swiegers *et al.*, 2005).

À trop grande concentration, les aldéhydes peuvent être des marqueurs d'oxydation du vin et lui conférer des défauts organoleptiques. L'acétaldéhyde est l'aldéhyde qu'on retrouve en plus grande concentration dans le vin (Taillandier et Bonnet, 2005). Le pyruvate, qui est le produit final de la glycolyse, se transforme, grâce aux enzymes pyruvate décarboxylases, en acétaldéhyde qui est un des précurseurs de l'éthanol et donc un des principaux intermédiaires de la fermentation alcoolique.

Les composés cétoniques sont quant à eux produits via la bêta-oxydation et la décarboxylation des acides gras à longue chaîne issus du métabolisme des levures (Watts et Butzke, 2003). Un autre composé carbonylé important est le diacétyle qui apporte l'arôme de beurre. La levure en synthétise peu mais il apparaît surtout durant le métabolisme des bactéries lactiques qui utilisent l'acide citrique comme intermédiaire afin de le synthétiser (Swiegers *et al.*, 2005).

1.7.7 La famille des terpénoïdes

Les terpènes sont une classe d'hydrocarbures de formule globale $(C_5H_8)_n$ synthétisés à partir d'isopentényl pyrophosphate et de diméthylallyl pyrophosphate dont les structures sont reprises à la figure 1.7-8 (Robinson *et al.*, 2014). Les terpénoïdes sont des composés terpéniques oxygénés.

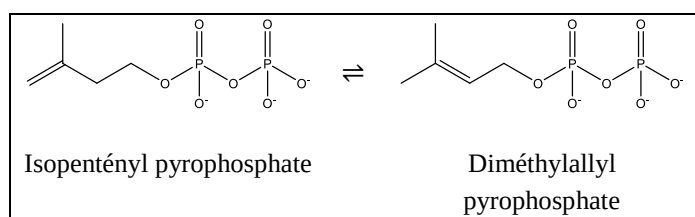


Figure 1.7-8. Structures de l'isopentényl pyrophosphate et du diméthylallyl pyrophosphate.

Les principaux terpénoïdes retrouvés dans le raisin sont principalement des monoterpénoïdes (C_{10}) et des sesquiterpénoïdes (C_{15}). On les retrouve dans le raisin en partie sous forme odorante mais principalement sous forme liée. La proportion varie en

fonction du cépage mais trois à dix fois plus de précurseurs que de formes libres sont trouvés dans le raisin (Navarre et Langlade, 2002). Les formes libres comme le linalol voient leur teneur augmenter durant la période de maturation du raisin (Navarre et Langlade, 2002). Les formes odorantes se trouvent principalement dans la pellicule et les précurseurs d'arômes dans la pulpe (Taillandier et Bonnet, 2005). Même s'ils sont présents en faible concentration, les terpénols ont souvent un impact majeur sur le profil aromatique des vins blancs (Marais, 1983).

Les terpénoïdes les plus retrouvés dans le vin sont le linalol, le géraniol, le nérol, l' α -terpinéol et l'hotriénol dont les structures sont reprises sur la *figure 1.7-9*. Ils dégagent des odeurs florales (Robinson *et al.*, 2014) comme par exemple l'odeur de rose conférée par le géraniol et le nérol et une odeur de coriandre apportée par le linalol (Marais, 1983).

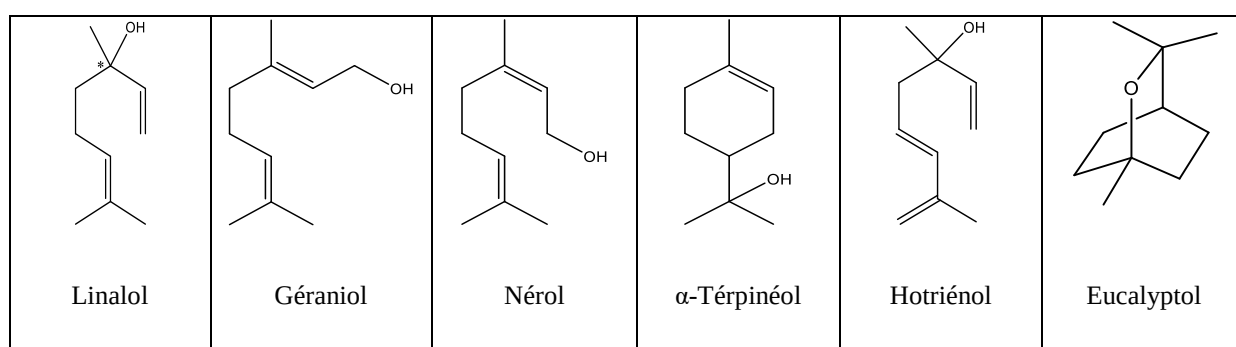


Figure 1.7-9. Structures du linalol, du géraniol, du nérol, de l' α -terpinéol, de l'hotriénol et de l'eucalyptol.

Certains terpénoïdes peuvent ne pas provenir de la grappe de raisin mais de matériaux végétaux entourant la vigne. Par exemple, l'eucalyptol se retrouverait dans les vins si des eucalyptus sont cultivés dans ou aux alentours du vignoble (Robinson *et al.*, 2014).

1.7.8 Famille des lactones

Les lactones proviennent de l'estérification intramoléculaire d'hydroxyacides (Taillandier et Bonnet, 2005) et donnent généralement une odeur fruitée ou semblable à la noix de coco (Pérez-Olivero *et al.*, 2014). Elles sont d'une grande diversité qui dépend de la nature des substituants sur les cycles et sur la chaîne latérale, du nombre de doubles liaisons ainsi que de leur configuration spatiale (Alchihab *et al.*, 2010).

On retrouve deux structures générales dans la composition des lactones, les γ -lactones et les δ -lactones qui, comme on peut l'observer sur la figure 1.7-10, résultent respectivement de la cyclisation des acides hydroxylés en position 4 et 5 (Dufossé *et al.*, 1994). Les δ -lactones sont généralement plus importantes que les γ -lactones car leurs seuils de perception sont inférieurs d'un ordre de grandeur pour des composés de poids moléculaires comparables.

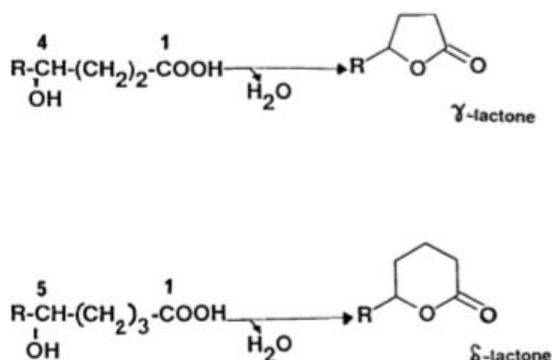


Figure 1.7-10. Formation des lactones à partir des acides hydroxylés (Dufossé *et al.*, 1994).

Dans les deux cas, le seuil de perception est rarement atteint mais, les lactones combinées peuvent contribuer à l'arôme du vin par des effets de synergie (Cooke *et al.*, 2009 ; Robinson *et al.*, 2014). Considérons par

exemple la famille des γ -lactones comprenant les composés suivants ; γ -octa, γ -nona, γ -delta, γ -undeca et γ -dodecalactones. Ces molécules ont toutes une odeur de noix de coco ou de pêche mais les teneurs dans le vin sont généralement en dessous du seuil de perception. Remarquons cependant que des arômes plus complexes ayant un impact important sur le profil aromatique global du vin peuvent être rencontrés. Ceci est expliqué par les phénomènes de synergie. Notons néanmoins que les études de synergie sont toujours compliquées à mener à bien et qu'elles sont peu disponibles dans la littérature.

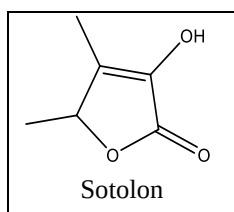


Figure 1.7-11. Structure du sotolon.

Certaines lactones proviennent du raisin comme le sotolon (figure 1.7-11) qu'on retrouve dans les vins dont les raisins ont été sujets à la pourriture noble (Taillandier et Bonnet, 2005). Dans les vins jeunes, il provient par contre d'une réaction entre l'acétaldéhyde (produit d'oxydation de l'éthanol) et l'acide α -cétobutyrique se déroulant dans une barrique non ouillée. D'autres lactones proviennent du bois de

chêne dans lesquels les vins sont élevés et vieillissent. On cite par exemple les whisky lactones qui sont les lactones les plus extractibles des fûts de chêne et dont la concentration augmente à mesure du vieillissement du vin dans le fût (figure 1.7-12) (Pérez-Olivero *et al.*, 2014).

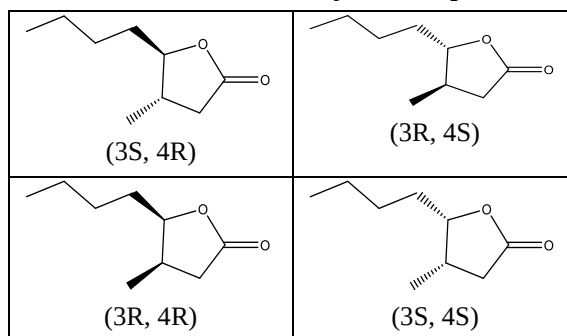


Figure 1.7-12. Structure des quatre stéréoisomères de la whisky lactone.

2. Matériel et méthodes - Partie sol

Ce mémoire se focalise sur l'étude des sols et des vins de deux cépages en particulier, le Chardonnay et le Bianchetto del Metauro. Alors que le Chardonnay est le cinquième cépage le plus cultivé sur Terre (Gavrilescu et Bois, 2016), le Bianchetto del Metauro est un cépage cultivé uniquement dans une petite région italienne. Ces deux cépages ont été étudiés dans trois vignobles différents. Le premier vignoble, Terracuda, se situe dans la commune de Fratte Rosa dans les Marches en Italie. C'est dans ce vignoble que l'on retrouve le cépage Bianchetto del Metauro. Les deux autres vignobles se situent en Belgique et cultivent, entre autres, du Chardonnay. Le premier est le domaine des Marnières situé à Warsage en province liégeoise. Le nom du second vignoble ne sera pas cité et on l'appellera dans la suite de ce mémoire « vignoble A ». Les deux pays choisis pour sélectionner les vignobles sont très différents sur le plan du climat et donc forcément de viticulture. En effet, l'Italie est déjà largement connue à l'échelle mondiale pour ses vins de qualité profitant du climat méditerranéen. La Belgique en revanche, commence depuis seulement quelques années à faire ses preuves et à voir de nouveaux vignobles se développer.

Il convient de signaler que les prélèvements de sols ont été réalisés avec Hélène Sosnowski. Dans chaque vignoble, nous avons prélevé à la tarière des échantillons de sols à différents endroits afin d'évaluer l'hétérogénéité pédologique de la parcelle. Grâce à cela, nous avons identifié de trois à six points de prélèvement par parcelle. Pour chaque point de prélèvement, des échantillons de terre ont été prélevés à deux profondeurs différentes ; la première allant de 0 à 10 cm et la seconde allant de 10 à 20 cm. En Belgique, des forages ont été creusés dans les deux vignobles. Concernant l'Italie, Charlotte Engelen, avait déjà creusé des fosses pédologiques sur les parcelles qui nous intéressent en 2016. Les résultats ont été repris dans son mémoire s'intitulant « Contribution à l'étude des terroirs de l'exploitation viticole Terra Cruda (Les Marches, Italie) ».

2.1 Description des cépages sélectionnés

2.1.1 Le Chardonnay

Le Chardonnay est un cépage blanc très répandu dans le monde. Il provient du croisement entre le Gouais blanc et le Pinot noir (Jeuge-Maynard, 2010). C'est un cépage possédant une grande adaptabilité à des sols et climats variés et qui est produit dans toutes les grandes régions viticoles du monde : Espagne, Italie, Californie, Australie, Chili et Argentine. Cependant, c'est en France et plus particulièrement en Bourgogne et en Champagne qu'il trouve ses terres de prédilection (Jeuge-Maynard, 2010). C'est sur des sols calcaires alternant avec des bancs marneux, riches en cailloux que ce cépage exprime le mieux son profil aromatique (Casamayor, 2005).

Dans nos régions, il débourre vers la fin du mois de mars, c'est-à-dire de manière relativement précoce ce qui le rend particulièrement sensible aux gelées printanières. C'est un cépage assez vigoureux, moyennement sensible au mildiou mais en revanche plus touché par l'oïdium et la pourriture grise. La pellicule du grain de raisin est assez mince ce qui entraîne parfois, à l'approche de la maturité, l'éclatement du grain et favorise alors le développement de *Botrytis cinerea*. Au moment de la floraison, les fleurs sont particulièrement sensibles aux pluies ou à la baisse de température. Le Chardonnay exige un indice de Huglin de 1700 pour atteindre une teneur en sucre du raisin de 80 à 200g/L de moût (Morlat, 2010). En 2000, il existait 31 clones certifiés de Chardonnay (Galet, 2000).

Même si ce cépage n'est pas particulièrement riche en arômes variétaux, de nombreux précurseurs aromatiques sont localisés dans la pellicule et seront dévoilés lors de la fermentation et de l'élevage. On dit souvent que sa palette aromatique est le reflet du terroir et qu'un parfait mariage entre le sol, le climat et la vigne apparaît dans un verre de Chardonnay (Casamayor, 2005). Lorsqu'il est cultivé dans des climats semblables à la Bourgogne, on lui associe souvent des odeurs de brioche, de beurre frais, de noisette et de pain grillé. Sous des climats plus chauds, on retrouve des arômes d'agrumes, d'ananas et de fruits exotiques (Jeuge-Maynard, 2010). Lorsqu'il est élevé en barrique, il peut prendre des arômes de fruits secs, d'amande, de fleurs fanées et de miel (Casamayor, 2005).

2.1.2 Le Bianchetto del Metauro

Le Bianchetto est un cépage répandu dans la région des Marches, en Italie. C'est un ancien clone du Trebbiano dont l'origine est très ancienne. Selon l'historien Tacite, il aurait eu un rôle particulier dans la bataille de Metaurus en 207 av. J.-C. près du fleuve Métaure. L'armée carthaginoise menée par Hasdrubal, le frère d'Hannibal avait cédé à l'ivresse du Bianchetto et n'avait pas pu se défendre correctement contre les Romains (Terracuda, 2018).

C'est un cépage vigoureux à production abondante qui résiste bien au mildiou, à l'oïdium et au froid printanier mais qui est sensible à la pourriture grise. Lorsqu'il possède au moins 11,5 %vol et produit maximum 140 q/ha alors on peut en faire du Bianchetto del Metauro DOC⁵ (Galet, 2000), ce qui est fait dans le vignoble de Terracuda.

2.2 Description des vignobles sélectionnés

2.2.1 Le domaine des Marnières

Le domaine des Marnières se situe à Warsage entre Liège et Maastricht. Benoît Heggen en est le propriétaire. Avant de se lancer dans le vin, il a d'abord cultivé des pommes. Ensuite, il a commencé par planter quelques vignes dans son jardin. Depuis 2003, il a agrandi sa production de vin en achetant une parcelle et en plantant du Chardonnay et du Pinot noir.

⁵ Dénomination d'origine contrôlée.

Ce domaine se trouve sur une formation de Gulpen. En général, cette formation débute par un niveau métrique de craie glauconifère surmonté de craie blanche avec quelques petits silex noirs dans la partie sommitale. Le sommet de la craie, intensément karstifié, présente rarement une altitude continue. Cette formation est surmontée par une argile rousse à silex ou une blocaille de silex. Cette formation date du Campanien supérieur au Maastrichtien supérieur (SPW, 2012).

Nous nous sommes rendus dans ce domaine le 13 décembre 2018. La parcelle d'étude est représentée à la *figure 2.2-1*. La partie gauche de la parcelle produit du Chardonnay et la partie droite produit du Pinot noir. C'est donc sur la partie gauche de la parcelle produisant du Chardonnay que nous avons prélevé des échantillons de sol à six endroits différents aux deux profondeurs citées précédemment (A et B). Une autre parcelle plus petite produit également du Chardonnay. Cependant, pour le millésime 2017, les raisins de cette petite parcelle ont été utilisés pour produire un crémant et aucun échantillon de sol n'a donc été prélevé.

Situagion géographique de la parcelle d'étude du Domaine des Marnières

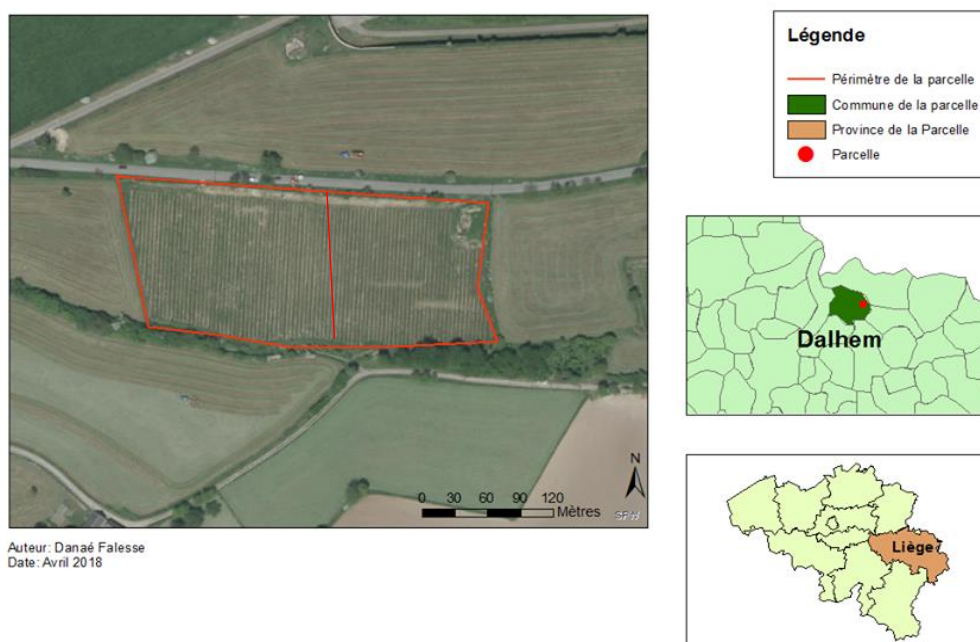


Figure 2.2-1. Situation géographique de la parcelle d'étude du domaine des Marnières.

Le *tableau 2.2-1* reprend les différentes caractéristiques de la grande parcelle de Chardonnay du domaine des Marnières.

Tableau 2.2-1. Récapitulatif des caractéristiques de la parcelle de Chardonnay du domaine des Marnières.

Superficie	1,9 ha
Écartement * distance entrecep (cm)	240*100
Altitude	215 m
Pieds par hectare	1600
Exposition	Nord-est
Âge de la plantation	8 ans
Type de sol	Argile à silex en surface

2.2.2 Vignoble A

Ce vignoble se situe également en Belgique et se retrouve sur des sables bruxelliens. Ce sable grossier quartzeux est de couleur blanche, jaune, gris ou verdâtre. Dans certains cas, on retrouve quelques bancs lenticulaires de grès calcarifère glauconifère qui s'intercalent dans ces sables. Cependant, lors des différentes descriptions de profils réalisées dans ce vignoble aux différents points de prélèvement (*annexe I*), nous n'avons pas remarqué la présence de calcaire. Des concrétions gréseuses sont fréquentes sous forme de grès fistuleux. Les sables se situent vers la base de la formation. Au sommet on observe un faciès calcareux et siliceux ainsi que de très rares lits d'argile sableuse, ou des petits galets mous d'argile. Cette formation date du Lutétien (Eocène moyen) (SPW, 2012).

Les échantillons de sols ont été prélevés à quatre endroits différents et sur les deux profondeurs. Le *tableau 2.2-2* reprend les différentes caractéristiques de la parcelle de Chardonnay du vignoble A.

Tableau 2.2-2. Récapitulatif des caractéristiques de la parcelle de Chardonnay du vignoble A.

Superficie	4 ha
Écartement * distance entrecep (cm)	160*80
Altitude	100 m
Pieds par hectare	5250
Exposition	Est
Âge de la plantation	4 ans
Type de sol	Sablo-limoneux en surface Sablonneux en profondeur

2.2.3 Terracruda

Terracruda est une exploitation viticole située dans la commune de Fratte Rosa. Cette commune se trouve dans la province de Pesaro et d'Urbino, dans la région des Marches. Cette région se situe entre la Romagne, la Toscane et l'Ombrie et se trouve entre la mer Adriatique et la chaîne des montagnes des Apennins (Provincia di Pesaro e Urbino, 2018). On retrouve près de ce vignoble de nombreux vins de qualité. En effet, il est possible de produire les trois DOC de la province de Pesaro et d'Urbino dans la commune de Fratte Rosa : le Bianchetto del Metauro, le Colli Pesaresi Sangiovese et l'Aleatico di Pergola (Terracruda, 2018).

Cette exploitation a été créée en 2000 par trois passionnés de vin. À l'époque, ils ont acquis plus de 20 hectares de vignes dont dix étaient déjà plantés avec des cépages autochtones. Les dix autres hectares ont été replantés avec des cépages locaux. A partir de 2005 et grâce à l'œnologue Giancarlo Soverchia, ils ont pu vinifier leur vin au sein même de leur exploitation. Terracruda a choisi de valoriser des cépages autochtones en produisant des vins DOC mais aussi en récupérant d'anciens cépages locaux en voie d'extinction. Les vendanges sont réalisées à la main et les vignes sont cultivées de manière à respecter l'environnement (Terracruda, 2018).

Les différents terroirs viticoles retrouvés en Italie ont été classés par Scienza *et al.* (2015) en aires sédimentaires, métamorphiques, volcaniques et morainiques (dépôts glaciaires). Le domaine de Terracruda se situe dans l'Alto adriatico localisé dans les aires sédimentaires. Ce sont des sédiments marins calcarifères datant du Pliocène et du Pléistocène exondés suite à l'érection de la chaîne des Apennins (Scienza *et al.*, 2015).

Nous nous sommes rendus dans cette exploitation viticole du 04 au 10 novembre 2017. Nous avons travaillé sur les deux parcelles du domaine produisant le cépage Bianchetto del Metauro, la parcelle Pianelli donnant le vin Bocallino et la parcelle Gilberto donnant le vin Campodarchi. Ces deux parcelles sont visibles sur la *figure 2.2-2*.

Situation géographique des parcelles d'étude du Domaine de Terracruda

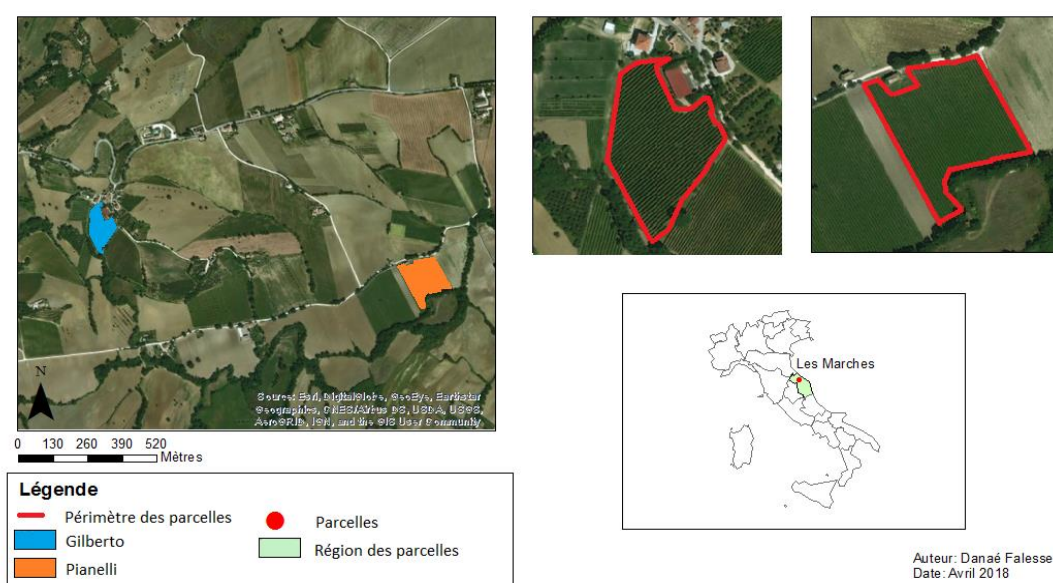


Figure 2.2-2. Situation géographique des parcelles d'étude du domaine de Terracruda.

La parcelle Gilberto est située dans une pente convexe se terminant par un léger plateau. Nous avons prélevé des échantillons à six endroits différents sur les deux profondeurs de prélèvement. Les caractéristiques principales de cette parcelle sont reprises dans le *tableau 2.2-3*.

Tableau 2.2-3. Récapitulatif des caractéristiques de la parcelle Gilberto (Terracruda, 2018).

Superficie	2,5 ha
Écartement * distance entrecep (cm)	300*0,8 Plantation dans le sens de la pente
Altitude	400 m
Pieds par hectare	4000
Exposition	Sud/sud-ouest
Âge de la plantation	45 ans
Type de sol	Argileux-calcaire

La parcelle Pianelli est située dans le bas d'une pente sur un terrain quasiment plat le long d'un ruisseau. Nous avons prélevé des échantillons à trois endroits différents sur deux profondeurs différentes. Les caractéristiques principales de cette parcelle sont reprises dans le *tableau 2.2-4*.

Tableau 2.2-4. Récapitulatif des caractéristiques de la parcelle Pianelli (Terracrua, 2018).

Superficie	4 ha
Écartement * distance entrecep (cm)	300*0,8 Plantation dans le sens de la pente
Altitude	350 m
Pieds par hectare	4000
Exposition	Sud/sud-est
Âge de la plantation	35 ans
Type de sol	Argileux-calcaire

2.3 Expériences réalisées

2.3.1 Préparation des échantillons de sol

La première étape a été de sécher les sols à l'air ambiant, de les broyer et de les tamiser à 2 mm afin de séparer la fraction fine de la fraction grossière. Cela nous a permis de réaliser la suite des expériences dans des conditions standard. Les mesures de respirométrie et de teneur en MO ont été réalisées avec la terre tamisée à 2 mm, dénommée terre fine. D'autres expériences ont été réalisées avec des sols broyés plus finement ($<20\ \mu\text{m}$) à l'aide d'un broyeur électrique ; c'est le cas des mesures de pH, de C_{tot} et N_{tot} et de C_{org} .

Avant de commencer les différentes expériences, une mesure de la teneur en eau des échantillons de sols a été réalisée. Pour ce faire, environ 10 g de chaque échantillon est passé à l'étuve à 105°C durant 24h. En pesant l'échantillon avant et après l'étuve, il est facile d'en déduire la teneur en eau. La suite des analyses a toujours été faite en exprimant le résultat en termes de matière sèche.

2.3.2 Mesure du pH

Principe

Lorsque l'on s'intéresse aux sols, deux mesures de pH ont l'habitude d'être réalisées, le $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ et le pH_{KCl} . Le $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ correspond à la concentration en ions H^+ d'une suspension aqueuse sol-eau. Un $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}} = 7$ caractérisera un sol neutre, un $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ inférieur à 7 se retrouvera dans des sols acides et finalement on retrouvera des sols alcalins lorsque le $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ est supérieur à 7. Le pH_{KCl} quant à lui mesure la concentration en ions $[\text{H}]^+$ d'une suspension sol-solution de KCl 1M. Dans ce cas, les ions K^+ déplacent les ions H^+ sorbés sur le complexe d'échange. C'est en fait une mesure de l'acidité totale du sol.

Protocole

Par convention, le pH d'un sol se mesure en solution. Le $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ se mesure dans de l'eau milli-Q et le pH_{KCL} se mesure dans une solution de KCl 1M. Ces deux pH ont été mesurés pour chaque point de prélèvement et aux deux profondeurs de sol. Tant le $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ que le pH_{KCL} ont été mesurés dans un rapport 1g de sol : 5mL de solution. Après avoir préparé ce rapport, les échantillons ont été mélangés puis laissés au repos pendant une heure. Les valeurs des deux pH ont ensuite pu être mesurées à l'aide d'une électrode à pH.

2.3.3 Mesure du carbone et de l'azote totaux (C_{tot} et N_{tot})

Principe

L'analyseur élémentaire VARIO EL Cube d'ELEMENTAR permet de déterminer les teneurs en C_{tot} et N_{tot} d'un échantillon de sol. Cet appareil se base sur le principe d'une combustion catalytique en aérobie et son fonctionnement est illustré à la *figure 2.3-1*. Les échantillons de sols sont injectés dans un four à une température de 1150°C sous un flux d'oxygène et d'hélium. A la sortie du tube de combustion, l'azote est sous forme de NO_x et le carbone sous forme de CO_2 . Le NO_x traverse alors le tube de réduction à 850°C. Les NO_x sont réduits en N_2 au contact du cuivre. Le CO_2 ne sera pas affecté par le passage à travers le tube de réduction et sera directement mesuré par le détecteur. Ces gaz de combustion sont séparés des gaz étrangers grâce à des colonnes d'adsorption spécifique. La mesure se réalise grâce à un détecteur thermoconductif. La détermination des teneurs en C_{tot} et N_{tot} permet de déduire le rapport C/N.

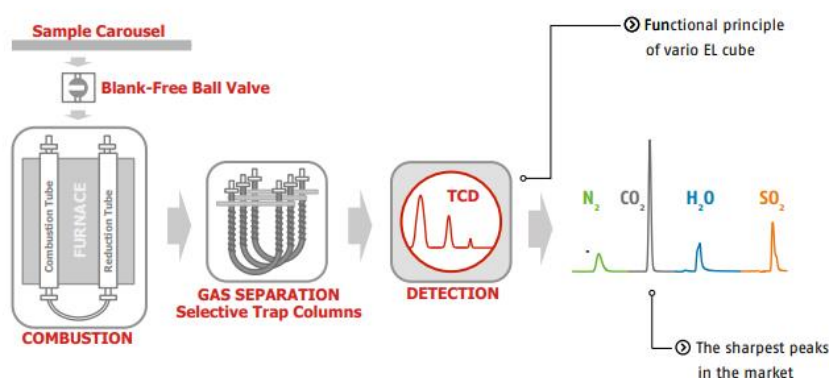


Figure 2.3-1. Fonctionnement de l'analyseur élémentaire VARIO EL Cube d'ELEMENTAR.

Protocole

Les mesures des teneurs en C_{tot} et N_{tot} ont été réalisées pour chaque point de prélèvement et aux deux profondeurs de sol. Environ 50 mg d'oxyde de tungstène et 50 mg de sol ont été pesés et placés dans une capsule d'étain. Le sol et l'oxyde de tungstène ont ensuite été mélangés et la capsule refermée. Les capsules ont ensuite été placées dans l'analyseur élémentaire VARIO EL Cube d'ELEMENTAR.

2.3.4 Mesure de la matière organique (MO)

Principe

La teneur en MO du sol se mesure par perte au feu à 505°C durant 24h. A cette température, la MO du sol est éliminée et les cendres (matières minérales) persistent. Cette expérience a été réalisée pour chaque point de prélèvement aux deux horizons de sol.

Protocole

Environ 2,5 grammes de sol ont été pesés et placés dans un pot en verre. Ce pot a ensuite été placé dans un four à 500°C durant 24h. À la sortie du four, les pots en verre ont été repesés. La différence entre la masse initiale de l'échantillon et la masse après perte au feu, multiplié par 100 nous donne la teneur en MO en pourcentage.

2.3.5 Mesure du carbone organique (C_{org})

Principe

Afin de mesurer la teneur en C_{org}, nous nous sommes basés sur la méthode de Walkey et Black. Cette méthode consiste à oxyder le C_{org} du sol par voie humide avec du bichromate de potassium en excès, en présence d'acide sulfurique concentré. L'excès de bichromate de potassium est ensuite titré en retour par le sulfate ferreux en présence d'un indicateur d'oxydoréduction, la diphénylamine. Cette oxydation n'est pas tout à fait complète et environ 24 % du carbone total du sol n'est pas oxydé lors de la réaction. Le résultat final doit donc être multiplié par 1,32 afin de connaître le pourcentage réel de C_{org} du sol.

Protocole

Étant donné que le carbone sous sa forme organique se trouve majoritairement dans les premiers cm de sol, l'expérience n'a été réalisée que pour le premier horizon allant de 0 à 10 cm mais pour l'ensemble des points de prélèvement.

0,6 gramme de sol tamisé et broyé est pesé et placé dans un erlenmeyer de 500 mL. 10 mL de K₂Cr₂O₇ (0,167 M) et 20 mL d'H₂SO₄ concentré sont ajoutés dans l'erlenmeyer à la pipette. L'erlenmeyer est ensuite agité puis laissé à reposer durant 30 minutes sous hotte. Ensuite, 200 mL d'eau distillée, 10 mL de BaCl₂ (10%), 5 mL d'H₃PO₄ concentré et 1 mL de diphénylamine sont ajoutés dans l'erlenmeyer.

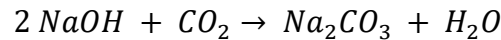
Un titrage par du FeSO₄ (~0,5M) est réalisé jusqu'à l'obtention d'une coloration verte.

2.3.6 Mesure de respirométrie

Principe

La respirométrie est une mesure de la respiration microbienne du sol résultant de la minéralisation de la MO du sol. Durant ce processus, les substances organiques du sol sont oxydées en CO₂ et en eau par les microorganismes aérobiques du sol qui consomment de l'oxygène. Dans notre cas, les mesures de respiration du sol sont effectuées via la quantité de

CO₂ produite. Une solution de NaOH est mise en présence des échantillons de sol et va réagir avec le CO₂ dégagé suivant l'équation suivante :



La conductivité électrique de la solution de NaOH est mesurée à différents moments. Lorsque la conductivité électrique diminue, cela signifie qu'une partie du CO₂ dégagé a été transformé en Na₂CO₃.

Protocole

Cette expérience a été réalisée pour tous les points de prélèvement et pour la profondeur A ou l'essentiel de l'activité microbienne aérobie se déroule. Pour chaque point de prélèvement, trois répétitions ont été réalisées.

Afin d'obtenir des résultats comparables, les différents échantillons de sols secs ont été hydratés et équilibrés à la capacité au champ. Pour cela, 40 g de sol sec ont été placés dans des cylindres de Kopecky munis d'un papier filtre à la base. Ils ont ensuite été immergés d'eau milli-Q et égouttés durant 48 heures.

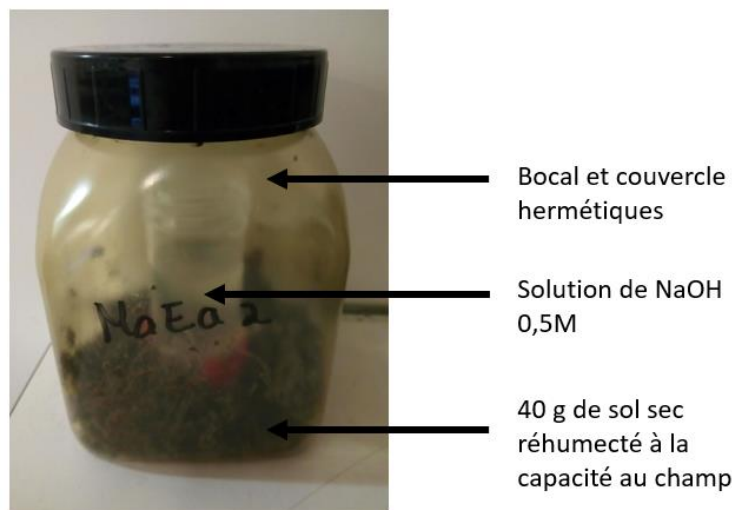


Figure 2.3-2. Dispositif expérimental utilisé pour l'expérience de respirométrie.

Comme illustré à la *figure 2.3-2*, 40 g de sol a été placé dans des bocaux hermétiques. 25 mL d'une solution de NaOH 0,5M a été placée dans un petit récipient à l'intérieur du bocal. Des bocaux sans sols et uniquement avec la solution de NaOH ont également été réalisés afin de voir la stabilité de la conductivité électrique du NaOH au cours du temps.

Les mesures de conductivités électriques des solutions de NaOH ont été réalisées aux jours 0, 2, 4, 6, 9, 12, 16, 21, 27, 33, 40, 55, 70, 85.

La quantité de CO₂ absorbé par la solution peut être calculée grâce à l'équation suivante :

$$\text{CO}_2\text{abs}(t) = V \times M \times 44 \times 0,5 \times \frac{C_1 - C_x(t)}{C_1 - C_2}$$

Avec :

- $CO_2abs(t)$, la quantité de CO_2 ayant réagi avec le NaOH à l'instant t [mg] ;
- V , le volume de la solution de NaOH [mL] ;
- M , la molarité de la solution de NaOH [mol/L] ;
- C_1 , la conductivité électrique de la solution pure de NaOH 0,5M ;
- C_2 , la conductivité électrique de la solution pure de Na_2CO_3 0,25M ;
- $C_x(t)$, la conductivité électrique de la solution de NaOH mesurée à l'instant t ;
- 44, la masse molaire du CO_2 [g/mol] ;
- 0,5, le coefficient stœchiométrique de la réaction.

2.3.7 Mesure du potentiel de minéralisation azotée d'un sol

Cette expérience a été réalisée à la ferme de Marbaix puis au Centre de Michamps. Contrairement aux autres expériences réalisées sur sol sec, du sol frais a été utilisé pour cette expérience. Les échantillons ne se trouvaient donc pas tous à la même teneur en eau. L'expérience a été réalisée pour les deux horizons de prélèvement à savoir l'horizon A (0-10 cm) et l'horizon B (10-20 cm). Les sols ont été prélevés début juin dans les deux vignobles belges. Malheureusement, l'expérience n'a pas pu être réalisée en Italie puisqu'elle se déroule sur sol frais et que nous n'avons pas eu accès aux sols italiens en juin. Le protocole utilisé provient du Centre de Michamps (ASBL).

Principe

Cette méthode se base sur une méthode d'incubation permettant de déterminer le potentiel de minéralisation azotée d'un sol. Une fois l'incubation réalisée, une extraction de l'ammonium libéré est réalisée avant qu'il ne soit quantifié.

Protocole

- *Incubation*

Une fois les échantillons de sols frais récoltés, l'expérience a été réalisée dans les cinq jours. Le sol frais est tamisé à 2 mm. Il est ensuite mélangé à l'aide d'une spatule afin de l'homogénéiser. Cinq grammes de ce sol (la valeur exacte est notée) sont ensuite disposés dans un tube à essai. Afin de mettre le sol en anaérobiose, 12,5 mL d'eau déminéralisée sont ajoutés dans le tube à essai. Le tube est alors bouché et mélangé pour permettre au sol de se mettre en solution. Deux blancs ne contenant pas de sol sont également réalisés.

Les tubes à essais sont ensuite disposés dans l'incubateur à 40°C durant 7 jours.

Afin de pouvoir exprimer les résultats obtenus par 100g de sol sec, la masse sèche du sol est également calculée en pesant les échantillons avant et après leur passage à l'étuve à 105°C durant trois jours.

- *Extraction de l'ammonium libéré*

Après une semaine, les tubes à essais sont sortis de l'incubateur. Leur contenu est disposé dans des petits récipients et du KCl 3M est ajouté dans chaque pot afin d'atteindre un volume final

de 50 mL. Les récipients sont disposés dans un bac et placés dans un culbuteur durant une heure afin de les agiter. Après cette étape, les échantillons sont filtrés grâce à un entonnoir et du papier filtre. Le filtrat (30mL) est disposé dans des petits récipients à couvercles et congelé avant d'être envoyé pour la suite du protocole à Michamps.

- *Dosage des ions ammonium*

La suite de l'expérience a donc été réalisée à Michamps sans ma présence. Le dosage des ions ammonium est réalisé au moyen d'un système d'analyse en flux segmenté et repose sur la réaction de Berthelot au cours de laquelle un dérivé phénolique forme un indophénol en présence d'ammonium et de dichloroisocyanurate de sodium sous l'action catalytique du nitroferrocyanure de sodium. En milieu alcalin, l'indophénol formé est bleu-vert et son absorbance se mesure à une longueur d'onde de 660 nm.

2.3.8 Analyses non réalisées

Des analyses de l'azote foliaire auraient également été intéressantes à réaliser afin d'évaluer le statut azoté des vignes. Malheureusement, la période optimale pour prélever des échantillons foliaires se situe à la mi-véraison, période trop tardive pour la remise d'un mémoire. L'idéal est de séparer les limbes des pétioles et de réaliser l'analyse sur les limbes. Ces derniers sont les organes les plus riches en protéines et donc en azote de la vigne. Les limbes permettent de fournir une information générale sur l'accès des vignes à l'azote et sont donc de véritables organes indicateurs du statut azoté de la vigne (Gaudillère *et al.*, 2003).

2.4 Analyses statistiques

Différentes analyses statistiques ont été réalisées afin de caractériser la dispersion des variables quantitatives mesurées et leurs relations mutuelles. Deux facteurs de classification ont été étudiés : la parcelle et la profondeur. Ces deux facteurs sont catégoriels, fixes et croisés. Le facteur parcelle comprend quatre niveaux : la parcelle du domaine des Marnières, la parcelle du « vignoble A », la parcelle Pianelli et la parcelle Gilberto. Le facteur profondeur compte quant à lui 2 niveaux : la profondeur de prélèvement A (0-10 cm) et la profondeur de prélèvement B (10-20 cm). Le *tableau 2.4-1* suivant reprend le nombre et la localisation des points de prélèvement pour chaque parcelle d'étude. Comme mentionné précédemment, le côté droit de la parcelle des Marnières est planté avec le cépage Pinot noir.

Tableau 2.4-1. Nombre et localisation des points de prélèvement par parcelle d'étude.

Domaine des Marnières	« Vignoble A »
6 points de prélèvement 	4 points de prélèvement
Pianelli	Gilberto
3 points de prélèvement 	6 points de prélèvement 

2.4.1 Moyenne et écart-type

Il est important de préciser que les différents points de prélèvement ont permis de calculer la valeur moyenne des variables mesurées et de fournir une valeur unique pour chaque parcelle à une profondeur donnée. Afin de déterminer la dispersion des données autour de la moyenne, l'écart-type a également été calculé. L'ensemble des résultats obtenus ainsi que la moyenne et l'écart-type pour chaque parcelle et à chaque profondeur sont disponibles dans *l'annexe II*. Les formules utilisées pour le calcul de la moyenne et de l'écart-type sont illustrées aux *équations 2 et 3*.

Équation 2

$$\mu = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

Équation 3

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu)^2}{n - 1}}$$

Avec :

- μ , la moyenne des résultats obtenus aux points de prélèvement à une profondeur donnée ;
- σ , l'écart-type lié à la moyenne des résultats obtenus aux points de prélèvement à une profondeur donnée ;
- x_i , la valeur obtenue au point de prélèvement i , c'est-à-dire la valeur de la $i^{\text{ème}}$ répétition ;
- n , le nombre de points de prélèvement, c'est-à-dire le nombre de répétitions.

Concernant l'expérience de respirométrie réalisée uniquement à la profondeur de sol A (0-10 cm), trois répétitions ont été réalisées pour chaque point de prélèvement. La moyenne des moyennes de ces trois valeurs a ensuite été calculée pour chaque parcelle expérimentale.

2.4.2 ANOVA 1 et 2 – Test de Tukey

Des analyses de variance (ANOVA) ont été réalisées grâce au programme SAS sur les variables de pH, de C_{tot} et N_{tot} , du rapport C/N, des teneurs en MO et en C_{org} . Le contraste de Tukey a ensuite permis de discerner quelles valeurs obtenues pour une variable donnée étaient significativement différentes les unes des autres.

Deux ANOVA différentes ont été réalisées. Lorsque la variable a été étudiée uniquement à la profondeur A (0-10 cm), l'ANOVA 1 (analyse de variance à un facteur de classification) a été réalisée. C'est le cas de la variable de la teneur en C_{org} . Le modèle utilisé est illustré par l'équation 4.

Équation 4

$$Y_{ik} = \mu_i + \varepsilon_{ik} = \mu + \alpha_i + \varepsilon_{ik}$$

Avec :

- Y_{ik} , la variable quantitative étudiée ;
- i , le niveau du facteur « parcelle » ;
- k , le numéro du point de prélèvement ;
- μ_i , la moyenne pour le niveau i du facteur « parcelle » ;
- ε_{ik} , l'écart résiduel entre l'observation k et la moyenne μ_i , avec $\varepsilon_{ik} \sim iN(0, \sigma^2)$;
- μ , la moyenne générale ;
- α_i , l'effet du niveau i du facteur « parcelle ».

L'hypothèse H_0 testée est la suivante : $\mu_A = \mu_M = \mu_P = \mu_G$ avec A qui représente la parcelle du « vignoble A », M qui représente la parcelle du domaine des Marnières, P qui représente la parcelle Pianelli et G qui représente la parcelle Gilberto. Celle-ci est rejetée si la p-valeur issue du test de Fisher est inférieure à 0,05. Au moins une des moyennes est alors différente des autres. C'est le test de Tukey qui permet alors de différencier quels niveaux du facteur « parcelle » sont significativement différents les uns des autres.

L'ANOVA 2 (analyse de variance à deux facteurs de classification) a été réalisée lorsque les deux facteurs de classification « profondeur » et « parcelle » étaient utilisés. C'est le cas des variables de pH, de C_{tot} et N_{tot} , du rapport C/N et de la teneur en MO mesurées aux profondeurs A et B. Le modèle utilisé est illustré par l'équation 5.

Équation 5

$$Y_{ijk} = \mu_{ij} + \varepsilon_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_{ij} + \varepsilon_{ijk}$$

Avec :

- Y_{ijk} , la variable quantitative étudiée ;
- i , le niveau du facteur « parcelle » ;
- j , le niveau du facteur « profondeur » ;
- k , le numéro du point de prélèvement ;
- μ_{ij} , la moyenne pour le traitement (i,j) ;
- ε_{ijk} , l'écart résiduel entre l'observation k et la moyenne μ_{ij} , avec $\varepsilon_{ijk} \sim iN(0, \sigma^2)$;
- μ , la moyenne générale ;
- α_i , l'effet du niveau i du facteur « parcelle » ;
- β_j , l'effet du niveau j du facteur « profondeur » ;
- γ_{ij} , l'effet de l'interaction entre le niveau i du facteur « parcelle » et le niveau j du facteur « profondeur ».

Les hypothèses H_0 testées sont les suivantes :

- $\sum_i \alpha_i = 0$ c'est-à-dire que $\mu_A = \mu_M = \mu_P = \mu_G$ avec A pour la parcelle du « vignoble A », M pour la parcelle du domaine des Marnières, P pour la parcelle Pianelli et G pour la parcelle Gilberto.
Lorsque la p-valeur associée à cette hypothèse est inférieure à 0,05, le facteur « parcelle » a un effet significatif sur la variable étudiée lorsque les deux niveaux du facteur profondeurs sont considérés en même temps. Le test de Tukey permet de distinguer quels niveaux du facteur « parcelle » sont significativement différents les uns des autres.
- $\sum_i \beta_i = 0$ c'est-à-dire que $\mu_A = \mu_B$
Avec A qui représente la profondeur de prélèvement A (0-10 cm) et B la profondeur de prélèvement B (10-20 cm).

Lorsque la p-valeur associée à cette hypothèse est inférieure à 0,05, le facteur « profondeur » a un effet significatif sur la variable étudiée lorsque les 4 niveaux du facteur « parcelle » sont étudiés en même temps.

- $\sum_i Y_{ij} = 0$ et $\sum_j Y_{ij} = 0$

Lorsque la p-valeur associée à cette hypothèse est inférieure à 0,05, il existe une interaction significative entre les facteurs « parcelle » et « profondeur » pour au moins un traitement (i,j).

Les tests de Tukey ont été réalisés pour comparer les différentes parcelles, chaque profondeur étant considérée séparément. Les différences entre les profondeurs n'ont pas été testées.

3. Matériel et méthodes - Partie INBR

3.1 Échantillonnage du moût et des vins

Les trois vignobles d'intérêt ont déjà été décrits dans le § 2.2 de la partie matériel et méthodes-Sol. Au sein du laboratoire INBR, les expériences ont uniquement été réalisées sur le moût de l'année 2017 et les vins des années 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

L'échantillon de moût 2017 du domaine des Marnières a été récolté le 24 septembre 2017 après débouillage. Les bouteilles de vin de l'année 2016 ont été achetées fin juin 2017. Les bouteilles de vin de l'année 2015 ont été achetées début mars 2018. Les bouteilles de vin de 2017 ont été récupérées directement au vignoble une fois la vinification finie début mai 2018.

3.2 Conservation et stockage des échantillons du moût et des vins

Le stockage des bouteilles de vin est réalisé en chambre froide à 4°C à l'abri de la lumière. Lorsque la bouteille de vin a été ouverte pour une expérience, le reste est congelé dans des bouteilles d'un litre en polyéthylène à haute densité (PEHD) à -30°C. Le test de l'acidité totale se fait obligatoirement avant congélation puisque les acides tartriques précipitent à froid. Une fois les expériences d'extractions d'arômes réalisées (SAFE, pHMB), les vials contenant les extraits concentrés sont stockés dans un congélateur REVCO à -80 °C.

3.3 Questionnaire pour les vignerons

Afin de collecter de l'information sur les vignobles étudiés, leurs pratiques dans les vignes et dans le chai, un questionnaire (*annexe IV*) a été élaboré par Laura Decourrière, Pierre-Antoine Foulon et moi-même. Même si aucune analyse concernant le « vignoble A » et le vignoble de Terracuda n'a été réalisée au sein du laboratoire, le questionnaire leur a également été envoyé. Les questionnaires complétés ne sont pas repris en annexe pour des raisons de confidentialité.

3.4 Analyse sensorielle

Une analyse sensorielle a été réalisée le 22 mai 2018 pour les vins des années 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières. L'analyse se déroule dans la salle de dégustation du laboratoire INBR. Ce local est thermostaté et en surpression afin d'optimiser les conditions de dégustation. Le panel de dégustateurs est constitué de neuf membres formés du laboratoire. Les trois échantillons de vins sont servis à température ambiante dans trois verres placés devant le dégustateur. Remarquons que dans le cas présent, le dégustateur est informé de la nature de l'échantillon qu'il va devoir déguster. Il est invité à compléter une fiche de dégustation très basique qui se focalise sur le premier nez, le second nez et la dégustation en bouche. L'idée est de laisser le dégustateur libre de noter les descripteurs aromatiques dominants de l'échantillon sans lui demander de se focaliser sur certains arômes en particulier (à l'opposé d'une fiche de dégustation parfois très complète distribuée pendant d'autres dégustations en

INBR). Une synthèse de ces fiches de dégustation se trouve dans la partie résultat au § 5.3 pour chacun des vins dégustés.

3.5 Analyses de bases sur moût et vin

3.5.1 Détermination du pH d'un moût et d'un vin

La mesure du pH a été réalisée en suivant le protocole appliqué au laboratoire INBR se référant lui-même au *recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts*, OIV, 2006. Cette mesure a été réalisée en septembre 2017 pour le moût 2017, le vin 2015 et le vin 2016 et en mai 2018 pour le vin 2017.

Principe

Comme vu dans le **sous-chapitre 1.6.3.**, la quantité et la nature des acides présents dans le moût et dans le vin vont influencer le pH. En général, le pH d'un moût se situe aux alentours de 4 alors que le pH du vin varie entre 2,7 et 3,8 (OIV, 2016).

Le principe se base sur la mesure du potentiel entre deux électrodes plongées dans le moût ou dans le vin. Une électrode dont le potentiel est fixe et connu sert de référence. Le potentiel de la seconde électrode est fonction du pH de la solution.

La liste des réactifs utilisés est reprise dans le *tableau 3.5-1* ci-dessous.

Tableau 3.5-1. Liste des réactifs utilisés lors de la détermination du pH d'un moût et d'un vin.

Réactifs	Fournisseurs
Solution tampon pH 4	VWR
Solution tampon pH 7	VWR

Protocole détaillé

Le filtrat doit être à température ambiante (20-25°C) avant la prise de la mesure. Le moût est filtré à l'aide d'un filtre et d'un entonnoir dans un berlin de 50 mL. Il n'est pas nécessaire de filtrer le vin. Le pH-mètre est calibré à l'aide de deux solutions tampons, l'une à pH 4 et l'autre à pH 7. L'électrode est ensuite plongée dans le berlin contenant le moût ou le vin ainsi qu'un barreau magnétique. Une agitation soutenue est assurée grâce à une plaque agitante. Le pH est alors directement lu sur le pH-mètre.

3.5.2 Détermination de l'acidité totale d'un moût ou d'un vin

La mesure de l'acidité totale est effectuée en suivant le protocole du laboratoire INBR se référant lui-même au *recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts*, OIV, 2006. Cette mesure a été réalisée en septembre 2017 pour le moût 2017, en mars 2018 pour le vin 2015 et le vin 2016 et en mai 2018 pour le vin 2017.

Principe

Les différents acides retrouvés dans le moût et dans le vin proviennent de différentes sources. Tout d'abord, le raisin peut être une source d'acides (principalement l'acide L-(-) malique et l'acide L-(+)-tartrique. Le métabolisme des levures et des bactéries ainsi que des additions œnologiques produiront également certains acides (acides acétiques, succinique, lactique,...). Ces acides provenant de différentes sources vont évoluer durant la maturation, la vinification et enfin pendant l'élevage du vin.

L'acidité totale est constituée par la somme des acidités titrables lorsqu'on amène le pH à 7 par addition d'une solution alcaline (NaOH). L'acidité totale ne comprend pas le CO₂. Le dosage de l'acidité totale est couramment utilisé pour guider le vinificateur, quantifier les sensations acides ou encore vérifier la conformité des normes techniques, commerciales et réglementaires.

La liste des réactifs utilisés lors de la détermination de l'acidité totale du moût et du vin est reprise dans le *tableau 3.5-2* ci-dessous.

Tableau 3.5-2. Liste des réactifs utilisés lors de la détermination de l'acidité totale d'un moût et d'un vin.

Réactifs	Fournisseurs
NaOH (0,1M)	VWR
Bleu de bromothymol	Sigma Aldrich
Eau milli-Q	Millipore

Protocole détaillé

Il existe deux manières de procéder afin de déterminer l'acidité totale du moût et du vin : une mesure potentiométrique et un titrage au bleu de bromothymol.

- *Mesure potentiométrique*

50 mL de vin ou de moût sont placés dans un berlin avant d'être agités durant 5 minutes au bain ultrason. Le moût est ensuite filtré contrairement au vin. 10 mL de vin ou de moût filtrés sont prélevés et placés dans un berlin de 50mL contenant un barreau magnétique. À ceci, sont ajoutés 10 mL d'eau milli-Q. Une fois le pH-mètre calibré, l'électrode est plongée dans le berlin et l'agitation est lancée. La solution de NaOH est ajoutée à l'aide d'une burette graduée de 25 mL dans le bécher jusqu'à ce que le pH atteigne la valeur de 7 à 20°C. Le nombre de millilitres de NaOH 0,1M nécessaires pour atteindre cette valeur est noté. L'expérience est répétée trois fois et la valeur moyenne est calculée.

- *Titrage au bleu de bromothymol*

Il s'agit d'un titrage en présence du bleu de bromothymol comme indicateur de virage coloré de fin de réaction par comparaison à un étalon de coloration.

- *Essai préalable*

Dans un erlenmeyer de 100 mL contenant un barreau magnétique, 10 mL d'échantillon et 25 mL d'eau milli-Q sont insérés à l'aide d'une pipette graduée et d'une poire à pipeter. Quelques gouttes de bleu de bromothymol sont ajoutées au mélange. Le NaOH 0,1M est ensuite ajouté goutte à goutte à l'aide d'une burette graduée jusqu'à l'obtention de la coloration bleu canard. Pour terminer, 5 mL de la solution tampon à pH 7 sont ajoutés.

- *Mesure*

Pour la mesure, il faut cette fois-ci ajouter 10 mL d'échantillon et 30 mL d'eau milli-Q. Comme pour l'essai préalable, on y ajoute quelques gouttes de bleu de bromothymol. À l'aide de la burette, la solution de NaOH 0,1M est versée goutte à goutte jusqu'à l'obtention d'une solution ayant une coloration semblable à celle obtenue à l'essai préalable. On notera le nombre de millilitres de NaOH 0,1M versé. Trois répétitions sont réalisées et la moyenne arithmétique des trois mesures sera calculée.

3.5.3 Détermination de la teneur en azote assimilable d'un moût

La mesure de l'azote assimilable a été réalisée en suivant un protocole du laboratoire INBR se référant lui-même au livre « le vin de l'analyse à l'élaboration » de *D. Delanoé*. Cette mesure a été effectuée en octobre 2017 pour le moût 2017.

Principe

La formoltitration est une méthode simple et rapide pour déterminer la teneur en azote assimilable par la levure (acides *alpha* aminés et ammonium). Le moût est neutralisé par une base jusqu'à pH 7 (neutralisation des acides carboxyliques autres que ceux des acides aminés). Ensuite, un excès de formaldéhyde est ajouté afin de former des bases de Schiff avec les amines des acides aminés. Les acides carboxyliques des acides aminés peuvent ainsi à leur tour être titrés par une base. Le formaldéhyde réagit avec le groupe aminé libre des acides *alpha* aminés. L'ammonium peut également être titré à ce pH. Remarquons que la proline, généralement non-utilisée par la levure en fermentation, est partiellement titrée au cours de cette expérience. Ceci induit une erreur systématique sur la valeur. Cette expérience est réalisée uniquement sur le moût.

La liste des réactifs utilisés est reprise dans le *tableau 3.5-3* ci-dessous.

Tableau 3.5-3. Liste des réactifs utilisés lors de la détermination de la teneur en azote assimilable d'un moût.

Réactifs	Fournisseurs
NaOH (0,1M)	VWR
Solution de formaldéhyde (37%)	Sigma Aldrich

Protocole détaillé

- Préparation de la solution A de formaldéhyde

Une solution de formaldéhyde à 37% disposée dans un bécher de 100 mL est amenée à pH 7 grâce à du NaOH (0,1M). Il est important de réaliser cette expérience sous hotte du fait de la toxicité du formaldéhyde. Nous appellerons cette solution la solution **A**.

- Mesure

Cette mesure se réalise à la suite de la mesure de l'acidité totale par titrage au bleu de bromothymol (sans avoir oublié de vérifier que le pH soit bien égal à 7). À cette solution sont ajoutés 20 mL de la solution **A** de formaldéhyde à l'aide d'une pipette graduée et d'une poire à pipeter. La solution est ensuite laissée quelques minutes sous agitation. Un titrage au NaOH (0,1 M) est réalisé à l'aide d'une burette graduée jusqu'à ce que l'échantillon vire à nouveau à la couleur bleu canard. On notera le volume de NaOH versé et après avoir effectué la manipulation trois fois, on calculera la moyenne arithmétique des résultats obtenus. L'équation 6 (reprise ci-dessous) permet de connaître la concentration en azote assimilable par L de moût.

Équation 6
$$mg \frac{N}{L} = mL \text{ de NaOH } (0,1N) * 140$$

3.5.4 Dosage enzymatique de l'acide L-malique dans un moût ou un vin

La mesure de l'acide L-malique au sein d'échantillons de vin ou de moût a été réalisée en suivant un protocole du laboratoire INBR se référant lui-même au *recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts*, OIV, 2006. De plus, un protocole *oenolab* fournit dans le kit enzymatique a été suivi. Remarquons que le fournisseur assure une efficacité du test jusqu'à 2 mois après ouverture des réactifs. Cette mesure a été réalisée en mars 2018 pour le moût 2017, le vin 2015 et le vin 2016.

Principe

L'acide L-malique mis en présence de nicotinamide-adenine-dinucleotide (NAD⁺) est oxydé en oxaloacétate dans une réaction catalysée par la L-malate deshydrogénase (L-MDH). En présence de L-glutamate, l'oxaloacétate est transformé en L-aspartate. Cette réaction est catalysée par la glutamate-oxaloacétate-transaminase (GOT). Ces deux réactions sont observables sur la *figure 3.5-1* ci-dessous.

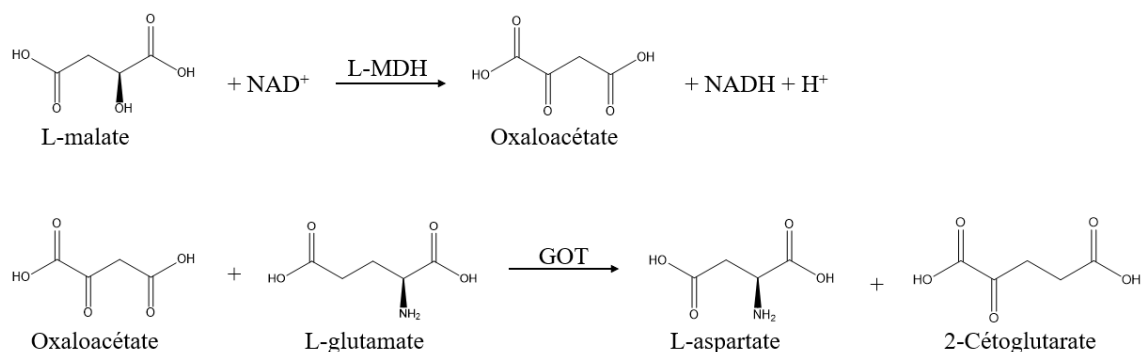


Figure 3.5-1. Réaction de transformation de l'acide L-malique en L-aspartate.

La formation de NADH est mesurable par l'augmentation de l'absorbance à la longueur d'onde de 340 nm. Cette augmentation est proportionnelle à la quantité de L-malate présente en solution dans l'échantillon de départ.

La liste des réactifs utilisés pendant le dosage de l'acide L-malique est reprise dans *le tableau 3.5-4* ci-dessous.

Tableau 3.5-4. Liste des réactifs utilisés lors de la mesure de l'acide L-malique.

Réactifs	Fournisseurs
Kit enzymatique pour la détermination de l'acide L-malique contenant : - Flacon A : tampon - Flacon B : diluant - Flacon C : enzymes - Flacon STD standard à 3g/L (contrôle positif)	<i>Oenolab</i>
Eau milli-Q	<i>Millipore</i>

Protocole détaillé

Le vin peut directement être utilisé si la concentration en acide L-malique est inférieure à 3 g/L. Si la concentration est supérieure, il faut dès lors procéder à une dilution de l'échantillon avec de l'eau milli-Q. Les résultats obtenus seront alors multipliés par le facteur de dilution. Le moût doit être centrifugé avant de réaliser l'expérience et seul le surnageant est utilisable pour réaliser la mesure. Le spectrophotomètre est réglé sur la longueur d'onde 340 nm. Les mesures d'absorbance se font dans les cuves en quartz de 1 cm de trajet optique. Le 0 de l'absorbance correspond à la mesure réalisée pour de l'eau milli-Q.

Le *tableau 3.5-5* suivant illustre le protocole qui est ensuite suivi. Six mesures différentes d'absorbances sont réalisées en mettant à chaque fois les quantités données dans la cuve. R1 correspond au flacon A et peut directement être utilisé. Afin de réaliser R2, le flacon C est agité. 200 µL du flacon C sont ensuite mélangés avec 4300 µL du flacon B.

Tableau 3.5-5. Protocole suivi pour déterminer la teneur en acide L-malique.

	Blanc	Standard	Echantillon
R1	2200 µL	2200 µL	2200 µL
Eau	30 µL		
Standard		30 µL	
Échantillon			30 µL
Agiter et lire	DO1 blanc	DO1 standard	DO1 échantillon
R2	300 µL	300 µL	300 µL
Agiter et attendre 15 minutes avant de lire	DO2 blanc	DO2 standard	DO2 échantillon

Les équations 7, 8 et 9 reprises ci-dessous permettent de déterminer la concentration de l'échantillon en acide L-malique.

$$\text{Équation 7 } \Delta DO \text{ échantillon} = (DO2 - DO1) \text{échantillon} - (DO2 - DO1) \text{blanc}$$

$$\text{Équation 8 } \Delta DO \text{ standard} = (DO2 - DO1) \text{ standard} - (DO2 - DO1) \text{blanc}$$

$$\text{Équation 9 } C \text{ échantillon} \left(\frac{g}{L} \right) = C \text{ standard} \times \frac{\Delta DO \text{ échantillon}}{\Delta DO \text{ standard}}$$

3.5.5 Détermination de la densité d'un moût

La mesure de la densité du moût a été réalisée grâce au densimètre DMA™ 4500 M. L'explication du principe de cette mesure provient de la brochure Anton Paar, 2018. Cette mesure a été réalisée en avril 2018 pour le moût 2017.

Principe

L'échantillon est introduit dans un tube en U en verre borosilicaté excité qui oscille à une fréquence caractéristique directement liée à la densité de l'échantillon. Après avoir atteint une oscillation stable, l'excitation est éteinte et l'oscillation disparaît. Cette séquence d'oscillation et de disparition progressive est répétée en continu. Les effets de viscosité sont corrigés et les bulles d'air, si elles sont présentes, sont détectées. Cependant, un soin tout particulier est apporté par l'opérateur afin d'éviter la présence de bulle d'air.

Protocole détaillé

Le moût de vin est filtré et 15 mL sont injectés dans l'appareil Anton Paar à l'aide d'une seringue. La mesure de la densité est directement lue sur l'écran après stabilisation de l'appareil.

3.5.6 Détermination de la teneur en sucres dans un moût via l'indice de réfraction

La mesure de la teneur en sucres du moût a été réalisée grâce au réfractomètre numérique PAL Digital Atago Pocket. Cette mesure a été réalisée en février 2018 pour le moût 2017.

Principe

La détermination de la teneur en sucres d'un moût permet ensuite de calculer le titre alcoométrique potentiel du vin (TAV en %) à partir du rendement probable de la transformation

des sucres en alcool. Le calcul est réalisé en tenant compte du fait que pour un vin blanc, 16,83 g/L de sucres permettent la formation de 1 % d'alcool.

Protocole détaillé

Le moût est filtré puis une goutte est placée sur le prisme du réfractomètre préalablement nettoyé. La valeur de l'indice de réfraction (exprimé en degré Brix) est lue directement sur le réfractomètre.

3.6 Extraction d'arômes

3.6.1 Technique SAFE (Solvent Assisted Flavour Evaporation)

Principe

La technique SAFE (Solvent Assisted Flavour Evaporation) est une technique de distillation sous vide qui permet l'extraction des molécules aromatiques. Cette technique a été développée par Engels, Bahr et Schiberle en 1999 (Engel *et al.*, 1999). La distillation sous vide permet de réduire la température d'ébullition des composés aromatiques et donc leur évaporation à des températures ne provoquant pas leur dégradation. Bien que le nom de la méthode puisse le laisser supposer, dans notre cas, il n'y a pas d'utilisation de solvant avant la distillation mais bien après.

Cette mesure a été réalisée en novembre 2017 pour le moût 2017, en octobre 2017 et janvier 2018 pour le vin 2016 et en juin 2018 pour les vins 2015 et 2017. Les extraits d'arômes obtenus au départ d'échantillons de moût et de vins sont ensuite directement analysés selon les méthodes d'analyse décrites au § 3.8.

La liste des réactifs utilisés lors de l'extraction SAFE est reprise dans le *tableau 3.6-1* ci-dessous.

Tableau 3.6-1. Liste des réactifs utilisés lors du SAFE.

Réactifs	Fournisseurs
Éthanol absolu 99%	VWR Chemicals
CH ₂ Cl ₂	VWR Chemicals
2-Acétylthiophène (IST)	Sigma Aldrich
Eau milli-Q	Millipore
Na ₂ SO ₄ (anhydre)	Sigma Aldrich
Grains de carborundum	Prolabo
Dodécane (EST)	Sigma Aldrich

Protocole détaillé

- Préparation de la solution d'IST- A27

Une solution stock d'environ 1000 ppm de 2-acétylthiophène (A27) est préparée dans de l'éthanol absolu.

- Distillation par la technique SAFE

La *figure 3.6-1* illustre le dispositif utilisé lors de l'extraction. La première étape consiste à régler la pression entre $5 \cdot 10^{-3}$ et $5 \cdot 10^{-4}$ Pa. La fréquence de la pompe à vide est de 1500 Hz. Le dispositif est placé sous haut vide au niveau de l'embout **18**.

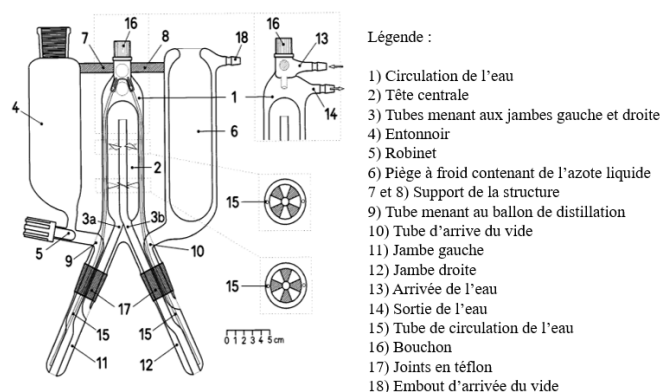


Figure 3.6-1. Schéma détaillé du dispositif SAFE.

Tableau 3.6-2. Concentration de l'IST.

Échantillon	Concentration de l'IST
Vin 2015	0,8 ppm
Vin 2016 (réalisé en octobre)	2 ppm
Vin 2016 (réalisé en janvier)	0,8 ppm
Moût 2017	2 ppm
Vin 2017	0,8 ppm

Dans un jaugé, l'équivalent d'IST est ajouté afin de viser une concentration de 0,8 ou 2 ppm (*tableau 3.6-2*) et le moût ou le vin est porté jusqu'au trait afin d'obtenir 50 mL d'échantillon. Ce dernier est versé dans l'entonnoir **4**. Le robinet de sortie de l'entonnoir **5** est légèrement ouvert afin que l'échantillon tombe goutte à goutte dans le ballon de distillation de 250 mL attaché à la jambe gauche **11**. Le ballon de distillation se trouve dans un bain à 40°C, ce qui

permet la vaporisation de l'échantillon vers la tête du dispositif. Les composés volatils sont transférés au niveau de la tête de distillation **3a** et deux obstacles en forme d'hélice **15** permettent la séparation des composés volatils et non volatils. Afin d'éviter que les arômes ne se condensent avant le niveau **12**, un flux d'eau à 30°C circule dans le dispositif SAFE **1**. La phase aqueuse qui contient les composés volatils est récupérée dans le ballon du distillat attaché à la jambe droite **12** et immergé dans un piège à froid rempli d'azote liquide afin de condenser les composés. Lorsque la distillation est finie, le ballon attaché à la jambe droite **12** de 250 mL contenant les composés aromatiques est récupéré et laissé à refroidir afin de remonter à température ambiante et sous forme de liquide.

- Extraction liquide-liquide

Le dichlorométhane bidistillé (non disponible commercialement mais double distillation réalisée en INBR) est utilisé afin de minimiser les impuretés présentes dans le solvant avant la concentration. Trois extractions successives au CH_2Cl_2 bidistillé sont réalisées sur la phase aqueuse ($3 \cdot 17$ mL ; deux minutes d'agitation par extraction). Après décantation, la phase

organique (en dessous) est récupérée dans un flacon Schott de 250 mL. L'opération est répétée trois fois en tout et les phases organiques sont à chaque fois rassemblées dans un seul flacon.

Les phases organiques sont ensuite lavées avec de l'eau milli-Q pour éviter la présence d'éthanol qui pourrait poser problème lors de l'étape de concentration. Trois lavages successifs à l'eau milli-Q sont réalisés (3*17 mL).

- *Séchage de l'extrait*

L'extrait est séché sur Na₂SO₄ anhydre (stocké à l'étuve jusqu'à utilisation). Trois spatules de Na₂SO₄ anhydre sont ajoutées au flacon Schott contenant les phases organiques lavées avant de secouer la solution durant dix minutes.

- *Concentration de l'extrait*

L'extrait séché est placé dans le dispositif de concentration Kuderna-Danish ainsi que quelques grains de carborundum. 675 µL d'une solution de dodécane (EST-J161) à 20 ppm sont également ajoutés. Le dodécane joue le rôle de standard externe. Le Kuderna-Danish contenant l'extrait est placé dans un bain thermostaté à 45 °C. La concentration est terminée lorsqu'on obtient un volume de 500 µL. L'extrait concentré est alors placé dans un vial GC et injecté en GC-MS selon les conditions définies dans le paragraphe § 3.7-3.

3.6.2 Technique pHMB – extraction des thiols

Principe

Les thiols sont des molécules réactives qui peuvent s'oxyder, dimériser et réagir avec des électrophiles. Leur extraction nécessite de prendre de grande précaution afin de minimiser leur dégradation. La dérivation des thiols avec l'acide p-hydroxymercuribenzoïque est une méthode efficace pour isoler ces composés présents en faibles concentrations dans un vin (ou une bière).

Piéger les thiols via le pHMB nous permet de les isoler de manière sélective et qui plus est réversible. Par effet de compétition d'affinité pour le substrat, ces thiols peuvent être libérés grâce à l'élution d'une solution de cystéine. Ce mécanisme est observable à la *figure 3.6-2*.

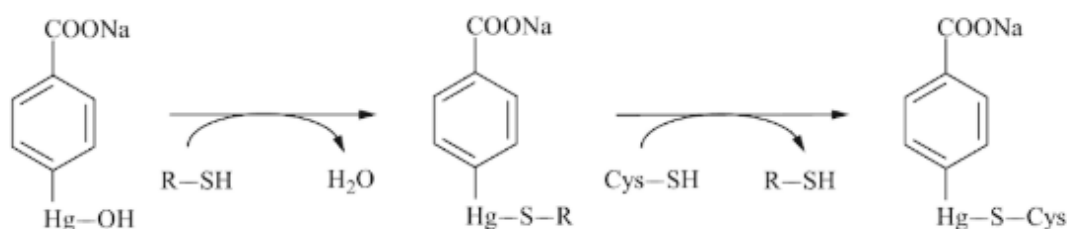


Figure 3.6-2. Extraction des thiols en utilisant l'acide p-hydroxymereubenzoiqque comme agent sélectif de dérivation repris de (Bauer et al., 2010).

Cette expérience a été réalisée en avril 2018 uniquement pour le vin 2016 du domaine des Marnières. La liste des réactifs utilisés lors de l'extraction des thiols est reprise dans le tableau 3.6-3 ci-dessous.

Tableau 3.6-3. Liste des réactifs utilisés lors de l'extraction des thiols.

Réactifs	Fournisseurs
Eau Milli-Q	<i>Millipore</i>
4-Méthoxy-2-méthyl-2-butanethiol (A53-IST)	<i>Oxford Chemicals</i>
2-Acétylthiophène (A27-EST)	<i>Sigma Aldrich</i>
Résine anionique - Dowex	<i>Sigma Aldrich</i>
HCl (37%)	<i>Sigma Aldrich</i>
CH ₂ Cl ₂	<i>VWR Chemicals</i>
NaOH (2M)	<i>Janssen</i>
Acétate de sodium	<i>UCB</i>
pHMB	<i>Sigma Aldrich</i>
Tris(hydroxyméthyl)aminométhane (TRIS)	<i>USB</i>
Cystéine HCl monohydratée	<i>Avocado</i>
Sulfate de sodium	<i>Sigma Aldrich</i>
Grains de carborundum	<i>Prolabo</i>

Protocole détaillé

L'IST, l'EST, le tampon acétate et le pHMB sont préparés la veille de l'extraction tandis que la solution de cystéine est préparée le jour même.

- Préparation de l'IST

33,5 mg de 4-méthoxy-2-méthyl-2-butanethiol (A53) sont placés dans un jaugé de 50 mL. Le volume est porté au trait avec de l'éthanol absolu (solution 1). 0,1 mL de la solution 1 est prélevé et dilué dans 10 mL d'éthanol absolu (solution 2). 0,5 mL de la solution 2 est dilué dans 5 mL d'éthanol absolu (solution 3).

- Préparation de l'EST

25 mg de 2-acétylthiophène (A27) sont placés dans un jaugé de 25 mL. Le volume est porté au trait avec du dichlorométhane bidistillé (solution 4). 0,1 mL de la solution 4 est prélevé et dilué dans 10 mL de dichlorométhane bidistillé (solution 5). 0,1 mL de la solution 5 est prélevé et dilué dans 5 mL de dichlorométhane bidistillé (solution 6).

- Préparation du tampon acétate

2,05 g d'acétate de sodium sont dilués dans 250 mL d'eau milli-Q. Le pH est ajusté à 6 avec de l'HCl 2M.

- *Préparation de la solution de pHMB*

90 mg de pHMB et 6,15 g de TRIS sont dissous dans un jaugé contenant 250 mL d'eau milli-Q. L'échantillon est mis à l'abri de la lumière au moyen de papier aluminium. Cette solution est à manipuler avec beaucoup de précaution. En effet, ce composé est toxique.

- *Préparation de la solution de cystéine*

640 mg de cystéine HCl monohydratée sont dissous dans 50 mL d'eau milli-Q. Le pH est amené entre 6,8 et 7,2 à l'aide de NaOH (2M). Cette solution est ensuite lavée 4 fois avec 50 mL de CH₂Cl₂. La solution est agitée durant 10 minutes et la phase aqueuse est ensuite récupérée (4 répétitions). Après les lavages, la phase aqueuse est placée dans un pied gradué et le volume est porté à 60 mL au moyen d'eau milli-Q.

- *Extraction des thiols du moût ou du vin*

75 cl de moût ou de vin sont placés dans un flacon Schott de 2L. 1,5 mL d'IST (solution 3) et 300 mL de CH₂Cl₂ sont ajoutés. Une agitation vive est appliquée durant 30 minutes à l'aide d'un barreau magnétique et d'une plaque agitante.

La colonne d'extraction est ensuite préparée. De la laine de verre est placée au niveau du robinet de la colonne à l'aide d'une baguette en verre. La laine de verre est ensuite mouillée avec de l'HCl (0,1M) afin d'éviter d'emprisonner de l'air. Deux grosses spatules de résine DOWEX sont mélangées à de l'HCl (0,1M) et sont placées dans la colonne. La colonne est ensuite rincée avec un volume d'eau milli-Q puis successivement avec 2x25 mL de NaOH (2M), ensuite avec 4x25 mL d'eau milli-Q puis 2x25 mL d'HCl (2M), et enfin avec 4x25 mL d'eau milli-Q.

Après les 30 minutes d'agitation, la solution est placée dans une ampoule à décanter. La phase de dichlorométhane limpide est récupérée tandis que le reste est centrifugé durant 20 minutes à 4500 rpm dans des flacons en verre. Une fois les flacons centrifugés, le dichlorométhane est récupéré à l'aide d'une pipette de 50 mL. La phase dichlorométhane est ensuite agitée avec 30 mL de la solution pHMB durant 5 minutes avant d'être laissée à décanter dans une ampoule à décanter. La phase aqueuse est récupérée et l'opération est répétée en agitant durant 10 minutes. Les fractions aqueuses sont ensuite passées sur la résine à un rythme d'une goutte par seconde. La résine est rincée avec la solution de tampon acétate (2x25 mL). La solution de cystéine (2x30 mL) est éluée sur la colonne et un flacon Schott de 100 mL est placé en dessous afin d'en récupérer l'éluat. Ce dernier est agité durant 5 minutes avec 10 mL de CH₂Cl₂ bidistillé et puis durant 10 minutes avec 15 mL de CH₂Cl₂ bidistillé. L'ensemble est placé dans une ampoule à décanter de 100 mL. La phase CH₂Cl₂ est récoltée et séchée sur Na₂SO₄ anhydre.

- *Concentration de l'extrait*

La solution est placée dans le dispositif Kuderna-Danish. 1 mL d'EST (solution 6) et quelques grains de carborundum sont ajoutés à la solution. Le dispositif Kuderna-Danish est placé dans un bain d'eau thermostatisé à 45°C afin de concentrer la solution jusqu'à un volume de 500 µL. La solution obtenue est ensuite concentrée à l'aide d'un dispositif Dufton également dans un

bain d'eau à 45 °C et jusqu'à un volume final de 70 µL. L'extrait concentré est placé dans un vial GC et est injecté en GC-PFPD selon les conditions définies dans le § 3.7-3.

3.7 Appareillage utilisé

3.7.1 Principe de la GC-MS

La chromatographie en phase gazeuse (GC) est une technique de séparation des molécules volatiles. Les composés volatils sont injectés et transportés grâce à un gaz vecteur à travers une colonne contenant une phase stationnaire liquide ou solide. Ces composés sont ensuite séparés en fonction de leur affinité avec cette phase stationnaire. Les molécules ayant le moins d'affinité sont éluées en premier et vice versa. On parle de temps de rétention d'une molécule pour caractériser le moment auquel la molécule arrive au détecteur placé en sortie de colonne. Pour des conditions opératoires fixées et pour une même colonne, ce temps de rétention est propre au composé. On préférera toutefois, comme décrit au § 3.8.3, travailler avec les indices de rétention. La colonne est placée dans un four dont la température peut être contrôlée directement via le logiciel de l'ordinateur. Ce gradient de température sera défini afin de trouver un compromis entre une meilleure résolution des pics et une durée totale d'analyse optimale.

Un spectromètre de masse placé en sortie de colonne GC va ensuite détecter ces molécules au fur et à mesure de leur élution. La spectrométrie de masse est une technique d'analyse où les molécules sont bombardées par un flux d'électrons. Les fragments ioniques sont ensuite séparés en fonction de leur rapport masse sur charge (m/z). C'est grâce à ce spectre de masse représentant l'intensité des fragments ioniques en fonction du rapport (m/z) qu'il est possible d'identifier et de quantifier les molécules. La banque de données NIST (National Institute of Standards and Technology) est employée afin de comparer les spectres de masse des échantillons avec ceux des composés standards présents dans la banque de données. Le logiciel suggère des propositions de composés avec des % de probabilité.

Ce dispositif GC-MS est illustré sur la *figure 3.7-1*. Le sens de l'analyse est de la droite vers la gauche, de l'injection de l'échantillon à l'acquisition du chromatogramme sur l'ordinateur.

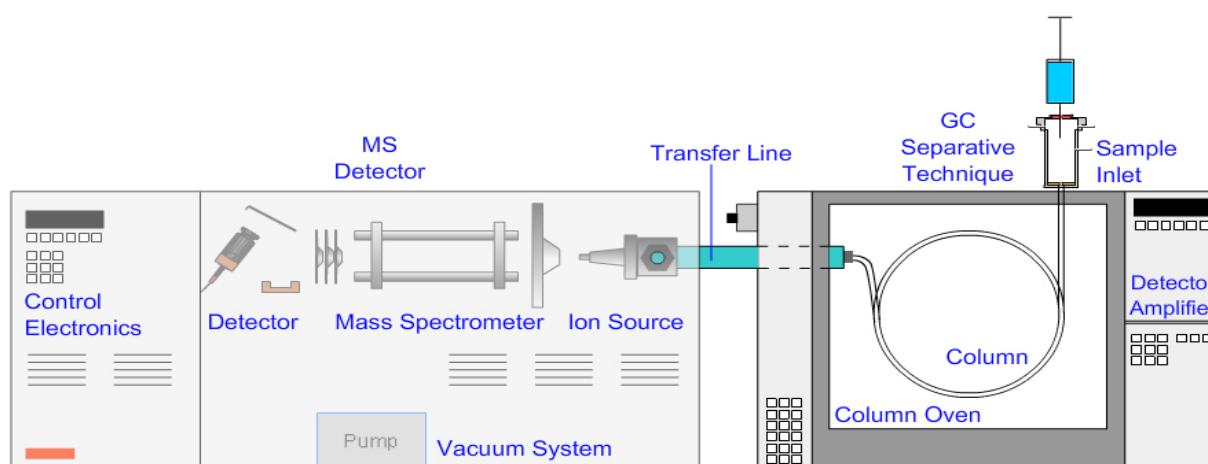


Figure 3.7-1. Représentation schématique d'un appareillage GC-MS.

3.7.2 Principe du détecteur à photométrie de flamme pulsée - PFPD

Trois types de gaz sont nécessaires au fonctionnement du détecteur PFPD: le gaz vecteur chargé des composés séparés le long de la colonne chromatographique, le gaz de combustion (hydrogène) et le gaz d'ignition (riche en air) amené au niveau de l'igniteur afin de créer une flamme. Grâce à une alimentation en combustible réduite, cette flamme s'allume et s'éteint périodiquement. Cette dernière se propage dans un labyrinthe avant d'atteindre le combusteur où les composés sont brûlés dans une atmosphère riche en gaz de combustion. Certaines formes photoélectriques sont alors formées. La lumière émise est filtrée et captée par un photomultiplicateur. La flamme meurt en fin de parcours dans le fond du conducteur après avoir consommé tous les gaz sur son passage. Le système nécessite alors un petit laps de temps (quelques millisecondes) pour se recharger en combustible et permettre un nouveau cycle de la flamme. C'est l'émission retardée du soufre par rapport à celle du carbone et de l'oxygène qui est intéressante dans notre cas pour ce type de détecteur. Cela permet de focaliser l'analyse sur une gamme de temps et d'atteindre une excellente sélectivité ainsi qu'une haute sensibilité en composés soufrés.

3.7.3 Appareillages analytiques

Lors des analyses, deux appareillages GC-MS ont été utilisés. Le dispositif GC Agilent 6890N couplé au MS Agilent 5973 a permis de quantifier un grand nombre de composés répartis sur quatre programmes SIM préalablement disponibles dans le laboratoire INBR (cfr § 3.8). Le dispositif GC Agilent 7890N couplé au MS Agilent 5977B a été utilisé pour les analyses GC-MS en mode full scan (cfr § 3.8).

La GC couplée à un détecteur PFPD a été utilisée pour l'analyse des thiols obtenus après extraction spécifique au pHMB. La GC-PFPD a également permis la détection du DMS dans les extraits d'arômes obtenus grâce au dispositif SAFE.

Les paramètres des GC-MS et du PFPD ainsi que les différents programmes de température sont observables dans les *tableaux* 3.7-1, 3.7-2 et 3.7-3 et sur les *figures* 3.7-2 et 3.7-3.

Tableau 3.7-1. Paramètres de la GC Agilent 6890N et de la MS Agilent 5973.

Appareillage GC	Appareillage MS
- GC Agilent 6890N - Autosampler Gerstel MPS2 - Injecteur : Splitless (<i>mode d'injection adapté à l'analyse de traces</i>)	- MS Agilent 5973 - Échantillonneur automatique ou manuel Gerstel

Paramètres	Paramètres
- Température de l'injecteur : 250 °C - Volume d'injection : 2 µL - Gaz vecteur : He (pureté 6.0) - Pression en tête de colonne : 134 kPa <i>(l'appareil travaille à pression constante)</i> - Colonne capillaire apolaire Agilent CP-Sil5 CB, phase diméthylpolysiloxane, ID : 50m*0,32mm, 1,2 µm - Débit dans la colonne : 2,9 mL/min à 36 °C - Programme de température du four : observable à la <i>figure 3.7-2</i>. <i>(Travailler avec un gradient de température permet de réduire le temps d'analyse)</i>	- Température de la source MS : 230 °C - Température du quadrupole : 150 °C - Solvant delay : 6,5 minutes - Énergie de la source d'impact électronique (EI) : 70 eV - Zone de balayage : m/z de 40 à 380

Tableau 3.7-2. Paramètres de la GC Agilent 7890N et de la MS Agilent 5977B.

Appareillage GC	Appareillage MS
- GC Agilent 7890N - Autosampler Combipal CTC analytics Pal system - Injecteur : Splitless <i>(mode d'injection adapté à l'analyse de traces)</i>	- MS Agilent 5977B - Echantillonneur Combipal CTC analytics Pal system (automatique ou manuel)
Paramètres	Paramètres
- Température de l'injecteur : 250 °C - Volume d'injection : 1 µL - Gaz vecteur : He (pureté 6.0) - Pression en tête de colonne : 65 kPa <i>(l'appareil travaille à pression constante)</i> - Colonne capillaire apolaire Agilent 7853 CP-sil5 CB, phase diméthylpolysiloxane, ID : 50m*0,32mm, 1,2 µm - Débit dans la colonne : 2 mL/min à 36 °C	- Température de la source MS : 230 °C - Température du quadrupole : 150 °C - Solvant delay de 3 minutes - Énergie de la source d'impact électronique (EI) : 1341 EM volts - Zone de balayage : m/z de 50 à 550

- Programme de température du four : observable à la <i>figure 3.7-2</i>. (Travailler avec un gradient de température permet de réduire le temps d'analyse)	
---	--

Tableau 3.7-3. Paramètre de la GC-PFPD.

Appareillage GC-PFPD	
- Chromatographe ThermoFinnigan Trace GC 2000 - Détecteur à photométrie de flamme pulsée (PFPD) - Injecteur : Splitless (<i>mode d'injection adapté à l'analyse de traces</i>)	
Paramètres	
- Température de l'injecteur : 220 °C - Volume d'injection : 2 µL - Gaz vecteur : He (flux : 1,1 mL/min) - Pression en tête de colonne : 45 kPa (<i>l'appareil travaille à pression constante</i>) - Colonne polaire FFAP, 25m x 0,32mm, 0,3µm - Ouverture de l'injecteur : 30 secondes après injection - Paramètres gérés par le logiciel WinPulse : - Gaz alimentant le détecteur : Hydrogène (H₂ : 10 mL/minute) ; Air (1 : 10 mL/minute ; 2 : 11,5 mL/minute) - Température du détecteur : 250°C - Fréquence relative à la pulsation de la flamme : 3,45 Hz - Différence de potentiel tube photomultiplicateur : 600 Volts - Programme de température du four : observable à la <i>figure 3.7-2</i> pour le pHMB et à la <i>figure 3.7-3</i> pour la détection du DMS.	

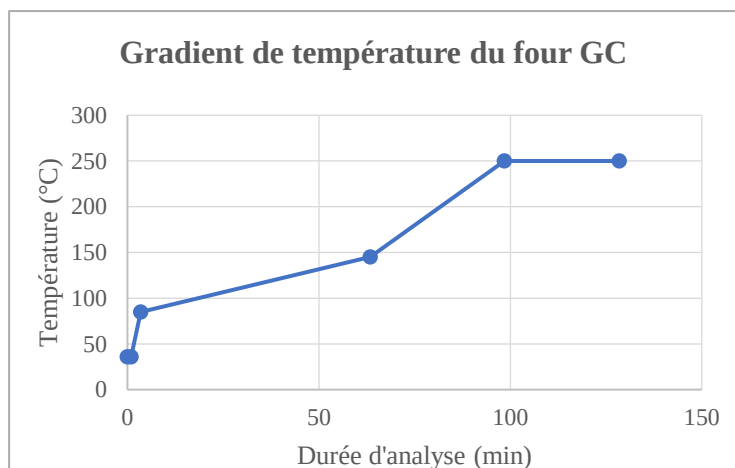


Figure 3.7-2. Gradient de température du four GC.

- Température initiale : 36 °C ; maintenue pendant 1 minute
- Augmentation de 20 °C/min jusqu'à 85 °C
- Augmentation de 1 °C/min jusqu'à 145 °C
- Augmentation de 3 °C/min jusqu'à 250 °C
- Température finale : 250 °C maintenue 30 minutes

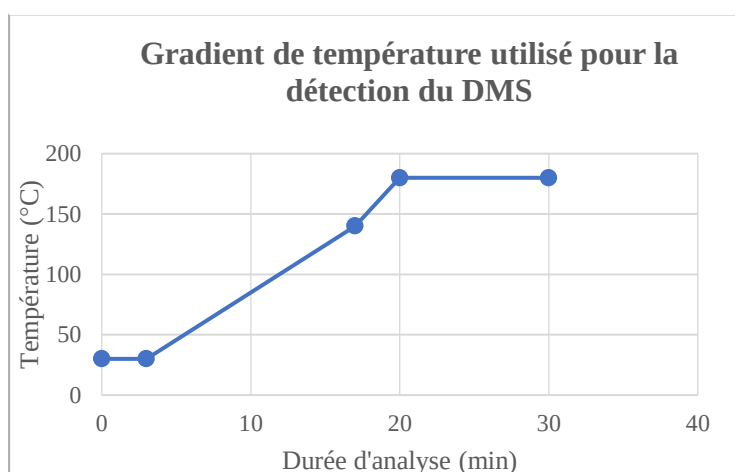


Figure 3.7-3. Gradient de température utilisé pour la détection du DMS.

- Température initiale : 30 °C ; maintenue pendant 3 minutes
- Augmentation de 8 °C/min jusqu'à 140 °C
- Augmentation de 15 °C/min jusqu'à 180 °C
- Température finale 180 °C maintenue durant 10 minutes

3.8 Identification des composés

3.8.1 Mode full scan et mode SIM du détecteur MS

Le spectromètre de masse permet de travailler de deux manières différentes. La première méthode est le mode « full scan » et la seconde le mode « SIM » (Selected Ion Monitoring). Ces deux modes ont été utilisés afin d'identifier les molécules volatiles présentes dans les extraits du moût et des vins.

Le mode « full scan » est très utile pour identifier un grand nombre de composés inconnus dans un échantillon. Il permet d'obtenir la totalité des fragments ioniques du spectre de masse de chaque pic. Cependant, ce mode est moins sensible que le mode « SIM ».

Le mode « SIM » permet de sélectionner certains fragments ioniques caractéristiques du composé d'intérêt sur des fenêtres de temps définies. La sensibilité du détecteur est augmentée par rapport au mode « full scan », ce qui permet la détection et la quantification de composés aromatiques présents à des concentrations plus faibles.

3.8.2 Identification des composés

L'identification des composés volatils du moût et des vins extraits grâce au dispositif SAFE a été réalisée de deux façons différentes : le croisement d'informations entre les spectres de masse obtenus en mode « full scan » et la bibliothèque NIST et l'injection de l'extrait SAFE en mode « SIM » sur 4 programmes préétablis (composés recherchés illustrés dans l'annexe V). Les programmes « SIM » ont été appliqués sur le moût 2017 en mai 2018, sur le vin 2016 en avril 2018 et sur les vins 2015 et 2017 en juin 2018.

L'extrait SAFE a également été injecté en PFPD afin de détecter le diméthylsulfure (DMS). Ce composé soufré est présent dans une grande variété de produits alimentaires et notamment le vin blanc. Son odeur dans celui-ci fait penser aux asperges, au maïs et à la mélasse. Son seuil de perception dans le vin est de 22 à 60 µg/L. L'extrait SAFE a été injecté en PFPD en avril 2018 pour le moût 2017, en février 2018 pour le vin 2016 et en juin 2018 pour les vins 2015 et 2017.

3.8.3 Vérification des composés

Afin de vérifier l'identification de certains composés suspectés sur base des analyses « full scan », nous avons procédé à des injections de standards analytiques commerciaux. Les indices de rétention ainsi obtenus et les ions majoritaires ont ainsi été confrontés aux données expérimentales (I_R et spectre de masse). L'indice de rétention d'un composé, contrairement au temps de rétention, ne dépend pas des conditions chromatographiques. Il peut dès lors être comparé pour différents appareillages (la colonne doit cependant être identique).

Le calcul de l'indice de rétention se base sur les temps de rétention des alcanes injectés dans les mêmes conditions chromatographiques que l'échantillon analysé. L'indice de rétention du composé d'intérêt se calcule suivant l'équation 10 :

$$\text{Équation 10} \quad I_x = 100 \left(n_c + \frac{t'_{RX} - t'_{Rn}}{t'_{Rn+1} - t'_{Rn}} \right)$$

Avec :

- I_x , l'indice de rétention du composé d'intérêt x ;
- n_c , le nombre de carbones de l'alcane correspondant ;
- t'_{RX} , le temps de rétention du composé d'intérêt x ;
- t'_{Rn} , le temps de rétention de l'alcane à n carbones ;
- t'_{Rn+1} , le temps de rétention de l'alcane à n+1 carbones.

En conditions isothermes, on ne parle plus de l'indice de rétention mais bien de l'indice de Kovats. Pour le programme de température utilisé dans le cadre de nos analyses, l'isotherme est atteint à partir de 98,45 minutes. On retrouve alors l'équation 11 de nature logarithmique :

$$\text{Équation 11} \quad I_x = 100 \left(n_c + \frac{\log t'_{RX} - \log t'_{Rn}}{\log t'_{Rn+1} - \log t'_{Rn}} \right)$$

3.9 Quantification des composés

L'équation 12 permet de déterminer la concentration du composé d'intérêt x.

Équation 12

$$\text{Concentration}(X) = \frac{\text{Surface}(X)}{\text{Surface}(IST)} * \frac{\text{CR}(IST)}{\text{CR}(X)} * \frac{\% \text{récup}(IST)}{\% \text{récup}(X)} * \text{Concentration}(IST)$$

Avec :

- Surface (X), la surface de réponse du composé X ;
- Surface (IST), la surface de réponse de l'IST ;
- CR(X), le coefficient de réponse du composé X au détecteur ;
- CR(IST), le coefficient de réponse de l'IST au détecteur ;
- % récup(X), le pourcentage de récupération du composé X ;
- % récup(IST), le pourcentage de récupération de l'IST ;
- Concentration(IST), la concentration de l'IST dans l'échantillon de départ.

L'utilisation d'un standard interne (IST), dans notre cas le 2-acétylthiophène (A27), permet de quantifier les composés d'intérêt. L'IST subit l'ensemble des étapes de la manipulation SAFE au même titre que les composés volatils et permet de corriger les éventuelles erreurs de manipulations. Le 2-acétylthiophène, ayant un comportement semblable aux composés à quantifier et répondant aux différents détecteurs utilisés, est un bon standard interne. Ce choix judicieux permet de supposer le rapport des % récupération comme étant égal à un.

Afin de déterminer le rapport des coefficients de réponse de l'équation 12, des droites de

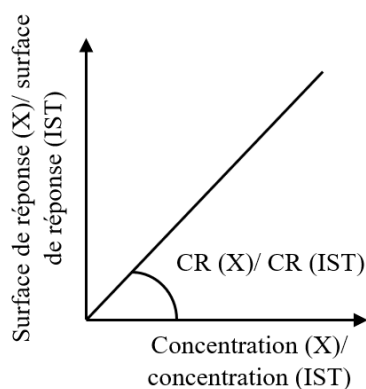


Figure 3.9-1. Droite de calibration.

calibration ont été réalisées pour chacun des composés en concentrations croissantes (1; 5; 10; 20 et 30 ppm). Pour chaque niveau de calibration, la même quantité d'IST est systématiquement ajoutée (à savoir 5 ppm). Le graphe de la surface de réponse de l'IST en fonction du rapport de leurs concentrations est observable à la figure 3.9-1. La pente de cette droite est égale au rapport des coefficients de réponse du composé d'intérêt et de l'IST (CR_X/CR_{IST}). Les calibrations des différents composés sont disponibles à l'annexe VI.

4. Résultats et discussion - Partie sol

4.1 Indice héliothermique de Huglin pour les années 2015, 2016 et 2017 des trois domaines viticoles étudiés

Tableau 4.1-1. Valeurs de l'IH pour les années 2015, 2016 et 2017 au « vignoble A ».

Année	IH	Catégorie climatique
2015	1520,40	Frais
2016	1666,86	Frais
2017	1625,1	Frais

Tableau 4.1-2. Valeurs de l'IH pour les années 2015, 2016 et 2017 au domaine des Marnières.

Année	IH	Catégorie climatique
2015	1760,28	Frais
2016	1990,62	Tempéré
2017	1948,14	Tempéré

Tableau 4.1-3. Valeurs de l'IH pour les années 2015, 2016 et 2017 au domaine de Terracruda.

Année	IH	Catégorie climatique
2015	2394,92	Tempéré chaud
2016	2203,74	Tempéré chaud
2017	2501,21	Chaud

L'IH du domaine de Terracruda a été calculé à partir des données fournies par la station météorologique de Pergola (Security and Civil Protection Département) située à moins de 15 km des deux parcelles d'étude. Les valeurs de l'IH du « vignoble A » et du domaine des Marnières ont été calculées grâce aux données fournies par l'Institut royal météorologique belge (IRM). Pour le domaine des Marnières, les données proviennent de la station de Liège-Monsin située à moins de 10 km du lieu d'étude et pour le « vignoble A » la station se trouve à moins de 30 km de la parcelle. L'équation 1 fait référence à un coefficient de longueur de jour compris entre 1,02 et 1,06. Un coefficient de 1,04 a été utilisé pour Terracruda et de 1,02 pour les deux vignobles belges. Les données enregistrées à la station italienne de Pergola permettent de classer les climats des années 2015 et 2016 comme des climats tempérés chauds et le climat de l'année 2017 comme un climat chaud. Les températures de cette région italienne ne semblent pas être limitantes pour produire des vins de qualité. Par contre, en Belgique, les climats sont pour les trois années, caractérisés comme frais à la station proche du « vignoble A » et comme frais et tempérés à la station de Liège-Monsin.

4.2 Explication générale des résultats

Les différents résultats obtenus ont été calculés pour les quatre parcelles d'étude. Comme expliqué dans la section matériel et méthodes – partie Sol, certaines mesures ont été uniquement réalisées à la profondeur A (0-10 cm) et d'autres également à la profondeur B (10-20cm). L'expérience portant sur le potentiel de minéralisation azotée a été réalisée uniquement sur les sols provenant des deux vignobles belges.

Les résultats obtenus pour chaque point de prélèvement sont présentés à *l'annexe II*. Les différents graphiques repris ci-dessous reprennent à chaque fois, par parcelle, la valeur moyenne et l'écart-type des résultats obtenus à chaque point de prélèvement. Les profondeurs indiquées dans les graphiques sont de 5 et 15 cm ce qui représente la moyenne de profondeur pour l'horizon A et B respectivement.

Les résultats des ANOVA 1 et 2 ainsi que ceux du test de Tukey seront également explicités dans cette partie. Les résultats des ANOVA se trouvent directement dans cette section alors que les détails du test de Tukey sont illustrés dans *l'annexe III*.

4.3 pH et différence de pH pour les quatre parcelles d'étude

Les valeurs de $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ (*figure 4.3-1*) retrouvées dans les différents vignobles sont comprises entre 6,7 et 8,4 pour la profondeur de prélèvement A et entre 6,7 et 8,7 pour la profondeur de prélèvement B. Le *tableau 4.3-1* illustre le résultat de l'ANOVA 2. On peut remarquer que la profondeur n'a pas d'influence significative sur le $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ du sol des parcelles étudiées. En effet, pour que les valeurs d'un facteur soient considérées comme différentes, il faut que la p-valeur soit inférieure à 0,05. Dans ce cas, la p-valeur associée à la profondeur vaut 0,44. Le *tableau III-1* se trouvant dans *l'annexe III* reprend les résultats détaillés du test de Tukey. Ces résultats nous permettent de savoir quelles valeurs du $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ sont significativement différentes les unes des autres. Les valeurs de pH sont significativement différentes (p-valeur <0,05) si l'on compare les parcelles italiennes et les parcelles belges. Les valeurs de $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ des parcelles italiennes sont supérieures à celles observées dans les deux vignobles belges. Par contre, au sein d'un même pays, les valeurs obtenues aux deux profondeurs de prélèvement ne sont pas significativement différentes.

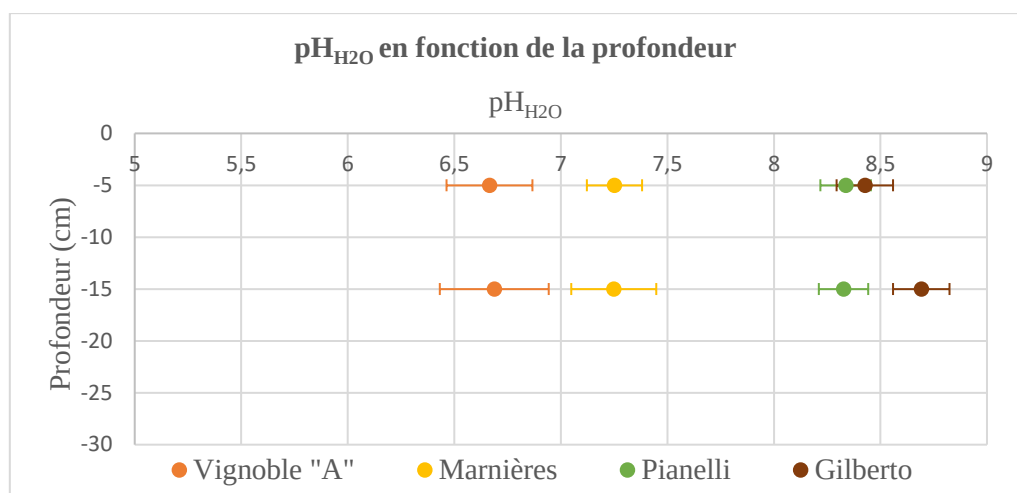


Figure 4.3-1. Valeurs moyennes et écarts-types du pH_{H_2O} à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

Les valeurs de pH_{H_2O} des 2 différentes profondeurs n'ont pas été comparées. Le R^2 de cette analyse a une valeur de 0,87 (tableau 4.3-1) ce qui signifie que 87 % de la variance des résultats de ce modèle est expliquée par l'ANOVA 2.

Tableau 4.3-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour le pH_{H_2O} mesurés à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

pH_{H_2O}	DDL	F	PR>F	R^2
Parcelle	3	63,78	<0,001	0,87
Profondeur	1	0,61	0,44	
Parcelle* profondeur	3	0,41	0,75	

Les parcelles italiennes présentent des sols calcarifères développés sur des sédiments marins récemment exondés. Il est donc normal d'observer ce type de valeur de pH aux alentours de 8-9. Lors de l'élaboration des profils de sol au « vignoble A » (annexe I), nous n'avons pas décelé la présence de carbonates. Par contre, à certains points de prélèvement du domaine des Marnières, nous avons détecté des carbonates. Pourtant, les deux vignobles belges présentent des valeurs moyennes de pH_{H_2O} similaires. D'après De Wever (2014), le Chardonnay s'exprime bien sur les sols calcaires. Ils permettent également de donner une certaine rondeur au vin.

Comme mentionné dans le § 1.3.1, un pH compris entre 5,5 et 8 est idéal pour la vigne. Les différentes valeurs obtenues de pH_{H_2O} sur nos parcelles belges sont comprises dans cette gamme contrairement aux parcelles de Pianelli et Gilberto qui présentent des valeurs légèrement supérieures. Pour une bonne minéralisation de la matière organique et donc des quantités suffisantes d'azote prélevable par la vigne, van Leeuwen *et al.* (2010) recommandent un pH compris entre 6,5 et 8,5. Encore une fois ces valeurs de pH_{H_2O} correspondent à celles observées sauf pour les parcelles italiennes qui sont à la limite supérieure de cette gamme. Le pH_{H_2O} retrouvé au sein des deux parcelles belges semble idéal pour le bon développement de la vigne et la minéralisation de la MO du sol.

Les valeurs de pH_{KCl} ont également été calculées et sont illustrées sur la *figure 4.3-2*. Les valeurs du pH_{KCl} sont comprises entre 5,69 et 7,55 pour la profondeur A et entre 5,6 et 7,7 pour la profondeur B. Comme pour le $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$, c'est dans le « vignoble A » que la valeur de pH est la plus faible (5,7 et 5,6 pour les profondeurs A et B respectivement) et dans la parcelle Gilberto que les valeurs sont les plus élevées (7,6 et 7,7 pour les profondeurs A et B respectivement).

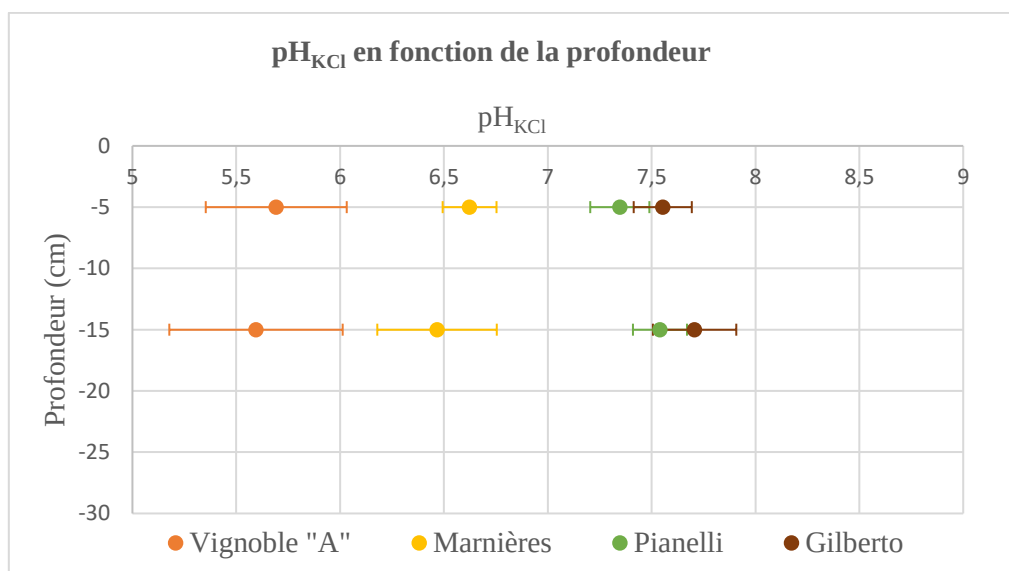


Figure 4.3-2. Valeurs moyennes et écarts-types du pH_{KCl} à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

Le *tableau 4.3-2* illustre les résultats de l'ANOVA 2. Seules les valeurs de pH_{KCl} du facteur « parcelle » sont significativement différentes. 77% de la variance des résultats est expliquée par l'ANOVA 2. Les résultats du test de Tukey (*tableau III-2 ; annexe III*) permettent de distinguer les résultats significativement différents les uns des autres. Dans ce cas, les valeurs successives de pH ne sont jamais significativement différentes. C'est-à-dire que la valeur du « vignoble A » n'est pas différente de celle des Marnières qui elle-même n'est pas différente de celle de Pianelli. Par contre, si l'on compare deux valeurs du pH_{KCl} séparées par au moins une valeur, les valeurs sont significativement différentes. Par exemple, la valeur de pH_{KCl} du « vignoble A » est significativement différente de la valeur obtenue pour la parcelle Pianelli. Cela est valable pour les deux profondeurs de prélèvement. Par contre, les valeurs de pH_{KCl} des deux différentes profondeurs n'ont pas été comparées.

Tableau 4.3-2. Résultats de l'ANOVA 2 pour le pH_{KCl} mesurés à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

pH_{KCl}	DDL	F	PR>F	R ²
Parcelle	3	33,16	<0,001	0,77
Profondeur	1	0	0,95	
Parcelle* profondeur	3	0,33	0,81	

Les valeurs de pH_{KCl} sont pour toutes les parcelles et aux deux profondeurs de prélèvements légèrement inférieures à celles obtenues pour le pH_{H_2O} . La solution de KCl dans laquelle le sol a été placé permet de chasser les ions H^+ fixés sur le complexe argilo-humique. Cela rend possible la détermination de l'acidité de réserve du sol.

La différence entre le pH_{H_2O} et le pH_{KCl} est illustrée dans le *tableau 4.3-3* pour les deux profondeurs de prélèvement. Elle est toujours positive et varie entre 0,628 et 0,990 à la profondeur A et entre 0,781 et 1,092 à la profondeur B. Le fait que le pH_{H_2O} soit toujours supérieur au pH_{KCl} permet de dire que la charge électrique nette de ces sols est négative (Delvaux, 2018). Dans le cas du « vignoble A », des parcelles des Marnières et de Gilberto, cette différence augmente avec la profondeur. La parcelle Pianelli voit cette différence diminuer avec la profondeur.

Lorsque la différence de pH est supérieure à un, comme pour le « vignoble A » à la profondeur B, nous sommes souvent confrontés à des sols constitués majoritairement de minéraux argileux à charge permanente. Cependant, il se peut aussi que le pH se trouve loin du point isoélectrique et que les charges soient alors variables. Les autres vignobles présentent des différences de pH inférieures à un et donc un sol possédant une dominance de charges variables. Les constituants que l'on pourrait principalement retrouver dans ces sols sont de la MO et des argiles de type smectite. Le calcul de la CEC du sol aurait permis d'en savoir plus sur les constituants retrouvés (Delvaux, 2018).

Tableau 4.3-3. Différence $pH_{H_2O}-pH_{KCl}$ mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

Parcelle	Différence $pH_{H_2O}-pH_{KCl}$	
	Profondeur A (0-10cm)	Profondeur B (10-20 cm)
Vignoble A	0,973	1,092
Marnières	0,628	0,781
Gilberto	0,873	0,985
Pianelli	0,990	0,787

4.4 Matière organique (MO)

Les teneurs en MO du sol sont comprises entre 3,08 pour le « vignoble A » et 8,91 % pour la parcelle du domaine des Marnières à la profondeur A et entre 2,86 pour le « vignoble A » et 8,13 % pour la parcelle du domaine des Marnières à la profondeur B (*figure 4.4-1*).

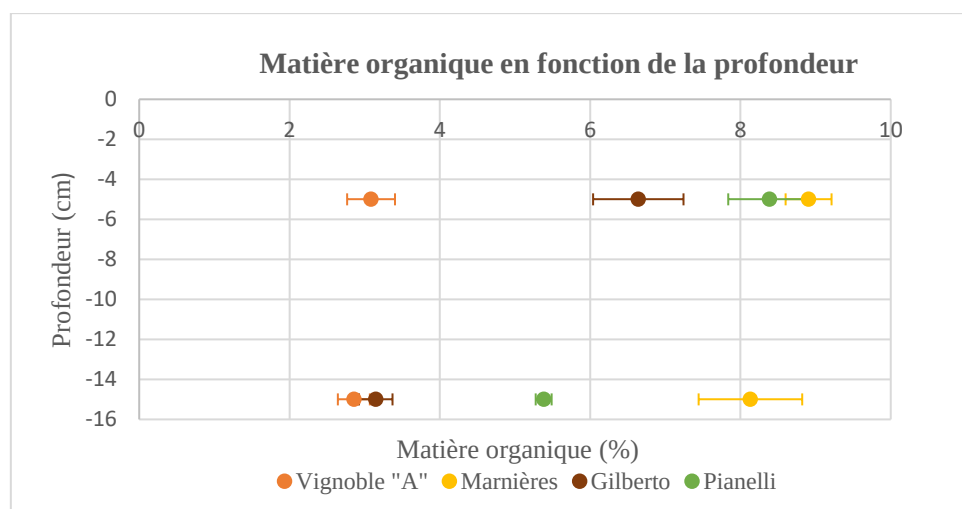


Figure 4.4-1. Valeurs moyennes et écarts-types de la teneur en MO mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

Le tableau 4.4-1 reprend les résultats du modèle ANOVA 2. Dans ce cas, il explique très bien (91%) la variance des échantillons et montre que les trois facteurs considérés (parcelle, profondeur et l'interaction entre les deux) ont un effet significatif sur la teneur en MO. La teneur en MO est inférieure dans l'horizon B, plus profond.

Concernant les résultats du test de Tukey (tableau III-3 ; annexe III), on remarque que certaines teneurs en MO sont significativement différentes les unes des autres mais pas toutes. À la profondeur A, les valeurs de teneur en MO ne sont pas significativement différentes si l'on compare Gilberto et Pianelli ainsi que Pianelli et les Marnières. Par contre, la teneur en MO du « vignoble A » est bien significativement différente des autres valeurs. À la profondeur B, les valeurs ne sont pas significativement différentes entre le « vignoble A » et Gilberto et sont significativement différentes pour le reste des teneurs en MO. Les valeurs de teneur en MO des deux différentes profondeurs n'ont pas été comparées entre elles.

Tableau 4.4-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour la teneur en MO mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

MO	DDL	F	PR>F	R ²
Parcelle	3	74,67	<0,001	0,91
Profondeur	1	44,07	<0,001	
Parcelle* profondeur	3	8,32	<0.05	

Il est normal que la teneur en MO du sol soit supérieure à la profondeur A comparativement à celle obtenue à la profondeur B. En effet, la source principale de MO vient des feuilles et des sarments de vigne ainsi que de l'enherbement de la parcelle. Barbot et Wisser (2010) spécifient que l'apport de MO dû aux sarments et aux feuilles de vigne peut représenter jusqu'à 600 kg d'humus/ha et que l'enherbement de la parcelle peut apporter entre 100 et 300 kg d'humus/ha. Les trois vignobles possédant les parcelles étudiées laissent l'enherbement dans leur vigne. Cependant le « vignoble A », contrairement aux autres, désherbe sous les rangs de vigne de manière mécanique. Les vignobles des Marnières et de Terracruda laissent les bois de taille

directement dans la vigne. Cela explique sûrement les teneurs en MO inférieures dans le « vignoble A ».

D'après Morisson-Couderc (nd), les teneurs en MO à la profondeur A correspondent, pour le « vignoble A » à une bonne dotation, pour Gilberto à un sol riche en MO et pour Pianelli et les Marnières on retrouve des sols très riches en MO. À la profondeur B, plus profonde, on observe des catégories légèrement différentes. Le « vignoble A » et Gilberto sont bien dotés en MO, Pianelli se trouve sur un sol riche en MO et les Marnières sur un sol très riche en MO. Les teneurs observées dans les trois vignobles correspondent à des teneurs supérieures à la moyenne habituellement observée. Comme vu dans le § 4.3, le sol possède une majorité de charges négatives. Aux valeurs de $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ observées dans nos parcelles à savoir entre 6,7 et 8,7, la MO est chargée négativement et n'est donc pas retenue par la charge du sol.

Il est également important de s'intéresser au passé historique des parcelles. La parcelle du « vignoble A » était une culture de maïs. Elle a ensuite été mise au repos durant trois ans avant d'être labourée puis plantée en vigne. La parcelle du domaine des Marnières était quant à elle une prairie. Concernant les deux parcelles italiennes, Gilberto était une culture de céréales et Pianelli une prairie. Ce sont les deux anciennes prairies (Pianelli et la parcelle du domaine des Marnières) qui possèdent les teneurs en MO les plus élevées. Attard *et al.* (2016) spécifient qu'il est normal de retrouver des teneurs en MO plus élevées dans les prairies que dans les cultures. En effet, lors des cultures, une partie de la matière végétale aérienne, voire racinaire, est exportée en dehors de la parcelle. De plus, le travail du sol ainsi que l'apport d'amendements et de fertilisants favorisent l'activité biologique du sol et donc la minéralisation de la MO. Le labour pratiqué avant la plantation de la vigne dans le « vignoble A » a également favorisé cette minéralisation. Cependant, il est important de noter que les vignes n'ont pas le même âge et que certaines ont été plantées des années avant d'autres. En effet, les vignes d'Italie ont plus de 30 ans alors que les vignes du « vignoble A » ont quatre ans et celles du domaine des Marnières ont huit ans.

Par ailleurs, la MO elle-même peut être fractionnée en différents pools. On en retrouve trois : la matière organique labile, la matière organique soluble et la matière organique récalcitrante. Cette dernière finira par être dégradée par les microorganismes mais après un temps plus long que les deux autres pools.

4.5 Carbone organique (C_{org})

La teneur en C_{org} obtenue par la méthode de Walkey et Black, uniquement à la profondeur A, nous donne des valeurs comprises entre 1,31 % (« vignoble A ») et 3,48 % (domaine des Marnières). Les différentes valeurs moyennes ainsi que les écarts-types sont illustrés sur la figure 4.5-1.

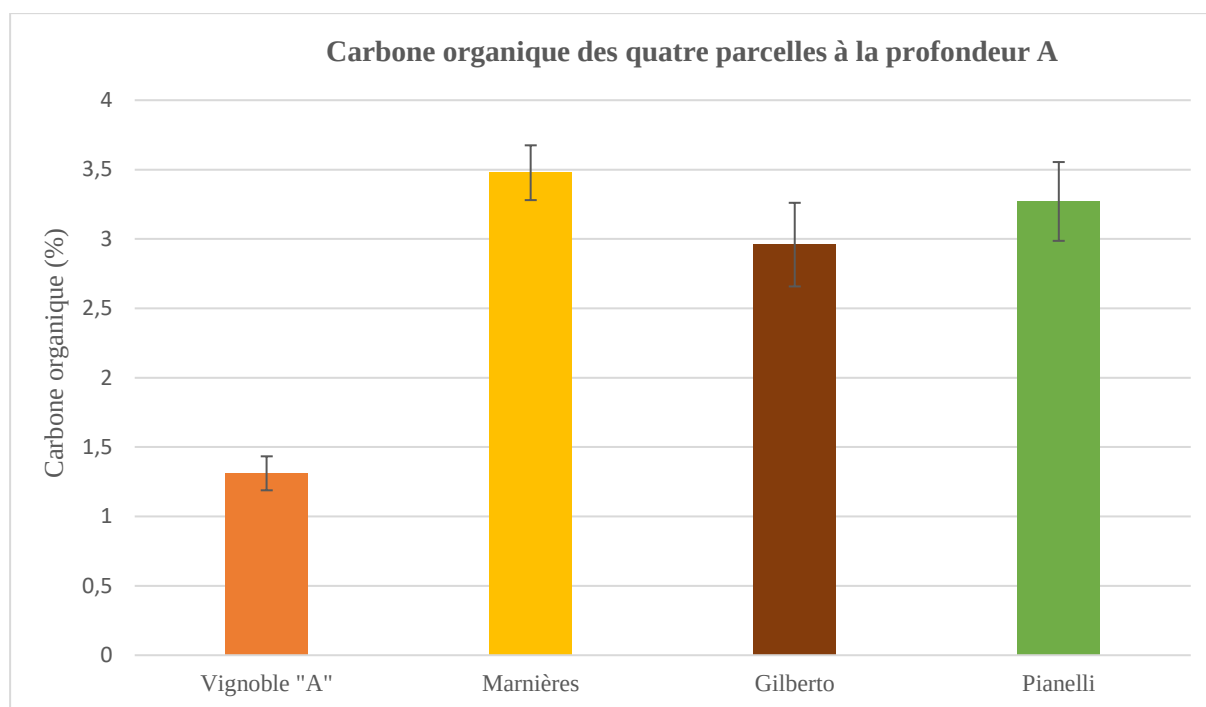


Figure 4.5-1. Valeurs moyennes et écarts-types de la teneur en C_{org} mesurée à une profondeur de prélèvement (A 0-10 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

Le modèle ANOVA 1 permet de différencier les valeurs significativement différentes les unes des autres. Le *tableau 4.5-1* nous spécifie que le seul facteur utilisé à savoir le facteur « parcelle », a un effet significatif sur la teneur en C_{org} du sol. Cependant, les résultats du test de Tukey donnés dans le *tableau III-4* en *annexe III* nous spécifient que seule la teneur en carbone organique du « vignoble A » est significativement différente des trois autres. Les valeurs de teneur en C_{org} des parcelles du domaine des Marnières, Gilberto et Pianelli ne sont pas significativement différentes.

Tableau 4.5-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour la teneur en C_{org} mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

C_{org}	DDL	F	PR>F	R^2
Parcelle	3	17,97	<0,001	0,78

La teneur en C_{org} du sol suit exactement les mêmes tendances que celles observées pour la teneur en MO du sol. En effet, la parcelle du « vignoble A » est celle présentant le taux le plus faible et Gilberto et celle du domaine des Marnières le taux le plus élevé. Si l'expérience avait été faite pour la profondeur de prélèvement B, les tendances auraient probablement également été les mêmes. La teneur en C_{org} est liée à la teneur en MO. En effet, la chambre d'agriculture de Poitou-Charentes (2012) spécifie que la MO est formée de presque 50 % de C_{org} , 40 % d'oxygène, 5 % d'hydrogène, 4% d'azote et 1 % de soufre.

4.6 Carbone total (C_{tot})

Les teneurs en C_{tot} sont présentées à la *figure 4.6-1*. Les teneurs les plus élevées (6,57 à la profondeur A et 4,90 à la profondeur B) sont assignées à la parcelle Gilberto. Les teneurs les

plus faibles (1,26 à la profondeur A et 1 à la profondeur B) sont observées dans le « vignoble A ». Entre ces valeurs extrêmes, on retrouve les teneurs en C_{tot} de Pianelli et de la parcelle du domaine des Marnières. À la profondeur A, Pianelli a une valeur plus élevée que les Marnières et à la profondeur B les Marnières ont une valeur plus élevée que Pianelli.

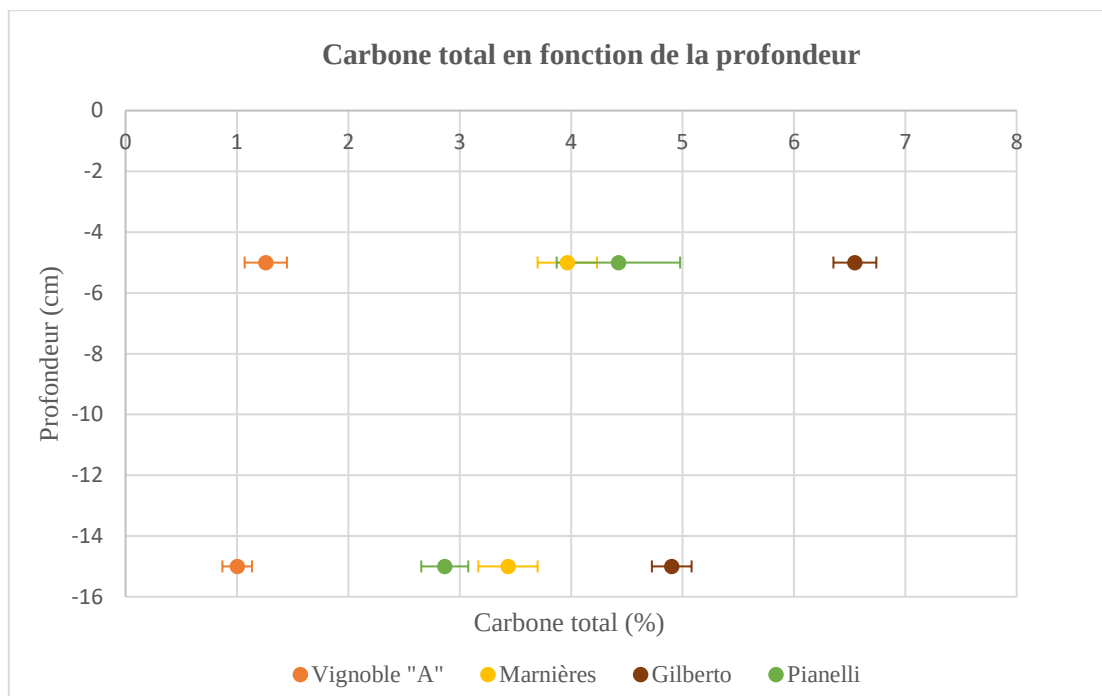


Figure 4.6-1. Valeurs moyennes et écarts-types de la teneur en C_{tot} mesurée à deux profondeurs de prélèvement (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

Les résultats de l'ANOVA 2 sont présentés dans le *tableau 4.6-1*. On remarque que les deux facteurs « parcelle » et « profondeur » ainsi que leur interaction expliquent la teneur en C_{tot} . Les teneurs obtenues entre 0 et 10 cm (profondeur A) sont supérieures à celles obtenues entre 10 et 20 cm (profondeur B). Les résultats du test de Tukey (observables en *annexe III* sur le *tableau III-6*) nous montrent que les valeurs aux deux profondeurs sont significativement différentes sauf pour les valeurs du domaine des Marnières et Gilberto. 91 % de la variance des résultats est expliquée par le modèle ANOVA 2. À nouveau, les valeurs aux deux profondeurs n'ont pas été comparées entre elles.

Tableau 4.6-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour la teneur en C_{tot} mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

C_{tot}	DDL	F	PR>F	R^2
Parcelle	3	92,1	<0,001	0,91
Profondeur	1	25,15	<0,001	
Parcelle* profondeur	3	3,14	<0,05	

Comme pour la teneur en MO, on retrouve une teneur plus élevée en C_{tot} en surface qu'en profondeur. En effet, le C_{tot} comprend une partie du C_{org} . Cependant, lorsque l'on analyse les teneurs en C_{org} , l'ordre des teneurs des parcelles est différent de celui observé pour la MO et le

C_{org} . C'est bien à chaque fois le « vignoble A » qui possède la plus faible teneur mais dans le cas du carbone total, Gilberto possède la valeur plus élevée alors que pour la MO et le C_{org} sa teneur était la seconde la plus faible. C'est donc la proportion de carbone inorganique qui change. Rappelons que la teneur en carbone organique a uniquement été calculée pour la profondeur A. La suite de la discussion portera donc pour cette profondeur uniquement. La teneur en C_{tot} du « vignoble A » peut être assignée à presque 100% à du C_{org} . Par contre, les trois autres vignobles qui présentent des sols calcarifères possèdent une teneur plus ou moins importante en carbone inorganique. En effet, seulement 46% du C_{tot} de la parcelle Gilberto se trouve sous forme de C_{org} . Au domaine des Marnières, on retrouve 88% du C_{tot} sous forme organique et 74 % sur la parcelle Pianelli. Comme on l'avait spécifié lors de la description des profils de sol (*annexe I*), la parcelle des Marnières est assez contrastée et on ne retrouve pas la présence de calcaire à chaque point de prélèvement.

4.7 Azote total (N_{tot})

La teneur en N_{tot} suit la même tendance, en tout cas pour la profondeur A, que la teneur en MO et en C_{org} à savoir « vignoble A » < Gilberto < Pianelli < Marnières. À la profondeur B, l'ordre est le suivant : Gilberto < « vignoble A » < Pianelli < Marnière. Les valeurs du contenu en N_{tot} sont plus élevées en surface qu'en profondeur. Comme on peut le voir sur la *figure 4.7-1*, la teneur minimale est de 0,15 % et correspond à la profondeur B de la parcelle Gilberto et la teneur maximale est de 0,44 % et correspond à la profondeur A de la parcelle du domaine des Marnières.

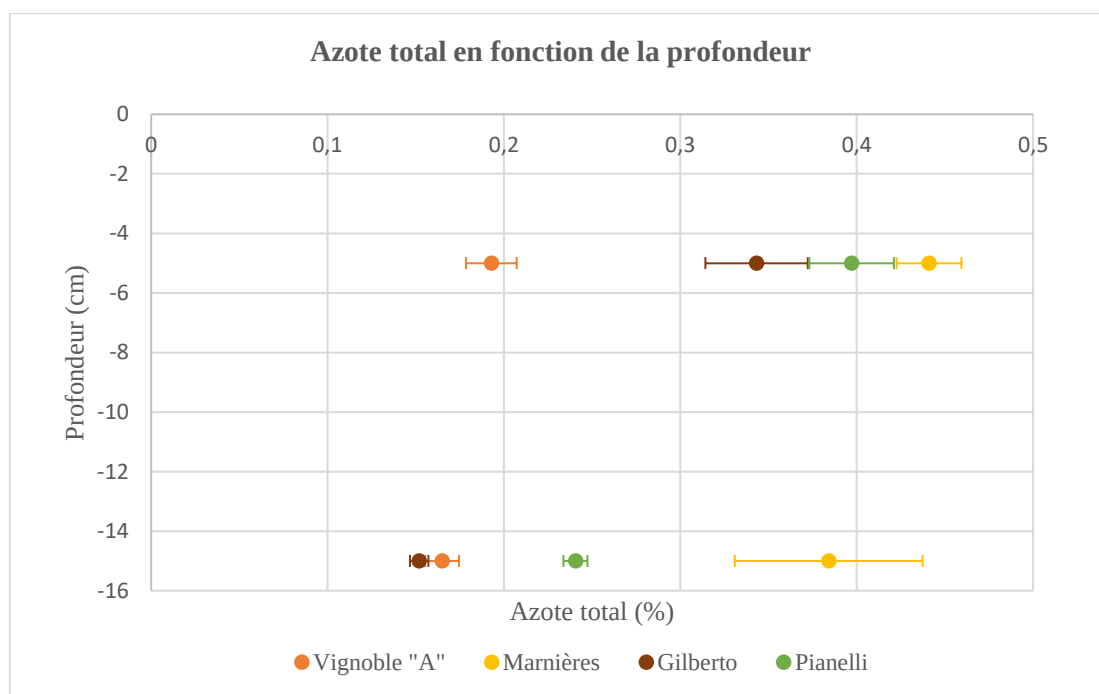


Figure 4.7-1. Valeurs moyennes et écarts-types de la teneur en N_{tot} mesurée à deux profondeurs de prélèvement (A 0-10 cm et B 10-20cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

Les résultats du test ANOVA 2 illustrés dans le *tableau 4.7-1* nous montrent que les facteurs « parcelle » et « profondeur » influencent la teneur en N_{tot} . Ce n'est par contre pas le cas pour

l'interaction entre ces deux facteurs qui n'influence pas le contenu en N_{tot} . Les teneurs en profondeur (10-20 cm) sont inférieures à celles obtenues en surface (0-10 cm). Les résultats du test de Tukey (*tableau III-5 ; annexe III*) montrent que pour la profondeur A, les teneurs sont significativement différentes entre le « vignoble A » et les valeurs des trois autres parcelles. Les valeurs des Marnières et de Gilberto ainsi que de Gilberto et de Pianelli ne sont pas significativement différentes. Si l'on compare la valeur de Gilberto et de Pianelli, on remarque qu'elles sont significativement différentes. À la profondeur B, les teneurs du « vignoble A », de Gilberto et de Pianelli ne sont pas significativement différentes. La teneur des Marnières est significativement différente des trois autres teneurs. Les deux profondeurs n'ont pas été comparées entre elles.

Tableau 4.7-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour la teneur en N_{tot} mesurée à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

N_{tot}	DDL	F	PR>F	R^2
Parcelle	3	35,17	<0,001	0,84
Profondeur	1	39,16	<0,001	
Parcelle* profondeur	3	5,21	0,052	

Il est normal d'observer une même tendance pour la teneur en MO et en N_{tot} puisque c'est la MO qui est la source principale d'azote dans le sol. Dans des sols non calcarifères, on aurait probablement observé le même schéma pour le C_{tot} du sol. La mesure de la teneur en N_{tot} est surtout intéressante pour connaître le rapport C/N présenté dans le paragraphe suivant mais il est important de rappeler qu'il ne renseigne pas sur l'azote disponible pour la vigne. En effet, c'est sous forme de NH_4^+ et encore plus de NO_3^- que la vigne est capable de prélever l'azote.

4.8 Rapport C/N

Les rapports C/N sont illustrés sur la *figure 4.8-1* aux deux profondeurs de prélèvement. Les tendances sont les mêmes aux deux profondeurs. Le « vignoble A » possède le rapport le plus bas. Il est de 6,42 pour la profondeur A et de 6,01 pour la profondeur B. Le domaine des Marnières se situe juste après avec un rapport de 8,99 pour la profondeur A et de 8,86 pour la profondeur B. On distingue ensuite la parcelle Pianelli qui possède un rapport de 11,04 à la profondeur A et de 11,98 à la profondeur B. Finalement, on observe les rapports les plus élevés sur la parcelle Gilberto. Ce rapport est de 19,27 à la profondeur A et de 32,36 à la profondeur B.

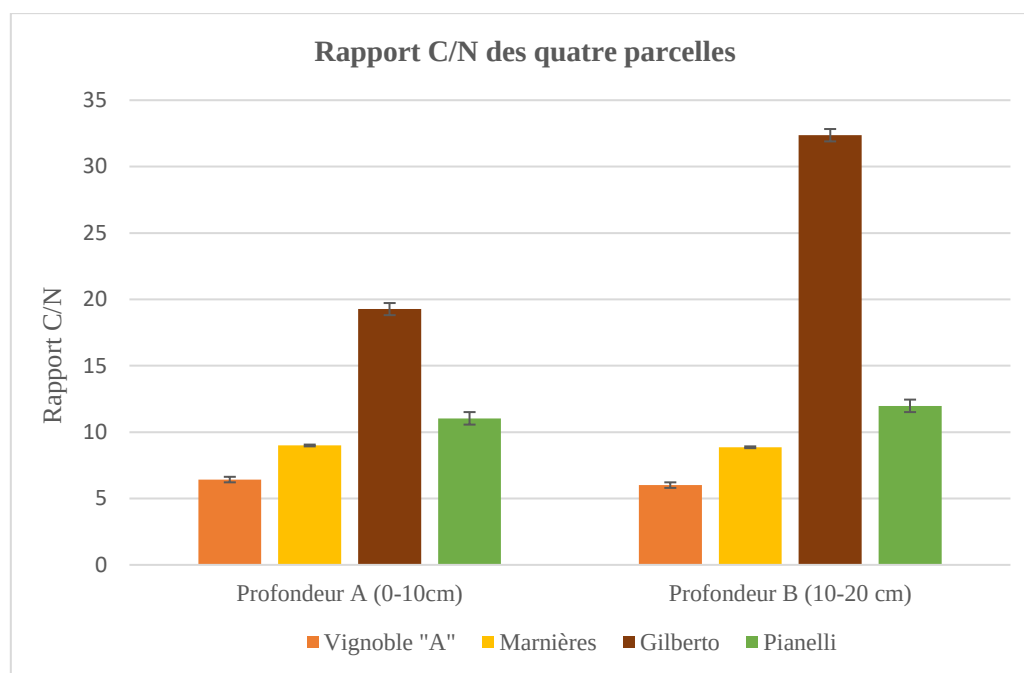


Figure 4.8-1. Valeurs moyennes et écarts-types du rapport C/N calculé à deux profondeurs de prélèvement (A 0-10 cm et B 10-20cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

Lorsque l'on s'intéresse au tableau 4.8-1 présentant les résultats de l'ANOVA 2, on remarque que le rapport C/N dépend du facteur profondeur, du facteur parcelle et de l'interaction entre ces deux facteurs. Les deux vignobles belges présentent des valeurs supérieures en surface et les deux parcelles italiennes présentent des valeurs supérieures à la profondeur B. D'après le test de Tukey (tableau III-7, annexe III), les résultats ne sont pas significativement différents entre le « vignoble A » et le domaine des Marnières et entre le domaine des Marnières et la parcelle Pianelli. Les autres rapports sont considérés comme étant significativement différents. Les profondeurs n'ont pas été comparées entre elles.

Tableau 4.8-1. Résultats de l'ANOVA 2 pour le rapport C/N mesuré à deux profondeurs de prélèvements (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A, du domaine des Marnières, de Pianelli et de Gilberto.

C/N	DDL	F	PR>F	R ²
Parcelle	3	412,51	<0,001	0,98
Profondeur	1	80,98	<0,001	
Parcelle* profondeur	3	58,01	<0,001	

Le rapport C/N permet la caractérisation de la MO du sol. Lorsque ce rapport est élevé, peu d'azote est disponible pour les microorganismes du sol qui auront du mal à décomposer la matière organique du sol. L'Institut français de la vigne et du vin (2002) considère qu'un rapport idéal pour la vigne se situe entre 8 et 12. Au-dessus de cette gamme, la minéralisation sera trop lente et en dessous de cette gamme l'azote sera libéré de manière trop rapide. La parcelle Gilberto qui possède un rapport C/N très élevé risque donc de voir sa MO se décomposer à des vitesses assez faibles. Le rapport C/N des parcelles du domaine des Marnières et Pianelli semblent être propices à une bonne minéralisation de la MO. Finalement, le rapport du

« vignoble A » est légèrement inférieur à la gamme idéale ce qui mènera probablement à une vitesse de minéralisation légèrement trop rapide.

4.9 Potentiel de minéralisation azotée

Le *tableau 4.9-1* illustre les teneurs en ions ammonium obtenues sur nos parcelles belges. Les valeurs sont plus élevées sur la parcelle des Marnières en comparaison avec celles obtenues sur la parcelle du « vignoble A ». Les teneurs sont également plus élevées en surface qu'en profondeur.

Tableau 4.9-1. Valeurs moyennes des ions ammonium extraits après incubation pour les parcelles du domaine des Marnières et du « vignoble A » aux deux profondeurs de prélèvement.

NH ₄ ⁺	Marnières	Vignoble A
Profondeur A (0-10 cm)	0,01417 g NH ₄ ⁺ /100g de sol sec	0,00921 g NH ₄ ⁺ /100g de sol sec
Profondeur B (10-20 cm)	0,00942 g NH ₄ ⁺ /100g de sol sec	0,00272 g NH ₄ ⁺ /100g de sol sec

Si l'on regarde le *tableau 4.9-2* exprimant les résultats de l'ANOVA 2, on remarque que seul le facteur profondeur permet d'expliquer la teneur en ions ammonium dans les sols étudiés. Cela est logique et correspond aux observations faites concernant la MO et le N_{tot} où les teneurs sont systématiquement supérieures en surface. Même si l'effet du facteur parcelle ne semble pas expliquer les teneurs en ions ammonium étant donné la grande variabilité observée aux différents points de prélèvement de chaque parcelle, on remarque que globalement, la valeur est plus élevée au sein de la parcelle des Marnières. Malheureusement, puisque cette expérience a été réalisée sur sols frais, elle est difficilement comparable avec les autres résultats. Les valeurs obtenues sont, dans les deux cas, élevées et supposent une bonne minéralisation de la MO. Les résultats du test de Tukey sont observables dans le *tableau III-8 à l'annexe III*.

Tableau 4.9-2. Résultats de l'ANOVA 2 pour le NH₄⁺ mesurés à deux profondeurs de prélèvement (A 0-10 cm et B 10-20 cm) des parcelles du vignoble A et du domaine des Marnières.

NH ₄ ⁺	DDL	F	PR>F	R ²
Parcelle	1	8,57	0,099	0,51
Profondeur	1	7,79	<0,05	
Parcelle* profondeur	1	0,19	0,6678	

4.10 Respirométrie

L'expérience de respirométrie a uniquement été réalisée à la profondeur de sol A (0-10 cm). Comme le rapport C/N, dont les résultats ont été présentés dans le paragraphe précédent, cette expérience permet de caractériser l'activité biologique du sol. Deux figures illustrent les résultats obtenus. La *figure 4.10-1* représente la quantité de CO₂ émise par gramme de sol sec en fonction du temps. Sur la *figure 4.10-2*, la quantité de CO₂ émise a été exprimée par gramme de C_{org} en fonction du temps.

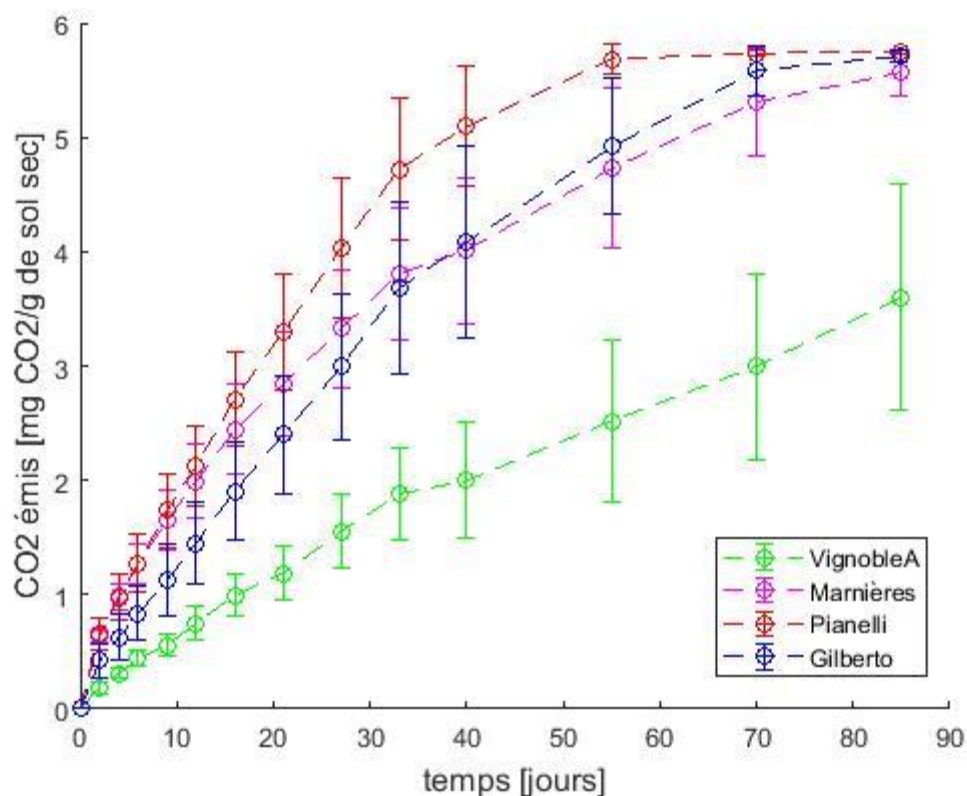


Figure 4.10-1. Émission de CO_2 par gramme de sol sec en fonction du temps pour la profondeur A (0-10) cm des parcelles du « vignoble A », des Marnières, Pianelli et Gilberto.

La parcelle Gilberto est celle ayant émis le plus de CO_2 par gramme de sol sec au terme des 85 jours d'expérience. Cependant, les parcelles du domaine des Marnières et Pianelli atteignent des valeurs fort proches. La parcelle du « vignoble A » a quant à elle émis moins de CO_2 par gramme de sol sec au cours de l'expérience. Au 85^{ème} jour, la parcelle Gilberto a émis 1,6 fois plus de CO_2 par gramme de sol sec que la parcelle du « vignoble A ».

Les parcelles Pianelli, Gilberto et celle du domaine des Marnières ont atteint un plateau un peu avant la fin de l'expérience. Leur évolution est de type logarithmique. Celle du « vignoble A » semble continuer à produire du CO_2 de manière presque linéaire avec le temps. Cependant, si l'expérience avait été prolongée pour le « vignoble A », un plateau aurait probablement également été atteint.

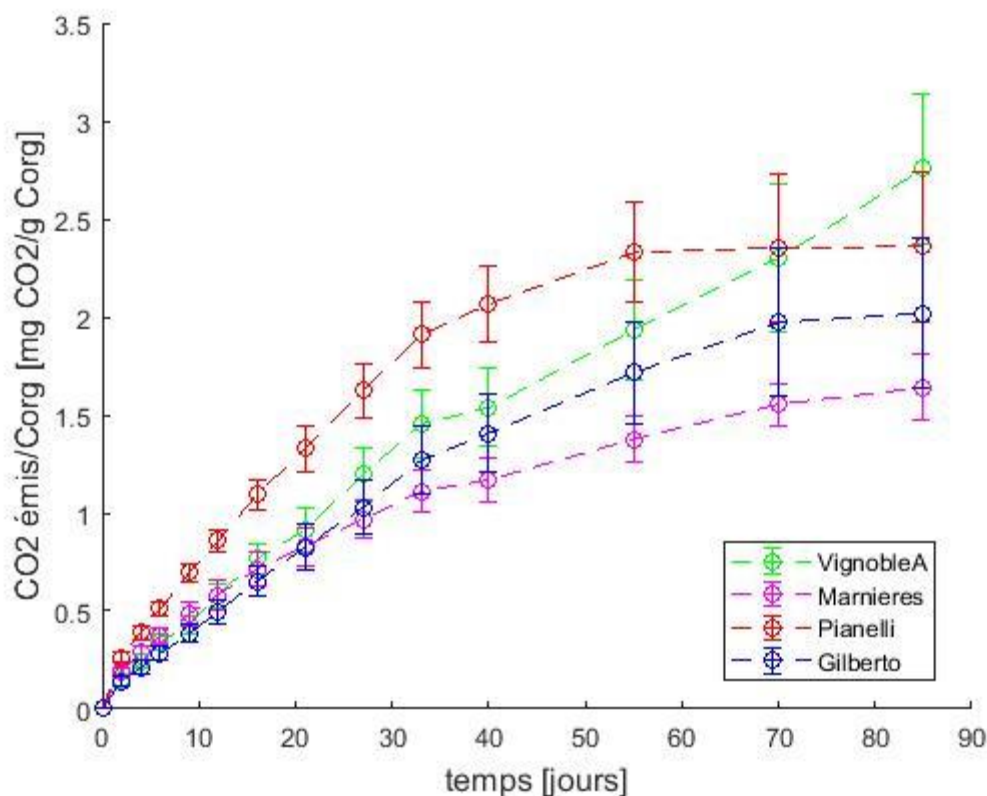


Figure 4.10-2. Émission de CO_2 par gramme de C_{org} en fonction du temps pour la profondeur A (0-10) cm des parcelles du « vignoble A », des Marnières, Pianelli et Gilberto.

Dans le cas où l'émission de CO_2 est exprimée en fonction de la teneur en C_{org} du sol, l'ordre n'est pas le même. En effet, c'est la parcelle du « vignoble A » qui atteint la valeur la plus élevée. Effectivement, c'est cette parcelle qui possédait la teneur en C_{org} du sol la plus faible. Cependant, après 21 jours d'expériences, l'ordre de la quantité de CO_2 émis par gramme de C_{org} est le suivant : Gilberto < Marnières < « vignoble A » < Pianelli et entre le 21^{ème} et le 70^{ème} jour Marnières < Gilberto < vignoble A < Pianelli. Cette seconde figure permet de rendre la respiration microbienne indépendante du stock de C_{org} initial. Cependant, afin de comprendre réellement la dynamique de minéralisation du sol, la figure 4.10-1 semble plus intéressante puisqu'elle prend en compte la quantité de C_{org} présent dans les sols des parcelles étudiées.

Comme mentionné dans la première partie de ce mémoire portant sur la revue de la littérature, les principaux paramètres qui déterminent la quantité d'azote minéralisé sont la quantité de MO dans le sol, le rapport C/N, la température du sol, l'aération du sol, le pH du sol, la teneur en eau du sol et les microorganismes du sol (van Leeuwen *et al.*, 2000).

Concernant la parcelle du « vignoble A », elle possède une teneur en MO tout à fait correcte. Cependant, dans les autres vignobles étudiés, les teneurs étaient plus importantes. Il est normal d'observer un dégagement de CO_2 inférieur par gramme de sol sec dans cette parcelle. Étant donné le rapport C/N faible de la parcelle du « vignoble A », c'est-à-dire qui permet une minéralisation rapide, il est par contre normal que les résultats par gramme de carbone organique atteignent la valeur la plus élevée dans ce vignoble. Le rapport C/N élevé de la parcelle Gilberto annonce une minéralisation ralentie. Lorsque l'on regarde les résultats

illustrés sur la *figure 4.10-1*, cela ne semble pas avoir un impact majeur sur la minéralisation de la MO en comparaison avec les autres vignobles.

La température du sol qui permet une augmentation de la minéralisation (jusqu'à approximativement 37°C) a également son importance. Lors de l'expérience, la température de la salle était contrôlée et tournait aux alentours de 25 °C. Cela n'a donc pas permis de connaître l'influence de ce paramètre sur les sols *in situ*. Van Leeuwen et Friant (2011) relatent que si on s'intéresse uniquement aux textures, les sols argileux observés en Italie et au domaine des Marnières sont plus froids que les sols limono-sableux observés dans le « vignoble A ». À cela s'ajoute le fait que globalement, les températures ambiantes plus élevées en Italie qu'en Belgique impacteront forcément la température du sol.

Selon van Leeuwen et Friant (2011), l'aération des sols argileux, retrouvés dans le vignoble italien et le domaine des Marnières, est faible et limite ainsi l'activité des microorganismes du sol. La minéralisation y est donc plus faible.

Lors de l'expérience de respirométrie, les sols ont tous été hydratés et équilibrés à la capacité au champ. Il n'est donc pas possible de visualiser l'impact de la teneur en eau de chaque parcelle sur la minéralisation de la matière organique. D'après Engelen (2016), la parcelle Pianelli possède une alimentation hydrique satisfaisante pour la vigne avec des difficultés à générer des contraintes hydriques. Par contre, la parcelle Gilberto possède des caractéristiques topographiques et pédologiques qui favorisent une certaine contrainte hydrique au sein de la parcelle. Les sols secs limitent l'activité des microorganismes, dont ceux qui permettent la minéralisation de la matière organique (Gonzalez-Dugo *et al.*, 2010). La texture du sol est également à considérer. En effet, les sols sableux bien drainés perdent plus facilement leur contenu en eau comparativement aux sols argileux ou limoneux. Le « vignoble A », qui en plus de posséder une texture majoritairement sableuse a installé des drains pourrait favoriser un assèchement excessif. Cependant, le climat associé à la position septentrionale de ce vignoble peut limiter cet effet négatif. Selon Comifer (2012), en plus de concurrencer la vigne en termes de prélèvement d'azote, l'enherbement limite la minéralisation en diminuant l'humidité du sol.

Le pH_{H_2O} du sol semble correct pour permettre une bonne minéralisation. Il se pourrait que le pH de la parcelle Gilberto soit légèrement supérieur à la gamme conseillée. Cependant, c'est la parcelle qui dégage le plus de CO_2 par gramme de sol sec, donc cela ne semble pas poser de problème.

Comme on vient de le voir, de nombreux paramètres influencent la minéralisation par leurs impacts sur les microorganismes du sol. Buysse et Aubinet (2010) ainsi que Celik (2005) font remarquer que l'apport d'amendements et de fertilisants va également favoriser l'activité microbienne du sol. Le « vignoble A » qui se tourne vers des pratiques de biodynamie ajoute une préparation de bouse de corne sur ses parcelles. D'après le site internet réalisé par Biodynamie service (2011), cela permet effectivement d'améliorer la vie microbienne du sol. Le domaine des Marnières apporte 150 kg de Patenkali (sulfate de potassium contenant du sel de magnésium) tous les deux ans. En 2015 et 2016 du Nitrophoska (N 12- P_2O_5 12- K_2O 17) a été apporté sur la parcelle Pianelli.

Enfin, il est important de spécifier que cette expérience de respirométrie comporte certaines limites. La nécessité de vouloir comparer les résultats entre les différentes parcelles nous a poussés à standardiser les conditions expérimentales. Pour cela, nous avons utilisé des sols tamisés, séchés et stockés entre quatre et cinq mois. Nous les avons ensuite tous remis à la capacité au champ afin qu'ils possèdent la même teneur en eau. Bien sûr, le fait de les avoir séchés puis réhumectés a modifié les conditions initiales des échantillons. Il est probable que les microorganismes aient des tolérances variables à ces différentes étapes et qu'ils réagissent différemment lors de la minéralisation de la MO en comparaison avec leurs actions *in situ*. Comme le souligne Barral *et al.* (2017) l'activité microbienne est également influencée par la structure du sol.

Lors des mesures de la conductivité électrique de la solution de NaOH, les bocaux de respirométrie étaient ouverts. Cette interaction avec l'air ambiant a pu impacter les pressions partielles des différents gaz présents dans les bocaux. Cela a pu particulièrement affecter la quantité de CO₂ présente et donc la conductivité électrique mesurée.

5. Résultats et discussion - Partie INBR

5.1 Analyses de base sur moûts et vins

5.1.1 pH et acidité totale du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières

Les valeurs de pH et d'acidité totale du moût et des vins 2015, 2016 et 2017 sont reprises dans le *tableau 5.1-1* suivant.

Tableau 5.1-1. pH et acidité totale du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières ainsi que date des vendanges des années 2015, 2016 et 2017.

Échantillon	pH	Acidité totale			Date des vendanges
Moût 2017	Mesure non réalisée	131méq/L	19,20 g d'acide tartrique/L	12,54 g d'acide sulfurique/L	29/09/2017
Vin 2017	3,30	91,6 méq/L	13,42 g d'acide tartrique/L	8,72 g d'acide sulfurique/L	
Vin 2016	3,29	104 méq/L	15,15 g d'acide tartrique/L	9,90 g d'acide sulfurique/L	22/10/2016
Vin 2015	3,53	72,3 méq/L	10,59 g d'acide tartrique/L	6,92 g d'acide sulfurique/L	23/10/2015

Le vin 2015 est légèrement moins acide que les deux autres vins. Concernant l'acidité totale, le vin 2015 est également celui dont la valeur est la plus faible. Les valeurs des millésimes 2016 et 2017 sont assez proches mais un peu moins que les valeurs obtenues pour le pH. L'acidité totale atteint une valeur maximale de 15,15 g d'acide tartrique pour l'échantillon de vin 2016. Elle est également plus élevée dans le moût que dans les trois vins.

Les valeurs de pH correspondent aux gammes habituellement retrouvées dans les vins. L'acidité s'avère quant à elle très élevée, à l'exception du millésime 2015. Comparativement au 2016, le vin 2017 semble contenir des acides plus forts tels que les acides tartriques puisque le pH des deux millésimes est similaire tandis que l'acidité totale y est beaucoup plus faible. Les dates de vendanges sont similaires pour les millésimes 2015 et 2016 alors que les vendanges en 2016 ont été faites presque un mois plus tôt que les deux années antérieures.

Remarquons que le domaine des Marnières procède à une fermentation malolactique. Les acides maliques, plus forts, se transforment en acides lactiques, plus faibles. Si le pH du moût 2017 avait été mesuré avant congélation, il aurait donc été inférieur à celui du vin 2017. Certaines levures peuvent également transformer l'acide tartrique en acide lactique via la fermentation tartro-lactique. L'acide lactique étant un acide plus faible, le pH s'en voit

augmenté lors de cette fermentation. L'acide tartrique, acide faible bien qu'il soit l'acide le plus fort au sein du moût de raisins, a tendance à se combiner avec le potassium et le calcium dans le vin, ce qui augmente également le pH.

5.1.2 Dosage enzymatique de l'acide L-malique du moût 2017 et des vins 2015 et 2016 du domaine des Marnières

Le *tableau 5.1-2* illustre les teneurs en acide L-malique obtenues pour les différents échantillons de moût et de vins. Cependant, ces résultats sont à considérer avec précaution. En effet, l'expérience réalisée au laboratoire (sur des vins ne rentrant pas dans le cadre de ce mémoire) a été comparée à une autre méthode et les valeurs obtenues étaient différentes. Pour cette raison, nous avons préféré postposer l'analyse du vin 2017 jusqu'à ce que ce problème soit clarifié. Il est important de rappeler ici que le moment de l'analyse ainsi que la méthode d'échantillonnage a toute son importance et, qu'outre la méthode, la teneur en acide L-malique a également pu évoluer en fonction du temps.

Tableau 5.1-2. Teneur en acide L-malique du moût 2017 et des vins 2015 et 2016 du domaine des Marnières ainsi que date des vendanges des années 2015, 2016 et 2017.

Échantillon	Teneur en acide L-malique	Date des vendanges
Moût 2017	5,74 g/L	29/09/2017
Vin 2017	Mesure non réalisée	
Vin 2016	4,36 g/L	22/10/2016
Vin 2015	1,57 g/L	23/10/2015

On peut constater que les teneurs en acide L-malique sont plus importantes dans le moût que dans les vins. À l'instar de l'acidité totale, le vin 2016 possède une teneur en acide malique nettement supérieure à celle obtenue pour le vin 2015.

Comme mentionné dans le § 5.1.1, la diminution de la teneur en acide L-malique dans le vin en comparaison avec le moût est causée par la fermentation malolactique. Concernant les valeurs obtenues pour les différents vins, différentes raisons peuvent expliquer la variation des teneurs des années 2015 et 2016. Des climats plus froids et des régimes pluviométriques plus importants ont tendance à augmenter la teneur en acide L-malique des raisins. Il se pourrait donc que l'année 2016 ait été davantage froide et humide que l'année 2015. L'IRM confirme que 2016 a été une année plus froide et plus humide que 2015 avec une température et des précipitations moyennes de 10,7°C et 942,3 mm en comparaison à 11,3 °C et 742,7 mm pour 2015. En 2017, la date de vendange a été beaucoup plus précoce en comparaison avec 2015 et 2016. Pourtant, la température moyenne a été de 11,3°C et il y a eu 749,1 mm de précipitations. Ces données climatologiques sont très semblables à celles observées en 2015. Même si les valeurs de l'IH illustrées au §4.1 ne reflètent pas l'année particulièrement difficile en 2016, les vignerons belges confirment les difficultés rencontrées cette année-là en fin de saison suite au mauvais temps. Cela montre donc les limites de cet indice en Belgique.

La teneur en acide L-malique diminuant au fil du mûrissement, les vendanges de 2015 ont probablement été faites sur un raisin qui avait atteint une plus belle maturité. L'enherbement de

la parcelle diminue toutefois aussi la teneur en acide L-malique. La parcelle de vigne en 2015 pourrait potentiellement avoir été davantage couverte qu'en 2016.

5.1.3 Teneur en azote assimilable des moûts 2017 du domaine des Marnières, du « vignoble A » et des parcelles Gilberto et Pianelli du domaine de Terracuda

Les teneurs en azote assimilable des moûts sont disponibles dans le *tableau 5.1-3*. La valeur obtenue pour le domaine des Marnières a été mesurée au laboratoire INBR. Les valeurs des autres moûts ont été fournies par les maîtres de chai des vignobles. Ces valeurs seront comparées dans la discussion générale au § 6 avec le statut azoté du sol discuté dans la *partie 4* concernant les résultats et la discussion - partie Sol.

Tableau 5.1-3. Teneurs en azote assimilable des moûts 2017 du domaine des Marnières, du « vignoble A » et des parcelles Pianelli et Gilberto du domaine de Terracuda.

Échantillon	Teneur en azote assimilable
Moût 2017 Domaine des Marnières	392 mg/L
Moût 2017 Vignoble A	400 mg/L*
Moût 2017 Terracuda - parcelle Pianelli	59 mg/L *
Moût 2017 Terracuda - parcelle Gilberto	85 mg/L *

* Mesures réalisées indépendamment du laboratoire INBR

Les teneurs en azote assimilable se distinguent en deux gammes. On observe des valeurs très élevées pour les deux vignobles belges en comparaison avec les valeurs très faibles des deux parcelles du domaine de Terracuda en Italie.

Les moûts provenant des parcelles Gilberto et Pianelli sont dits carencés en azote assimilable contrairement aux moûts belges. Un ajout d'azote dans les moûts italiens carencés semble inévitable afin d'éviter une fermentation languissante et la production d'H₂S. Les moûts provenant des vignobles belges rencontrent quant à eux le problème inverse et auront davantage de problèmes de formation de composés indésirables pouvant nuire à la qualité organoleptique du vin.

5.1.4 Teneur en sucre et taux alcoométrique potentiel du moût 2017 du domaine des Marnières

L'indice de réfraction (exprimé en degré Brix) du moût nous a permis de déterminer le pourcentage de masse de saccharose du moût. En effet, un degré Brix correspond à 1g de saccharose/100g de solution aqueuse. Une table permet de lier cette masse de saccharose obtenue avec la teneur en sucre du moût. Afin d'obtenir le taux alcoométrique potentiel, le résultat a été divisé par 16,83 (1% d'alcool provenant de 16,83 g/L de sucre). Les résultats obtenus sont illustrés dans le *tableau 5.1-4*.

Tableau 5.1-4. Teneur en sucre et taux alcoométrique potentiel du moût 2017 du domaine des Marnières obtenus grâce à l'indice de réfraction.

Échantillon	°Brix à 20°C (% Masse sucre)	Teneur en sucre (g/L)	Teneur en sucre (g/kg)	Taux alcoométrique potentiel (%)
Moût 2017	20,7	199,8	184,2	11,87

Le densimètre, fournissant la masse volumique du moût, permet également de connaître la teneur en sucre du moût grâce à des tables densimétriques (*tableau 5.1-5*).

Tableau 5.1-5. Teneur en sucre et taux alcoométrique potentiel du moût 2017 du domaine des Marnières obtenus grâce à un densimètre.

Échantillon	Masse volumique du moût à 20 °C (g/L)	Teneur en sucre (g/L)	Taux alcoométrique potentiel (%)
Moût 2017	1084,22	197,7	11,7

Les valeurs obtenues du taux alcoométrique potentiel par les deux méthodes sont très proches. La quantité de sucre présent naturellement dans le moût permettra d'assurer un taux d'alcool correct dans le vin, à condition que la vinification se déroule de manière bien contrôlée. La récolte des raisins a été faite lorsque ces derniers étaient à maturité, ce qui a permis d'obtenir cette teneur en sucre optimale. La teneur en sucre de notre échantillon se trouve dans la gamme supérieure des résultats généralement obtenus (à savoir 150-200 g/L). Ceci est intéressant et remarquable pour un vignoble profitant d'un climat septentrional.

5.2 Extraction d'arômes

5.2.1 Tableau récapitulatif des arômes regroupés par famille de molécules

Les *tableaux 5.2-1 à 5.2-10* reprennent les différents composés volatils identifiés dans le moût 2017 et les vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières. Ces molécules ont été regroupées par famille : alcool, cétones, aldéhydes, esters (éthyliques et d'alcools supérieurs), acides, hétérocycles (O, N, S), terpénoïdes et dérivés des caroténoïdes, lactones et dérivés halogénés. Un autre tableau regroupant les composés ne rentrant pas dans ces familles se trouve en *annexe VII*.

Chaque composé est caractérisé par son nom, sa structure, son temps et son indice de rétention, sa concentration dans les différents échantillons, son odeur et son seuil de perception (*threshold*), la façon dont il a été identifié, les cinq ions majoritaires théoriques du composé et enfin les cinq ions obtenus en pratique par spectrométrie de masse. L'odeur, le seuil de perception et les ions majoritaires (m/z) théoriques proviennent de la littérature.

Les noms des molécules ont été écrits en français selon les règles IUPAC. Lorsque la molécule possède un nom trivial, il est spécifié en italique. Le code Kovats du composé au sein du laboratoire INBR se trouve en dessous du nom du composé en bleu foncé lorsque celui-ci est répertorié dans la banque de données.

Les temps de rétention et les indices de rétention ont été écrits selon un ordre particulier. En effet, les temps de rétention peuvent être légèrement différents d'un chromatogramme à l'autre. Lorsqu'un composé identifié se retrouve dans différents échantillons, il a fallu choisir quels temps et indice de rétention indiquer dans le tableau. Ils correspondent, par ordre de priorité, au

vin 2017, au vin 2016 dont le SAFE a été réalisé en janvier 2018, au vin 2016 dont le SAFE a été réalisé en octobre 2017, au vin 2015 et finalement au moût 2017. Un léger décalage a été observé dans le chromatogramme de ce dernier. Les molécules ont une avance d'environ 2 minutes. Lorsque la molécule a été uniquement détectée dans le moût 2017, le temps et l'indice de rétention sont à considérer avec précaution.

En ce qui concerne les concentrations des différents composés, il faudra considérer que :

- nd = le composé n'a pas été détecté dans l'échantillon ;
- tr = le composé a été détecté à l'état de trace, c'est-à-dire que la hauteur du pic est inférieure à 3 fois le bruit de fond ;
- d = le composé a été détecté à une concentration trop faible que pour être quantifiable c'est-à-dire que la hauteur du pic est entre 3 et 10 fois le bruit de fond.

La concentration des composés a été déterminée en mode SIM (entre crochets) et en mode full scan. En général, ce second mode permet l'identification des composés et non leur quantification. Néanmoins, lorsque le composé n'a pas été injecté en SIM, les concentrations ont été calculées en full scan. Il faudra donc considérer que ces résultats ont une précision moindre. Lorsque la mention ^{IST} se trouve en exposant, cela signifie que les concentrations des composés ont été calculées par rapport à la concentration et à la surface de l'IST. Lorsque la concentration n'est pas accompagnée de l'exposant ^{IST}, cela signifie que les concentrations ont été rectifiées et corrigées grâce à des droites de calibration propres à chaque composé comme mentionné dans le § 3.9. Ces droites de calibration se trouvent à l'annexe VI. Lorsque les concentrations des arômes sont soulignées, cela signifie que le seuil de perception du composé a été atteint, voire dépassé dans l'échantillon analysé. Les lignes dont le fond est vert permettent de détecter directement les composés dont au moins un des extraits est à une concentration supérieure au seuil de perception. Pour le vin 2016, deux SAFE ont été réalisés afin de tester la reproductibilité de la méthode et d'observer les différences d'identification et de quantification des pics du chromatogramme. La comparaison des deux se trouve à l'annexe VIII. On remarque que ce ne sont que pour les composés présents en faible concentration que nous observons des différences. Les composés présents en plus grande concentration sont identiques dans les deux analyses et leurs concentrations sont très proches. La concentration des composés du vin 2016 reprise dans les tableaux correspond à la moyenne des deux vins.

L'odeur et le seuil de perception de chaque composé ont été recherchés dans la littérature. Certaines odeurs et certains seuils de perception ne sont hélas pas disponibles dans la littérature. Même si nous ne les avons pas mentionnés, les odeurs de ces composés pourraient également influencer le profil aromatique du vin.

Trois modes d'identification ont été mentionnés dans les tableaux. « MS » signifie que le composé a été identifié sur bases de ses ions (m/z) en matching avec la banque de données NIST. « IR » signifie que l'indice de rétention du composé identifié correspond à l'indice de rétention du composé standard. Finalement, « [SIM] » signifie que les composés ont été détectés dans un programme SIM se basant sur la sélection d'ions caractéristiques de ces

composés dans les fenêtres de temps attendues (nécessite la connaissance préalable du temps de rétention du composé). Les deux ions détectés dans ces programmes SIM sont repris entre crochets.

Les chromatogrammes obtenus pour le moût 2017, le vin 2015, le vin 2016 dont le SAFE a été réalisé en janvier 2018 et le vin 2017 se trouvent en *annexe IX*.

Étant donné le grand nombre de composés identifiés, un intérêt particulier sera porté sur les arômes dont la concentration se trouve au-dessus de leur seuil de perception. En effet, ce sont eux qui auront toute leur importance lors de la dégustation. La suite de la discussion reprendra, pour chaque famille, l'analyse entre les molécules du moût et du vin d'une même année et l'analyse verticale entre millésimes.

5.2.2 Alcools identifiés dans les extraits de moût et de vins de Chardonnay du domaine des Marnières

Les molécules aromatiques retrouvées dans les différentes familles seront à chaque fois discutées en distinguant l'analyse comparative du moût et du vin 2017, et l'analyse entre millésimes.

Analyse verticale

Comme indiqué sur la *figure 5.2-1*, seuls les vins 2015 et 2017 ont une concentration en 3-méthylbutan-1-ol supérieure à son seuil de perception représenté par une ligne verte (30 ppm). Le 3-méthylbutan-1-ol et son analogue le 2-méthylbutan-1-ol sont bien sûr des alcools formés par la fermentation alcoolique (Bakker et Clarke, 2012). Gambetta *et al.* (2014) ont répertorié les gammes de concentrations des composés aromatiques habituellement retrouvées dans les vins de Chardonnay. Concernant cette molécule, la gamme proposée est de 50,3 à 394,9 ppm. Cette gamme se situe bien au-dessus du seuil de perception de la molécule, contrairement à ce que nous observons pour le millésime 2016. Les concentrations obtenues dans tous nos échantillons se trouvent d'ailleurs en dessous des valeurs proposées (0,063 ppm dans le moût et entre 15,152 et 34,091 ppm dans les vins).

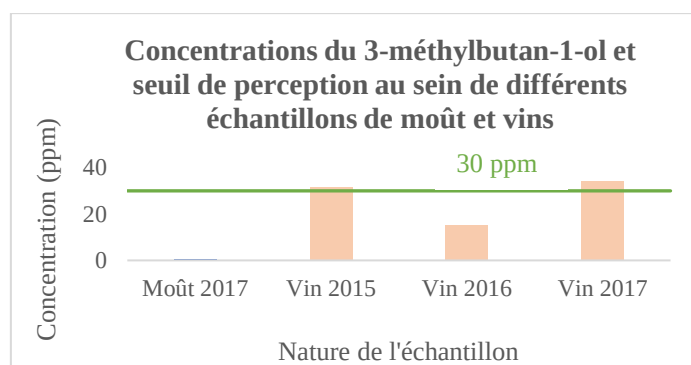


Figure 5.2-1. Concentrations (obtenues en mode SIM) du 3-méthylbutan-1-ol au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

Habituellement, c'est le propan-1-ol qui est retrouvé dans le Chardonnay. Il n'a pas été identifié dans nos échantillons, contrairement à son isomère, le propan-2-ol, non mentionné par

Gambetta *et al.*, (2014). Il se pourrait donc que le composé identifié comme du propan-2-ol soit en fait le propan-1-ol. L'injection des standards analytiques confirmerait la présence du propan-1-ol ou du propan-2-ol.

Concernant le β -phényléthanol, cette molécule se trouve à des concentrations semblables dans les trois vins c'est-à-dire, légèrement en dessous de son seuil de perception de 14 ppm. Cependant, les concentrations obtenues dans nos échantillons (9,4-11,2 ppm) entrent dans la gamme de concentrations proposée pour les vins de Chardonnay par Gambetta *et al.* (2014), à savoir entre 0,93 et 153,8 ppm. Il est fort probable que certaines années, son seuil de perception soit atteint et qu'il confère au vin une odeur de rose. D'après Towey et Watherhouse (1996), la teneur en β -phényléthanol augmente lorsque les vins sont élevés en fûts de chêne.

L'eugénol a été retrouvé en trace dans le vin 2016 et en quantité à peine détectable dans le vin 2017. Il possède un seuil de perception très faible (6 ppb), et ne devrait donc pas générer l'odeur de clou de girofle. Gambetta *et al.* (2014) mentionnent pourtant des gammes de concentrations allant de 0,01 à 0,362 ppm. Cet arôme est issu du bois mais comme le mentionnent ces mêmes auteurs, la concentration peut diminuer de manière drastique selon qu'on utilise un nouveau fût ou un fût de deux ans d'âge.

L'alcool benzylique (odeur de fruit et de fleur et seuil de perception de 10 ppm) n'est retrouvé qu'à des concentrations de 0,02-0,06 ppm dans nos millésimes 2015 et 2016, et est absent du vin 2017. Les deux premières valeurs sont cohérentes avec la gamme proposée par Gambetta *et al.*, (2014) allant de 0,012 à 0,679 ppm.

Notons également l'absence du défaut d'écurie (4-vinylguaiacol et 4-vinylphénol) dans l'ensemble des millésimes étudiés.

L'hexan-1-ol présente très probablement une coélution étant donné la différence de concentration obtenue en mode « SIM » et en mode « full scan ». Il est dès lors important de ne considérer que les valeurs SIM (de 0,03-1,9 ppm IST équivalent) qui se révèlent toutes bien en dessous du seuil de perception de 4 ppm.

Analyse comparative moût-vin 2017

Alors que les alcools se forment principalement lors de la fermentation alcoolique, on remarque que certains alcools se retrouvent pourtant en quantités bien supérieures dans le moût. C'est le cas du 2-méthylbutan-1-ol qui n'est pas du tout retrouvé dans le vin 2017 mais aussi du 2,3-diméthylbutan-1-ol, de l'(E)-hex-2-en-1-ol, de l'(E)-hex-3-en-1-ol, de l'hexan-1-ol et de l'oct-1-en-3-ol.

L'hexan-1-ol, connu sous le nom de « leaf alcohol » présente une odeur herbacée (Bakker et Clarke, 2012). Il est connu pour se retrouver dans le moût de raisins tout comme l'(E)-hex-2-en-1-ol et l'(E)-hex-3-en-1-ol. Ils proviennent de l'action des enzymes sur l'acide linoléique lors de la presse des raisins. Une diminution de la quantité d'hexan-1-ol est souvent observée lors de la fermentation. L'oct-1-en-3-ol est associé aux vins dont les vignes ont été attaquées par *Botrytis cinerea*.

Tableau 5.2-1. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des alcools du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Famille des alcools														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP- Sil 5 CB)	Concentra- -tion moût 2017 (ppm)	Concentra- -tion vin 2015 (ppm)	Concentra- -tion vin 2016 (ppm)	Concentra- -tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
2-Methylpropan-1-ol <i>Isobutanol</i> K56		5,61	449	nd	2,902 ^{IST}	1,98 ^{IST}	2,215 ^{IST}	Fusel, spiritueux [40] ^{3c}	MS	43/41/42 /31/33	/	43,1/41,1/42,1 /74,1/55,1	43,1/41,1/42,1 /74,1/55,1	43,1/41,1/42,1 /74,1/55
Cyclopentanol		5,98	607	tr	nd	nd	nd	Menthe poivrée ⁵	MS	57/44/41 /58/39	57/86/44 /84/58	/	/	/
Butan-1-ol J107		6,22	623	tr	0,367	0,313	0,462	Sec, fusel, banane ² [7,1] ^{2a}	IR, MS	56/31/41 /43/27	56/41/43 /42/55	56,1/41,1/43,1 /42,1/55,1	56,1/41,1/43,1 /42,1/55,1	56,1/41,1/43,1 /42,1/55,1
2-Methylbutan-1-ol K12		6,96	675	0,055	nd	3,818	nd	Vernis à ongle ³ [6,5] ³	IR, MS	57/41/56 /29/70	57,1/56/41 /70,1/55,1	/	57,1/56,1/41,1 /70,1/55,1	/
Pentan-1-ol J7		7,67	711	d	0,034	nd	nd	Fusel ¹ [0,7] ¹	IR, MS	42/55/41 /70/31	42/55,1/70,1 /41,1/43,1	55/70,1/41,1 /42,1/57,1	/	/
(E)-Pent-2-en-1-ol		7,75	713	d	nd	nd	nd	Champignon ⁵	MS	57/39/41 /29/27	57/41/68,1 /43/44	/	/	/
2,3-Dimethylbutan-1-ol		7,93	719	0,015 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	43/71/41 /69/84	43/71,1/84 /41/55	/	/	/
3-Methylbutan-1-ol <i>Alcool isoamylique</i> K20		8,11	724	0,079 [0,063 ^{IST}]	41,295 [31,481 ^{IST}]	21,12 [15,152 ^{IST}]	35,083 [34,091 ^{IST}]	Sec, whisky, malt, brulé ¹ [30] ^{1c}	IR, MS, [SIM]	55/42/43 /41/70 [55; 70]	55/70,1/42 /41/43	55,1/70,1/41,1 /42,1/43,1	55,1/70,1/41,1 /42,1/43,1	55,1/70,1/41,1 /42,1/43,1
Hexane-3,4-diol		9,81	777	nd	nd	nd	0,031 ^{IST}	Beurre, amande, grillé, noisette, caramel ⁵	MS	59/58/41 /43/27	/	/	/	59,1/43/41 /58/45
2-Methylpentan-3-ol		9,85	778	nd	nd	0,032 ^{IST}	nd		MS	59/31/73 /41/27	/	/	59,1/43/41 /58/57,1	/
(E)-Hex-2-en-1-ol		11,29	814	0,241 ^{IST}	nd	nd	nd	Vert, frais, banane verte ⁵	MS	57/41/27 /82/44	57/41/82,1 /67/43	/	/	/
4-Methylpentan-1-ol		11,59	819	nd	nd	0,018 ^{IST}	nd	Noisette ⁵	MS	56/41/43 /42/69	/	/	56,1/61/92 /69,1/41,1	/
3-Methylpentan-1-ol		12,02	828	nd	0,032 ^{IST}	0,042 ^{IST}	nd	Fusel, cognac, vineux, cacao, vert, fruité ⁵	MS	56/55/69 /43/41	/	56,1/69,1/55,1 /41,1/43,1	56,1/69,1/55,1 /43,1/41	/
(E)-Hex-3-en-1-ol		12,28	833	0,022 ^{IST}	0,037 ^{IST}	0,045 ^{IST}	nd	Herbacé, cacao [50] ³	MS	41/67/69 /82/55	67,1/41/82,1 /69,1/55	67,1/41,1/82,1 /55,1/69,1	41,1/67,1/82,1 /69,1/55,1	/
(Z)-Hex-3-en-1-ol		12,57	838	0,038 ^{IST}	0,008 ^{IST}	0,059 ^{IST}	0,041 ^{IST}	Herbe verte ² [0,4] ⁴	MS	67/41/39 /55/82	67/41/82,1 /55/69,1	67/41/55 /82,1/69,1	67,1/41,1/82,1 /55,1/69,1	67,1/41,1/82,1 /55/69,1
Hexan-1-ol J210		13,13	849	3,254 [1,9 ^{IST}]	4,163 [0,780 ^{IST}]	3,353 [0,031 ^{IST}]	2,814 [0,670 ^{IST}]	Herbe verte ³ [4] ^{3f}	IR, MS, [SIM]	56/43/41 /55/42 [56;69]	56,1/55,1/43,1 /69,1/41,1	56,1/55,1/43,1 /69,1/41,1	56,1/55,1/43,1 /69,1/41,1	56,1/55,1/43,1 /69,1/41,1

Famille des alcools														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP- Sil 5 CB)	Concentra- -tion moût 2017 (ppm)	Concentra- -tion vin 2015 (ppm)	Concentra- -tion vin 2016 (ppm)	Concentra- -tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
Propan-2-ol <i>Isopropyl alcool</i>		15,34	891	nd	nd	nd	0,009 ^{IST}		MS	45/43/27 /29/19	/	/	/	45/43/41/74,9 /56,1
Oct-1-en-3-ol J176		18,13	967	0,021 [d]	[d]	[nd]	[d]	Terreux, champignon ⁵	MS, [SIM]	57/43/72 /29/41 [55,72]	57/55/43 /112/72	/	/	/
2,4-Dimethylcyclohexan-1-ol		19,61	948	0,007 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	95/43/57 /41/55	43/41/69 /84,1/55,1	/	/	/
3-(Methylthio) propan-1-ol <i>Méthionol</i> A33		-	954	[nd]	[d]	[nd]	[nd]	Soufre, oignon, soupe ⁵ [4] ⁵	[SIM]	[106; 73]	/	/	/	/
Alcool benzylique G55		25,05	1014	d	0,024	0,057	nd	Fruité, floral ¹ [10] ^{1g}	IR, MS	79/108/107 /77/51	108/79/107 /77/43	108/79/107 /77/51	108/79/107 /77/51	/
3,3,5,5-Tetramethylcyclohexan-1-ol		27,69	1039	d	nd	nd	nd		MS	123/57,1/85 /56/41	123/57,1/43 /138/99,1	/	/	/
4-Methyl-phenol <i>P-Cresol</i> G43		-	1056	[nd]	[d]	[nd]	[d]	Doux, goudronneux, [0,2] ²	[SIM]	[107,108]	/	/	/	/
2-Phényléthan-1-ol <i>β-Phenylethanol</i> G65		33,57	1097	0,044 ^{IST} [0,042 ^{IST}]	8,152 ^{IST} [10,178 ^{IST}]	8,245 ^{IST} [9,371 ^{IST}]	8,824 ^{IST} [11,153 ^{IST}]	Rose ¹ [14] ^{1b}	MS, [SIM]	91/92/65 /122/39 [91; 92]	91/92/122,1 /65/77	91,1/92,1/122, 1 /65/93	91,1/92,1/122, 1 /65,1/93,1	91,1/92,1/122 /65/93
2-Methoxy-4-methylphenol <i>4-Methyl-guaiacol</i> G193		-	1178	[nd]	[nd]	[tr]	[nd]	Epice ⁵	[SIM]	[138; 123]	/	/	/	/
4-Allyl-2-methoxyphenol <i>Eugenol</i> G23		-	1290	[nd]	[nd]	[tr]	tr [d]	Clou de girofle [0,006] ¹	[SIM]	[164; 149]	/	/	/	/
4-Ethenyl-2-methoxyphenol <i>2-Methoxy-4-vinylphenol</i>		57,87	1293	nd	nd	nd	0,011 ^{IST}	Bois, cèdre, rôti [0,03] ⁵	MS	135/150/107 /77/51	/	/	/	150/135/106,9 /77,1/72,9
Hexadecan-1-ol		69,20	1391	nd	nd	nd	0,030 ^{IST}	Cireux, propre, floral ⁵	MS	55/69/83 /41/43	/	/	/	83,1/55,1/69,1 /97,1/70,1

Légende :¹Gambetta *et al.* (2014), ²Pubchem (Open Chemistry Database), ³Bartowsky *et al.* (2009) ⁴Guth (1997) ⁵The Good Scents Company ⁶Campo *et al.* (2006) ⁷Ferreira *et al.* (2005) ⁸Tal *et al.* (2007). ^aeau ^bsolution aqueuse d'éthanol à 11% contenant 7g/L de glycérol et 5g/L d'acide tartrique ^csolution aqueuse d'éthanol à 10% ^dsolution aqueuse d'éthanol à 10% contenant 7 g/L de glycerine à pH 3.2 ^evin blanc neutre ^fvin ^gsolution hydroalcoolique.

5.2.3 Cétones identifiées dans les extraits de moût et de vins de Chardonnay du domaine des Marnières

Analyse verticale

D'un point de vue quantitatif, il semble y avoir une concentration plus élevée en cétones dans le vin 2016 (raisin le plus acide et probablement le moins mature aux vendanges) que dans les vins 2015 et 2017, si on ne prend pas en compte l'acétoïne. Cette dernière se retrouve en concentration beaucoup plus élevée dans le vin 2017 (2,318 ppm) pour un seuil de perception toutefois de 50 ppm (concentration deux fois supérieure à celle du vin de 2015 et plus de 16 fois supérieure à celle du vin de 2016). La fermentation malolactique à l'origine de ce composé a été réalisée pour les trois vins. Sauvageot et Vivier (1997) soulignent que le diacétyl aux arômes de beurre et de crème est également formé par l'activité de ces mêmes bactéries lactiques. Hélas, dans notre méthode GC-MS, ce composé sort trop tôt dans les chromatogrammes que pour être analysable. Gambetta *et al.* (2014) relatent une concentration moyenne de 0,173 ppm de diacétyl dans les vins de Chardonnay. Son seuil de perception étant de 0,1 ppm, il est donc responsable de l'arôme de beurre typique de ces vins. Flamini *et al.* (2002) soulignent également l'influence du cépage sur le rapport des concentrations en acétoïne et diacétyl. Comparativement au Cabernet Sauvignon, ce rapport est plus élevé pour le Chardonnay.

L'acétylacétone est la seule cétone analysée dont la concentration se trouve au-dessus de son seuil de perception de 10 ppb dans le vin 2016 et dans le moût 2017 (*figure 5.2-2*). Peu d'informations au sujet de ce composé sont disponibles dans la littérature mais, étant donné la concentration mesurée dans le moût 2017, il est probable que l'acétylacétone provienne directement du raisin. Il faut également s'interroger sur son absence dans le vin 2017. Cette cétone n'a pas été référencée par Gambetta *et al.* (2014) comme étant un composé retrouvé habituellement dans les vins de Chardonnay.

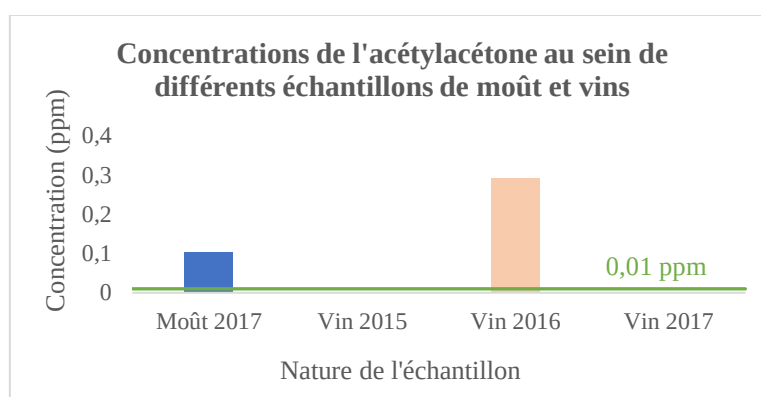


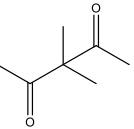
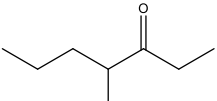
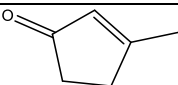
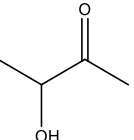
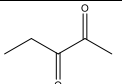
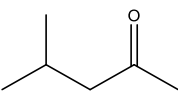
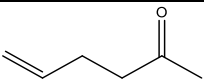
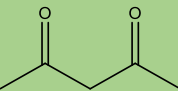
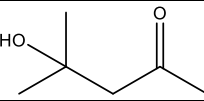
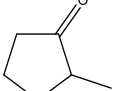
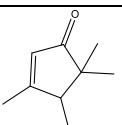
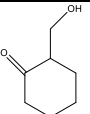
Figure 5.2-2. Concentrations (obtenues en mode full scan) de l'acétylacétone au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

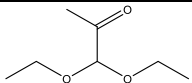
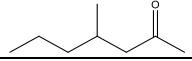
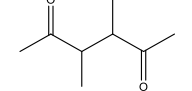
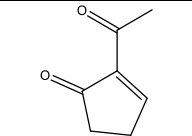
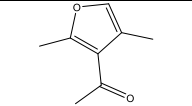
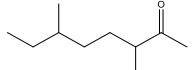
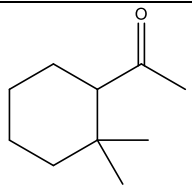
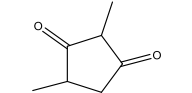
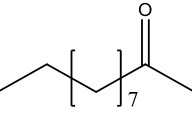
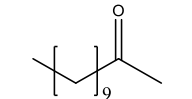
Analyse comparative moût-vin 2017

Globalement, plus de cétones différentes sont retrouvées dans le moût que dans les vins. De manière surprenante, vu l'activité réductrice des levures, si l'on s'intéresse aux concentrations

totales en cétones, aucune différence significative n'est pourtant observée entre le moût et les vins. Signalons en particulier la présence de plus grandes quantités de 3,3-diméthyl-2,4-pentanedione (0,011 ppm), 4-méthylheptan-3-one (0,007 ppm), acétoïne (2,318 ppm), 2,3-pentanedione (0,054 ppm), 5-hexen-2-one (0,066 ppm), acétylacétone (0,291 ppm), 2-méthylcyclopentan-1-one (0,019 ppm), 1,1-diéthoxy-2-propanone (0,008 ppm), 2-acétylcyclopentan-1-one (0,037 ppm) et 3,6-diméthyl octan-2-one (0,016 ppm) dans le vin. On retrouve toutefois logiquement la 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one, la 3,4-diméthylhexane-2,5-dione, la 1-(2,4-diméthylfuran-3-yl)éthanone et la 1-(2,2-diméthylcyclohexyl) éthanone en quantité bien plus importante dans le moût que dans les vins. Notons l'analogie de structure de la première d'entre elles avec la 4S4M2Pone (4-sulfanyl-4-méthylpentan-2-one) à l'odeur typique de pipi de chat/buis dans les vins de Sauvignon. Une simple substitution nucléophile de l'alcool par de l' H_2S de fermentation pourrait générer ce thiol polyfonctionnel si bien connu en œnologie.

Tableau 5.2-2. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des cétones du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Famille des cétones														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP-Sil 5 CB)	Concentra-tion moût 2017 (ppm)	Concentra-tion vin 2015 (ppm)	Concentra-tion vin 2016 (ppm)	Concentra-tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
3,3-Dimethyl-2,4-pentanedione		6,65	652	tr	nd	0,011 ^{IST}	nd		MS	43/71/86/41 /39	43/86/71,1 /45/77	/	43/57/86 /71,1/41	/
4-Methylheptan-3-one		6,68	655	d	nd	0,007 ^{IST}	nd		MS	57/71/43/86 /29	43/57/86/41 /71/58	/	43,1/57,1/86 /71/41	/
3-Methylcyclopent-2-en-1-one		6,55	646	d	nd	nd	nd	Sucré, floral, fruité ⁵ [150] ¹	MS	96/67/53/81 /95	96/67/95 /81/43	/	/	/
3-Hydroxybutan-2-one Acétoïne J26		7,04	680	0,095	0,965	0,144	2,318	Humide, floral, beurre, crème ¹ [50] ¹	MS	45/43/88/27 /29	45/43/88 /42/44	45,1/43/88 /42,1/44,2	45,1/43,1/88,1 /42/73,1	45,1/43/88 /42,1/44,2
2,3-Pentanedione Acetyl propionyl J125		-	705	[tr]	[0,054 ^{IST}]	[tr]	[0,054 ^{IST}]	Beurre ⁵	[SIM]	[57; 100]	/	/	/	/
4-Méthyl-2-pentanone Isobutyl methyl ketone K53		-	723	[d]	[nd]	[tr]	[d]	Green ⁵	[SIM]	[85; 100]	/	/	/	/
5-Hexen-2-one		8,38	733	nd	nd	0,066 ^{IST}	nd		MS	43/55/27/39 /15	/	/	43/83/55 /41/70	/
Pentane-2,4-dione Acétylacétone J213		9,34	762	<u>0,102</u>	nd	<u>0,291</u>	nd	Doux ² [0,01] ²	IR, MS	43/85/15/10 0/27	43/85/100 /72,1/42	/	85/43/100 /41/42,1	/
4-Hydroxy-4-methylpentan-2-one K32		9,92	780	0,045	nd	nd	nd		IR, MS	43/59/58/10 1/42	43/59/101 /58/41	/	/	/
2-Methylcyclopentan-1-one		14,40	873	0,010 ^{IST}	nd	nd	0,019 ^{IST}		MS	56/41/39/42 /43	55/98/43 /42/69	/	/	55/98/42,1/69, 1/56,1
3,4,5,5-Tetramethylcyclopent-2-en-1-one		14,64	878	d	nd	nd	nd		MS	123/138/95/ 41/71	123/43/138,1 /95,1/56	/	/	/
2-(Hydroxymethyl)cyclohexan-1-one		15,78	899	tr	nd	nd	nd		MS	110/55/67/6 8/41	110/43/59 /41/81,9	/	/	/

Famille des cétones														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP-Sil 5 CB)	Concentra-tion moût 2017 (ppm)	Concentra-tion vin 2015 (ppm)	Concentra-tion vin 2016 (ppm)	Concentra-tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
1,1-Diethyloxy-2-propanone		15,81	900	nd	nd	0,008 ^{IST}	nd				/	/	47/103,1/75,1/73/43	/
4-Methylheptan-2-one		17,41	920	tr	nd	tr	nd		MS	43/58/85/59/41	43/58/59/85/55,1	/	43/59/58/85/55	/
3,4-Dimethylhexane-2,5-dione		22,94	991	0,010 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	43/85/100/72/57	85/43/109/110,1/67	/	/	/
2-Acetylcyclopentan-1-one		29,20	1050	nd	nd	nd	0,037 ^{IST}		MS	43/111/55/126/83	/	/	/	111/43/126/45,1/95
1-(2,4-Dimethylfuran-3-yl)éthanone		30,38	1065	0,017 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	123/138/43/67/39	43/123,1/138,1/101/95,1	/	/	/
3,6-Dimethyl octan-2-one		42,83	1183	nd	nd	0,016 ^{IST}	nd		MS	43/55/41/73/83	43/85/101,1/72,1/43,9	/	43,1/60/73/55/111	/
1-(2,2-Dimethylcyclohexyl)éthanone <i>1-Acetyl-2,2-dimethylcyclohexane</i>		46,64	1205	0,027 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	69/43/55/111/44	43/96/111/99/101	/	/	/
2,4-Diméthyl-1,3-cyclopentanedione		48,47	1220	0,009 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	126/56/111/83/55	111/43/126,1/125/83	/	/	/
2-Undecanone J21		-	1274	[nd]	[nd]	[tr]	[tr]	Cireux, fruité, crémeux, gras, floral ⁵	[SIM]	[58; 71]	/	/	/	/
2-Dodécanone J131		-	1378	[tr]	[nd]	[nd]	[tr]		[SIM]	[59; 71]	/	/	/	/

Légende :¹Gambetta *et al.* (2014), ²Pubchem (Open Chemistry Database), ³Bartowsky *et al.* (2009) ⁴Guth (1997) ⁵The Good Scents Company ⁶Campo *et al.* (2006) ⁷Ferreira *et al.* (2005) ⁸Tal *et al.* (2007). ^aeau ^bsolution aqueuse d'éthanol à 11% contenant 7g/L de glycérol et 5g/L d'acide tartrique ^csolution aqueuse d'éthanol à 10% ^dsolution aqueuse d'éthanol à 10% contenant 7 g/L de glycerine à pH 3.2 ^evin blanc neutre ^fvin ^gsolution hydroalcoolique.

5.2.4 Aldéhydes identifiés dans les extraits de moût et de vins de Chardonnay du domaine des Marnières

Analyse verticale

On retrouve deux aldéhydes avec des concentrations au-dessus de leurs seuils de perception respectifs dans le vin : le phénylacétaldéhyde dans le vin 2015 et le vin 2017 (concentrations de 0,014 et 0,002 ppm et seuil de perception de 0,001 ppm) (figure 5.2-3), et le nonanal, uniquement dans le vin 2016 (concentration de 0,017 ppm et seuil de perception de 0,0007 ppm) (figure 5.2-4). Le phénylacétaldéhyde se retrouve dans les trois vins mais en concentration beaucoup plus importante en 2015. En 2016, sa concentration semble à peine atteindre le seuil de perception. D'après Gambetta *et al.* (2014), des concentrations de 0,004 à 0,028 ppm sont retrouvées dans les vins de Chardonnay, ce qui est cohérent avec la concentration de notre vin de 2015 uniquement. Bueno *et al.* (2010) font remarquer que le phénylacétaldéhyde provient de l'oxydation du vin.

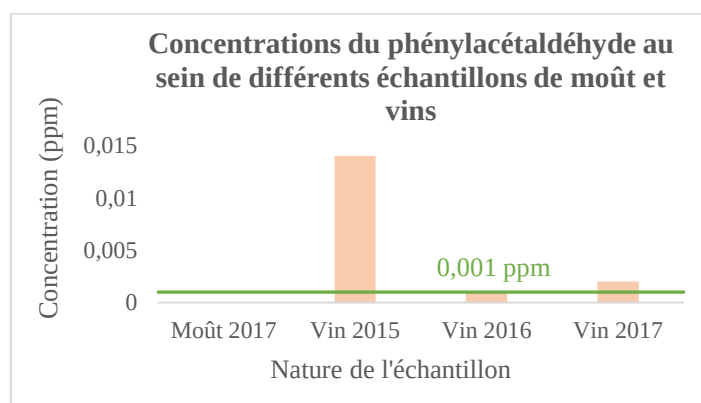


Figure 5.2-3. Concentrations (obtenues en mode SIM) du phénylacétaldéhyde au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

La concentration du nonanal dans le vin 2016 (0,017 ppm) se retrouve largement au-dessus de son seuil de perception (0,0007 ppm). Gambetta *et al.* (2014) ne reprennent pas ce composé dans leur liste ce qui pourrait en faire un composé typique des vins de Chardonnay belges produits lors des années plus difficiles. Flamini *et al.* (2002) prétendent toutefois que le contenu total en aldéhydes et particulièrement en nonanal augmente après la fermentation malolactique des vins de Chardonnay.

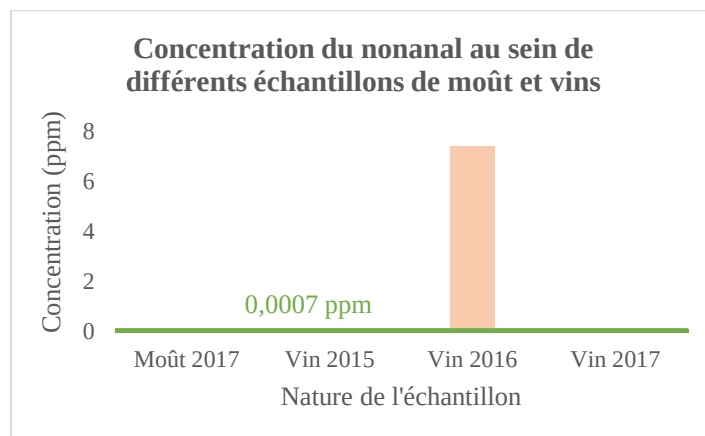


Figure 5.2-4. Concentration du nonanal (obtenue en mode full scan) au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

Analyse comparative moût-vin 2017

À l'instar des cétones, certains aldéhydes sont retrouvés à des concentrations plus élevées dans le vin que dans le moût. L'hex-2-enal à l'arôme de verdure se trouve au-dessus de son seuil de perception dans le moût mais n'a pas été détecté dans les vins (figure 5.2-5). Cette molécule aromatique n'aura donc aucun effet sur le profil aromatique du vin. L'hexanal et le dodécanal se retrouvent aussi en concentration plus importante dans le moût que dans le vin. Ces composés ont été mentionnés par de nombreux auteurs comme issus du raisin. Bakker et Clarke (2012) ont montré combien l'hexanal et l'hex-2-enal voyaient leur concentration croître sous l'action du pressurage. Ils seront ensuite réduits en hexan-1-ol et hex-2-enol par les levures pendant la fermentation alcoolique (odeur typiquement herbacée comme les aldéhydes dont ils sont issus).

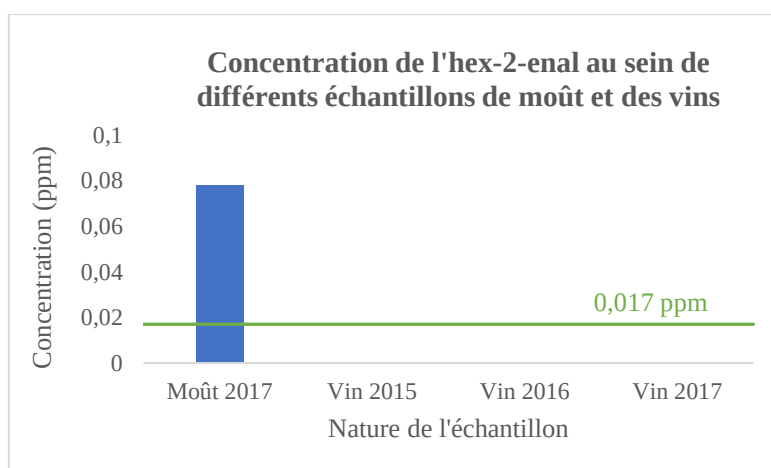
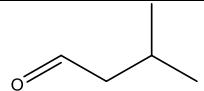
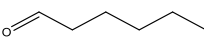
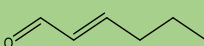
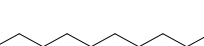
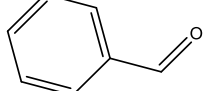
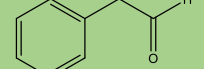
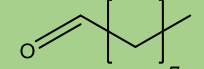
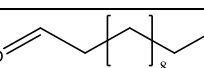
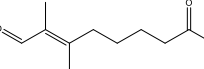
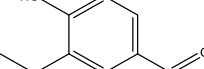
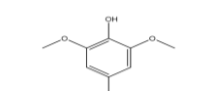


Figure 5.2-5. Concentration (obtenue en mode full scan) de l'hex-2-enal au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

Tableau 5.2-3. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des aldéhydes du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Famille des aldéhydes														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP-Sil 5 CB)	Concentration moût 2017 (ppm)	Concentration vin 2015 (ppm)	Concentration vin 2016 (ppm)	Concentration vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
3-Méthylbutanal K28		6,06	612	nd	nd	0,024 ^{IST}	tr	Pomme ²	IR, MS	44/43/41 /58/29	/	/	44/43/41 /58/57	43/41,1/44 /42,1/58
Hexanal <i>Caproaldéhyde</i> J76		8,58	739	0,055	nd	nd	nd	Vert, herbe, fruité ² [0,35] ²	IR, MS	44/56/41 /43/57	56/44/41 /57/43	/	/	/
Hex-2-enal J14		10,47	797	<u>0,078</u>	nd	nd	nd	Vert, banane ¹ solvant ¹ [0,017] ⁵	IR, MS	41/42/39 /83/69	69/41/55 /83/42	/	/	/
Décanal J48		12,89	844	tr	nd	nd	nd		MS	43/41/57 /55/44	43/70,1/55 /41/44	/	/	/
Benzaldéhyde G49		18,83	939	d [d]	d [d]	d [d]	0,029 [0,015 ^{IST}]	Huile, amande ² [0,042-2] ¹	IR, MS, [SIM]	77/106/105 /51/50 [106;105]	106/105/77 /50,9/78,1	105/106/77 /93,1/43	106/105/77 /51/78,1	106/105/77,1 /51,1/78
Phénylacétaldéhyde G68		25,54	1022	[nd]	<u>0,026</u> ^{IST} [0,014 ^{IST}]	<u>0,009</u> ^{IST} [d]	<u>0,002</u> ^{IST}]	Miel, sucré, floral ⁵ [0,001] ⁶	MS, [SIM]	91/92/120 /65/39 [91; 120]	/	91/108/79 /107/120	91,1/120/92,1 /65/43,1	/
Nonanal J77		32,46	1086	nd	nd	<u>0,017</u> ^{IST}	nd	Orange, rose ² [0,0007] ⁵	MS	57/41/43 /56/44	/	/	57,1/56,1/43,1 /41/70,1	/
<i>trans</i> -2-Nonenal J103		-	1141	[nd]	[nd]	[tr]	[nd]	Gras, vert, concombre, agrume ⁵	[SIM]	[70; 83]	/	/	/	/
Dodécanal J51		40,42	1154	0,022	nd	nd	nd	Savon, cireux, agrumes, vert, floral ⁵	IR, MS	43/57/41 /55/43	43/57/41 /55/82,1	/	/	/
(E)2,3-Dimethyl-8-oxo-non-2-enal		48,92	1223	tr	nd	nd	nd		MS	109/43/124 /95/41	43/123,1 /182,1 /124,1/109	/	/	/
Vanilline G100		66,65	1369	[nd]	0,012 ^{IST} [0,020 ^{IST}]	0,076 ^{IST} [d]	0,100 ^{IST} [0,045 ^{IST}]	Vanille ⁹ [0,2] ^{4c}	MS, [SIM]	151/152/81 /109/123 [151;152]	/	151/152/73 /60/129,1	151/152/123 /109/81	151/152/123 /81/109
4-Hydroxy-3,5-dimethoxybenzaldehyde <i>Syringaldehyde</i>		84,91	1627	nd	d	nd	0,024 ^{IST}		MS	182/181/111 /167/139	/	182/181/60 /43,1/72,9	/	182/181/111,1 /167/139,1

Légende : ¹Gambetta *et al.* (2014), ²Pubchem (Open Chemistry Database), ³Bartowsky *et al.* (2009) ⁴Guth (1997) ⁵The Good Scents Company ⁶Campo *et al.* (2006) ⁷Ferreira *et al.* (2005) ⁸Tal *et al.* (2007). ^aeau ^bsolution aqueuse d'éthanol à 11% contenant 7g/L de glycérol et 5g/L d'acide tartrique ^csolution aqueuse d'éthanol à 10% ^dsolution aqueuse d'éthanol à 10% contenant 7 g/L de glycerine à pH 3.2 ^evin blanc neutre ^fvin ^gsolution hydroalcoolique.

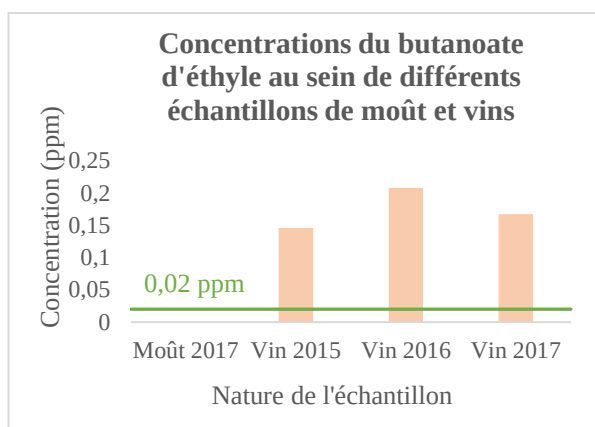
5.2.5 Esters éthyliques identifiés dans les extraits de moût et de vins de Chardonnay du domaine des Marnières

Puisque les esters sont formés durant la fermentation alcoolique, la fermentation malolactique et le vieillissement du vin, il est normal de n'en retrouver que très peu dans le moût.

Analyse verticale

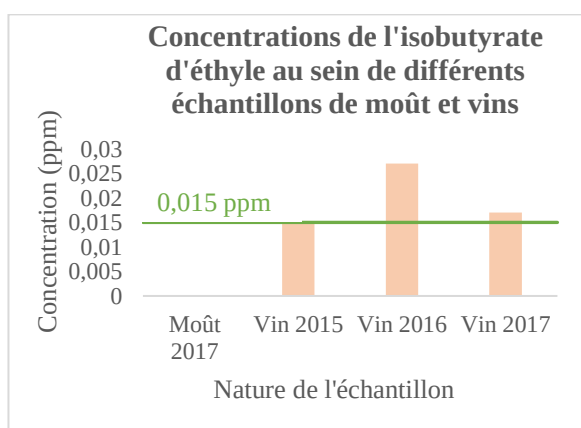
Les esters, aux arômes fruités habituellement agréables, sont les plus nombreux à dépasser leurs seuils de perception dans les différents échantillons. Ce sont donc principalement eux qui participent à l'aromaticité du vin. Remarquons de plus que des phénomènes de synergie sont souvent associés aux esters (Lytra *et al.*, 2013).

Sept esters éthyliques sont retrouvés au-dessus de leur seuil de perception : l'isobutyrate d'éthyle, le butanoate d'éthyle, le lactate d'éthyle-(S), l'hexanoate d'éthyle, l'octanoate d'éthyle, le décanoate d'éthyle et le 2-phénylacétate d'éthyle.



Le butanoate d'éthyle (*figure 5.2-6*) aux arômes de fruits et de fraise se trouve largement au-dessus de son seuil de perception (0,02 ppm) pour les trois années (0,146, 0,208 et 0,167 ppm) en accord avec les travaux de Gambetta *et al.* (2014) (gamme de 0,06-1,97 ppm).

Figure 5.2-6. Concentrations (obtenues en mode SIM) du butanoate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.



Comme on peut le voir sur la *figure 5.2-7*, l'isobutyrate d'éthyle se trouve également à une concentration proche (2015) ou supérieure (2017 et surtout 2016) à son seuil de perception de 0,015 ppm.

Figure 5.2-7. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'isobutyrate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

Ces deux esters évoluent de façon identique entre les vins. En effet, si on calcule le coefficient de détermination (R^2) entre ces deux esters, sa valeur est de 0,97 ce qui montre bien la relation importante entre les différentes concentrations.

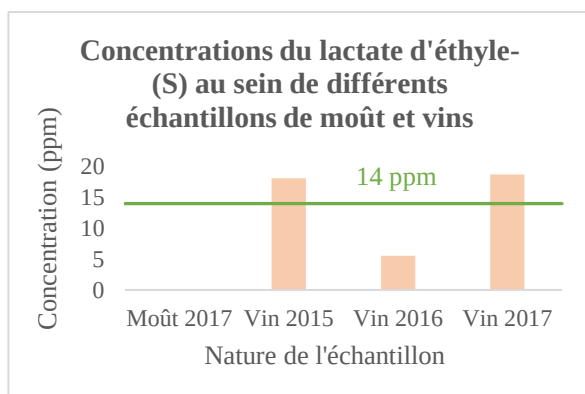


Figure 5.2-8. Concentrations (obtenues en mode SIM) de du lactate d'éthyle -(S) au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

Le lactate d'éthyle-(S) a été retrouvé en concentration supérieure à son seuil de perception, à savoir 14 ppm, en 2015 et en 2017 mais pas en 2016 (figure 5.2-8). Bakker et Clarke (2012) ont constaté que ce composé apparaissait pendant le vieillissement lorsque de l'acide lactique avait été formé durant la fermentation malolactique.

Dans le vin de Chardonnay 2017, on retrouve l'acétate d'éthyle à une concentration proche de son seuil de perception, à savoir 7,5 ppm.

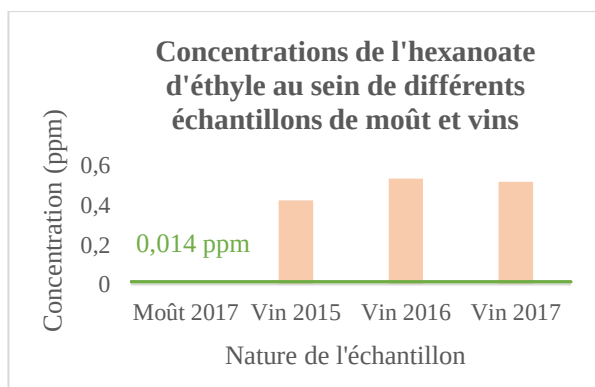


Figure 5.2-9. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'hexanoate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

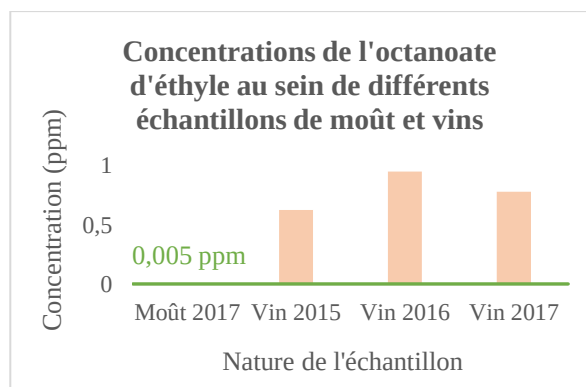


Figure 5.2-10. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'octanoate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

L'hexanoate (0,425 à 0,535 ppm) et l'octanoate d'éthyle (0,627 à 0,951 ppm), dont les concentrations sont pour les trois années largement au-dessus de leurs seuils de perception respectifs (14 et 5 ppb) se situent dans les gammes de concentration proposées par Gambetta *et al.* (2014) pour les vins de Chardonnay, à savoir 0,03-3,96 ppm pour l'hexanoate et 0,03-3,7 ppm pour l'octanoate d'éthyle (figures 5.2-9 et 5.2-10). Leurs odeurs fruitées et sucrées (fraise et pomme verte) semblent donc participer au profil aromatique des vins de Chardonnay. Gambetta *et al.* (2014) notifient que la concentration de l'hexanoate d'éthyle n'est pas affectée par le millésime et que la concentration observée est donc caractéristique du cépage. Boulton *et al.* (1996) soulignent le fait que les esters sont formés à différentes vitesses durant la fermentation et que la production d'hexanoate d'éthyle (tout comme l'acétate d'hexyle) dépend du taux de croissance des cellules de levures et donc des conditions de fermentation et de la nature de la souche de levure.

Le décanoate d'éthyle à l'odeur de fruit, de fleur et d'huile (figure 5.2-11) est probablement un autre ester organoleptiquement actif dans nos trois vins avec des concentrations allant de 0,164 à 0,351 ppm pour un seuil de perception de 0,2 ppm. Gambetta *et al.* (2014), font remarquer que l'excrétion des esters à travers la membrane de la levure devient plus difficile à mesure que la longueur des chaînes latérales des esters augmente. Ce phénomène est illustré par le pourcentage d'excrétion des esters durant la fermentation alcoolique : 8 à 17% pour le décanoate d'éthyle contrairement à 100% pour les acétates d'éthyle.

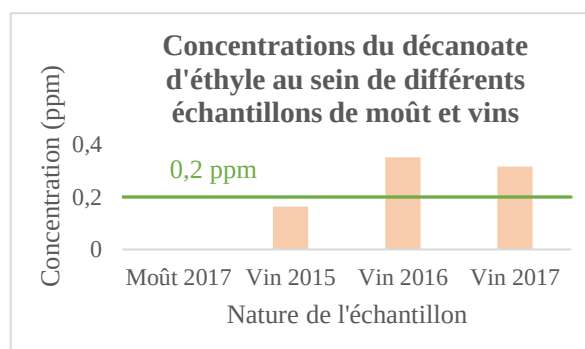


Figure 5.2-11. Concentrations (obtenues en mode SIM) du décanoate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

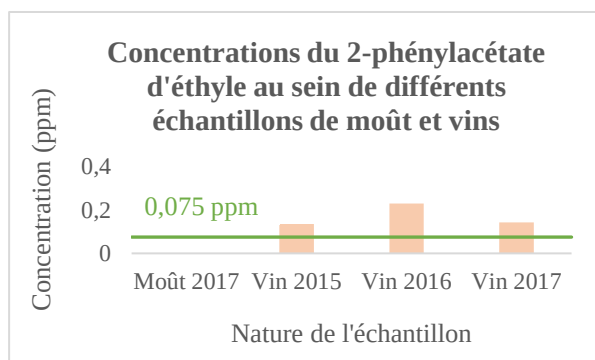


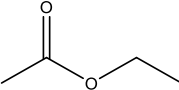
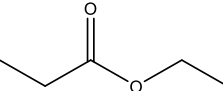
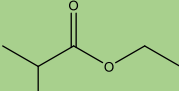
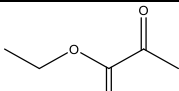
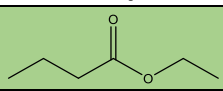
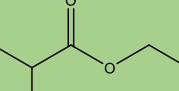
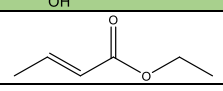
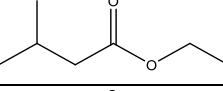
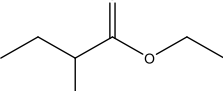
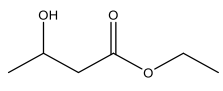
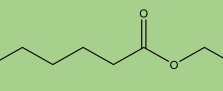
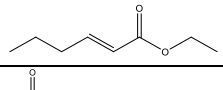
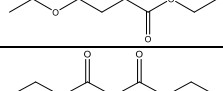
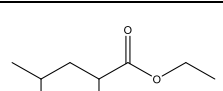
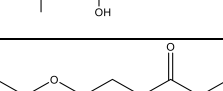
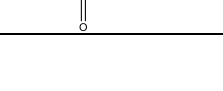
Figure 5.2-12. Concentrations (obtenues en mode full scan) du 2-phénylacétate d'éthyle au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

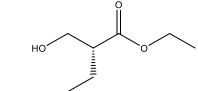
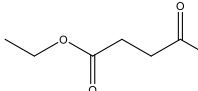
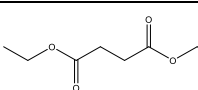
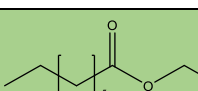
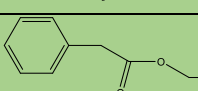
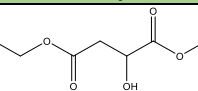
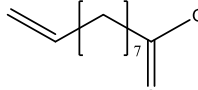
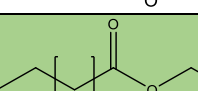
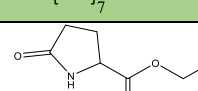
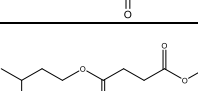
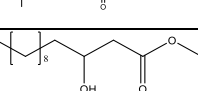
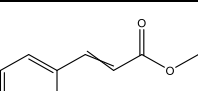
Les mêmes observations peuvent être faites pour le 2-phénylacétate d'éthyle (odeur de fleur, de rose et de miel) retrouvé dans les trois vins au-dessus de 0,075 ppm (seuil de perception) (figures 5.2-12). Les concentrations reprises par Gambetta *et al.* (2014) (0,04-2 ppm) ne se situent pourtant pas toujours au-dessus du seuil de perception de 0,075 ppm.

Analyse comparative moût-vin 2017

Seul le lactate d'éthyle-(S) est retrouvé à l'état de trace dans le moût. Ceci témoigne probablement d'une fermentation spontanée.

Tableau 5.2-4. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des esters éthyliques du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Famille des esters éthyliques														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP-Sil 5 CB)	Concentration moût 2017 (ppm)	Concentration vin 2015 (ppm)	Concentration vin 2016 (ppm)	Concentration vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
Acétate d'éthyle S1		5,36	374	nd	5,858 ^{IST}	3,519 ^{IST}	6,298 ^{IST}	Ananas [7,5] ⁵	MS	43/61/45 /29/70	/	43,1/61/70 /45/42,2	43,1/61/70,1 /45,1/88,1	43,1/61/70 /45/42,1
Propanoate d'éthyle J62		7,23	694	nd	0,223	0,101	0,159	Sucré, fruité éthéré ¹ [1,8] ^{1c}	IR,MS	29/57/27 /28/102	/	57/43,1/102,1 /75/74	57/43/74/ 102,1/75	57/43/102 /75/74
Isobutyrate d'éthyle K76		8,63	740	[nd]	<u>0,179</u> ^{IST} [0,015]	<u>0,087</u> ^{IST} [0,027]	<u>0,049</u> ^{IST} [0,017]	Fraise ⁷ [0,015] ^{7d}	IR, MS, [SIM]	43/71/29 /41/27 [71;116]	/	43,1/71/41,1 /116,1/88,1	43,1/71,1 /116,1 /88/41,1	43,1/71/41 ,1 /116,1/88
Pyruvate d'éthyle J216		9,65	772	nd	0,014 ^{IST}	nd	0,020 ^{IST}		MS	43/29/27 /15/44	/	43/42,1/116 /85/55	/	43/42,1/116 /45,1/44
Butanoate d'éthyle J55		9,95	781	[nd]	<u>0,386</u> ^{IST} [0,146]	<u>0,465</u> ^{IST} [0,208]	<u>0,480</u> ^{IST} [0,167]	Fruité, fraise ¹ [0,02] ^{1c}	IR, MS, [SIM]	71/43/29 /88/27 [71,88]	/	71,1/88/43,1 /73/89	71,1/88/43,1 /73/89	71/88/43,1 /73/89
Lactate d'éthyle-(S) J156		10,67	802	nd [tr]	<u>59,372</u> ^{IST} [18,076]	9,11 ^{IST} [5,520]	<u>30,441</u> ^{IST} [18,715]	Beurré, sucré, fruité ² [14] ³	IR,MS, [SIM]	45/29/27 /43/75 [46;76]	/	45,1/75/43,1 /46/119,1	45,1/75,1/43,1 /46,1/47,1	45,1/75/43,1 /46/47,1
Trans-2-butanoate d'éthyle		11,66	821	nd	nd	0,007 ^{IST}	nd		MS	69/99/41 /39/29	/	/	69/99/41,1 /56,1/43,1	/
3-Methyl-butanoate d'éthyle <i>Ethyl isovalerate</i> K66		-	835	[nd]	0,039 ^{IST} [0,007]	[d]	[tr]	Fruité, sucré, pomme, ananas ⁵	[SIM]	[88; 85]	/	88/41/85 /69,1/57,1	/	/
2-Methyl-butanoate d'éthyle K98		-	840	[nd]	[nd]	[tr]	[tr]	Fruité, baie ⁵	[SIM]	[102; 85]	/	/	/	/
3-Hydroxybutanoate d'éthyle <i>Grape butyrate</i> J27		16,61	910	nd	0,129	0,326	0,195	Fruit vert, peau de pomme, tropical ⁵	MS	43/45/60/ 87/71	/	43/88/45,1 /87,1/117,1	43/45/88 /87/117	43/88/45,1 /87/117
Hexanoate d'éthyle <i>Ethyl caproate</i> J60		21,98	979	nd [nd]	<u>0,999</u> ^{IST} [0,425]	<u>1,118</u> ^{IST} [0,535]	<u>1,234</u> ^{IST} [0,518]	Pomme verte, fruité, fraise ¹ [0,014] ^{1b}	IR,MS,[SIM]	88/29/43 /27/99 [88;99]	/	88/99,1/43,1 /101/70,1	88,1/99,1/43,1 /101,1/70	88/99,1/43,1 /101/70
Hex-2-enoate d'éthyle		25,82	1021	nd	0,010 ^{IST}	0,049 ^{IST}	nd	Sucré, vert, fruité, légume ⁵	MS	55/97/99 /41/29	/	108/79/97 /107,1/99,1	97/99/55 /73/41,1	/
4-Acetyloxybutanoate d'éthyle		25,92	1022	nd	nd	nd	0,519 ^{IST}		MS	43/112/113 /88/85	/	/	/	87/88/102 /60/74
Diéthyl malonate		27,08	1033	nd	tr	nd	tr		MS	29/115/43 /133/88	/	115/133/43 /88,1/108	/	115/133/87,1 /43/88,1
2-Hydroxy-4-methylpentanoate d'éthyle <i>Leucate d'éthyle</i> K111		27,61	1039	nd	nd	0,077	0,056	Fruits rouges, mûre ³	IR, MS	69/87/43 /45/29	/	/	69,1/87,1/43,1 /45,1/41,1	69,1/87/43,1 /45/41
Methyl succinate d'éthyle		31,17	1073	nd	0,022 ^{IST}	0,013 ^{IST}	0,009 ^{IST}		MS	115/29/55 /101/59	/	115/101/55 /129/87	115/101/55 /129/87	115/101/54,9 /129/86,9

Famille des esters éthyliques														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP- Sil 5 CB)	Concentra- tion moût 2017 (ppm)	Concentra- tion vin 2015 (ppm)	Concentra- tion vin 2016 (ppm)	Concentra- tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
Butanoate 2-hydroxymethyl d'éthyle		37,85	1133	nd	nd	0,015 ^{IST}	nd		MS	55/101/73 /116/29	/	/	101/55,1/88 /100/83	/
Succinate de monoéthyle J219		38,71	1140	nd	0,032 ^{IST}	0,111 ^{IST}	0,327 ^{IST}		MS	101/73/29 /55/128	/	101/128/73 /55/45	101/128/73 /55/74	101/128/73 /55/74
Butanedioate diéthyle <i>Succinate de diéthyle</i> J218		39,64	1148	nd	1,531 ^{IST}	0,395 ^{IST}	0,716 ^{IST}		MS	101/29/129 /27/28	/	101/129/128 /102/73	101/129/128 /102/73	101/129/128 /102/73
Octanoate d'éthyle <i>Ethyl caprilate</i> J159		43,52	1180	nd [nd]	<u>1,039</u> ^{IST} [0,627 ^{IST}]	<u>1,168</u> ^{IST} [0,951 ^{IST}]	<u>1,306</u> ^{IST} [0,781 ^{IST}]	Fruité, sucré ¹ [0,005] ^{1b}	IR,MS, [SIM]	88/101/57 /127/60 [88;127]	/	88/101/127,1 /57,1/70	88,1/101,1 /127,1 /57,1/70	88/101/127,1 /57,1/70,1
2-Phénylacétate d'éthyle G59		50,05	1232	nd	<u>0,136</u>	<u>0,230</u>	<u>0,142</u>	Floral, miel, rose ⁸ [0,075] ⁸	IR, MS	91/65/164 /92/29	/	104/43/91 /105/103,1	104,1/43/91,1 /105,1/103,1	104/43/91 /105/103,1
Malate de diéthyle K112		50,46	1235	nd	0,274 ^{IST}	0,855 ^{IST}	0,407 ^{IST}		MS	71/117/29 /43/89	/	117/71/89 /43/75	117/71/89 /43/75	117/71/89 /43/75
9-Decenoate d'éthyle		67,23	1374	nd	0,019 ^{IST}	0,030 ^{IST}	nd		MS	88/55/69 /41/110	/	88,1/55/69,1 /110,1/73,1	73/60/88 55,1/41,1	/
Décanoate d'éthyle <i>Caprate d'éthyle</i> J57		68,27	1383	nd [nd]	<u>0,197</u> ^{IST} [0,164 ^{IST}]	<u>0,279</u> ^{IST} [0,351 ^{IST}]	<u>0,364</u> ^{IST} [0,316 ^{IST}]	Huileux, fruité, floral ¹ [0,2] ^{1b}	IR, MS, [SIM]	88/101/29 /43/41 [88;101]	/	88/101/155,1 /157,1/73	88/101/157,1 /155,1/70	88/101/155,1 /157,1/73
5-Oxopyrrolidine-2-carboxylate d'éthyle		69,43	1393	nd	0,088 ^{IST}	0,126 ^{IST}	0,109 ^{IST}		MS	84/41/28 /56/29	/	84/41/56 /85/157	84/41,1/85 /157/56	84/41,1/85 /157/56
1-O-ethyl 4-O-(3-methylbutyl) butanedioate		70,16	1400	nd	0,024 ^{IST}	nd	nd		MS	101/129/71 /70/43	/	129/101/71,1 /43,1/57,1	/	/
3-Hydroxytridecanoate d'éthyle		78,75	1516	nd	nd	d	nd		MS	117/71/43 /41/88	/	/	117/73/60 /71,1/43,1	/
(E)-3-Phenylprop-2-enoate d'éthyle <i>Cinnamate d'éthyle</i> G103		74.93	1452	[nd]	tr [nd]	[tr]	[tr]	Balsamique ⁵	[SIM]	[131;103]	/	131/103,1/176 /73,1/60	/	/
Dodecanoate d'éthyle <i>Laurate d'éthyle</i> J158		82,45	1580	nd	0,032	0,010	0,022	Huileux, fruité, floral ¹ [0,5] ^{1d}	IR, MS	88/101/43 /29/41	/	88/101/157,1 /70/183,2	88/101/73 /43,1/183,1	88/101/73 /157,1/183,2

Légende :¹Gambetta *et al.* (2014), ²Pubchem (Open Chemistry Database), ³Bartowsky *et al.* (2009) ⁴Guth (1997) ⁵The Good Scents Company ⁶Campo *et al.* (2006) ⁷Ferreira *et al.* (2005) ⁸Tal *et al.* (2007). ^aeau ^bsolution aqueuse d'éthanol à 11% contenant 7g/L de glycérol et 5g/L d'acide tartrique ^csolution aqueuse d'éthanol à 10% ^dsolution aqueuse d'éthanol à 10% contenant 7 g/L de glycerine à pH 3.2 ^evin blanc neutre ^fvin ^gsolution hydroalcoolique.

5.2.6 Esters d'alcools supérieurs identifiés dans les extraits de moût et de vins de Chardonnay du domaine des Marnières

Analyse verticale

L'acétate de 3-méthylbutyle est retrouvé à une concentration au-dessus de son seuil de perception (0,03 ppm) dans les trois millésimes (0,815 à 1,733 ppm) (figure 5.2-13). La gamme de concentrations fournie par Gambetta *et al.* (2014) va de 0,059 à 14,9 ppm, c'est-à-dire toujours supérieure à son seuil de perception. Cette molécule apporte aux vins de Chardonnay une odeur de banane. Le seuil de perception de l'acétate de 2-méthylbutyle n'est pas publié mais il se pourrait qu'il participe aussi à l'arôme de banane de nos vins avec des concentrations de 0,275, 0,279 et 0,216 ppm.

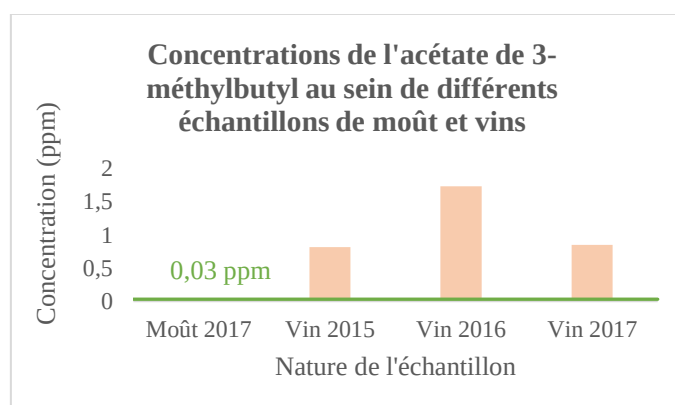


Figure 5.2-13. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'acétate de 3-méthylbutyl au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

L'acétate d'hexyle est une molécule qui développe un bel arôme de pomme. Cette molécule se trouve toutefois dans les trois vins à des concentrations (0,161 à 0,436 ppm) en dessous du seuil de perception de 1,5 ppm. Nos mesures se retrouvent dans la gamme de 0,024-1,59 ppm énoncée par Gambetta *et al.*, (2014). Ces mêmes auteurs identifient l'hexan-1-ol, l'hexanal, l'(E)-hex-2-enal, l'(E)-hex-2-en-1-ol et le (Z)-hex-3-en-1-ol comme des précurseurs de l'acétate d'hexyle. Saerens *et al.* (2008), Yunoki *et al.* (2007) et Dennis *et al.* (2012) spécifient que les profils en esters éthyliques sont plus dépendants du cépage que ceux des acétates. L'acétate d'hexyle fait exception à cette règle.

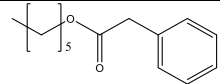
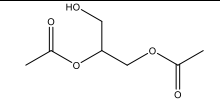
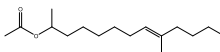
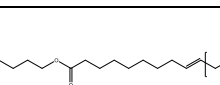
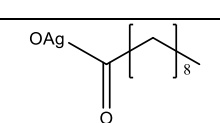
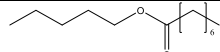
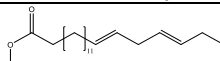
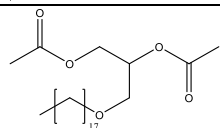
Analyse comparative moût-vin 2017

Comme pour les esters éthyliques, on retrouve les esters d'alcools supérieurs en quantité bien moindre dans les moûts que dans les vins étant donné leur origine principalement fermentaire.

On retrouve cependant de manière étonnante l'acétate de (E)-hex-2-enyl, l'acétate de 2-acétyloxy-3-hydroxypropyl et l'acétate de (8E)-9-méthyl-8-tridecen-2-yl dans le moût alors qu'ils sont absents dans le vin.

Tableau 5.2-5. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des esters d’alcools supérieurs du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Famille des esters d’alcools supérieurs														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP- Sil 5 CB)	Concentra- tion moût 2017 (ppm)	Concentra- tion vin 2015 (ppm)	Concentra- tion vin 2016 (ppm)	Concentra- tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
Cyanate d’isobutyle		6,40	635	nd	nd	d	nd		MS	41/43/56 /39/29	/	/	56,1/43/41 /42,1/55,1	/
Methyl thioacétate A9		-	680	[0,008 ^{IST}]	[0,124 ^{IST}]	[tr]	[0,269 ^{IST}]		[SIM]	[43; 90]	/	/	/	/
Acétate de propyl J89		7,28	697	nd	nd	0,136	0,191	Solvant, céleri, fruité ⁵	IR, MS	43/61/73 /42/41	/	/	43/61/57 /73/42,1	43/61/57 /73/42,1
2-Methylpropyl acétate <i>Acétate d’isobutyl</i> K26		9,03	753	nd	<u>0,164</u> [0,011 ^{IST}]	[0,007 ^{IST}]	<u>0,135</u> [0,010 ^{IST}]	Banane, fruité ³ [0,1- 1,6] ³	IR, MS, [SIM]	43/56/73 /41/39 [73; 86]	/	43/56,1/73 /41,1/57,1	/	43/56,1/73 /41,1/57,1
Methyl thiopropionate A18		-	781	[d]	[tr]	[nd]	[tr]	Lait, soufre, alliacé ⁵	[SIM]	[57; 104]	/	/	/	/
Acétate de 3- méthylbutyl <i>Acétate d’isoamyle</i> K40		13,42	854	nd	<u>4,089</u> [0,815 ^{IST}]	<u>4,972</u> [1,733]	<u>4,215</u> [0,847 ^{IST}]	Banane, poire ¹ [0,03] ^{1c}	IR, MS, [SIM]	43/70/55 /41/61 [70;87]	/	43,1/70,1/55,1 /87/61	43,1/70,1/55,1 /87,1/61,1	43,1/70,1/55,1 /87/61
Acétate de 2- méthylbutyle K17		13,59	857	nd	0,275	0,279	0,216	Banane, poire ¹	IR,MS	43/70/55 /73/41	/	43/70,1/56,1 /55,1/41	43/70,1/73 /55,1/41,1	43/70,1/55,1 /56,1/73
Hexyl prop-1-en-2-yl carbonate		13,91	864	tr	nd	nd	nd		MS	43/58/41 /59/55	43/58/41,1 /72,1/42,1	/	/	/
Methyl 4- hydroxybutanoate		16,28	906	nd	tr	d	0,008 ^{IST}		MS	43/74/57 /88/41	/	43/45/88 /55/74	43/45/88 /74/55	43/45,1/88,1 /74,1/87
Propanoate d’isoamyl K99		-	945	[nd]	[nd]	[tr]	[tr]		[SIM]	[57;70]	/	/	/	/
Acétate tridecan-3-yl		19,40	946	d	nd	nd	nd		MS	43/41/55 /57/101	43/101/97 /55,1/82,9	/	/	/
Acétate de (E)-Hex-2- enyl		20,42	959	0,008 ^{IST}	nd	nd	nd	Verte ⁵	MS	43/67/82 /41/57	43/56,1/55 /41/67	/	/	/
Acétate de 3- ethoxypropyl		21,25	969	nd	nd	nd	0,013 ^{IST}	Ether ²	MS	43/58/59 /86/31	/	/	/	43,1/58/59 /86/57,1
Acétate d’hexyle		23,15	994	nd	0,161 ^{IST}	0,436 ^{IST}	0,280 ^{IST}	Pomme ¹ [1,5] ^{1c}	MS	43/56/55 /61/42	/	43/56,1/84,1 /61/69,1	43/56,1/84,1 /61/69,1	43/56,1/84,1 /61/69
Lactate d’isoamyle		28,76	1050	nd	0,184 ^{IST}	0,013 ^{IST}	0,167 ^{IST}		MS	45/43/70 /55/71	/	45/70,1/43,1 /71,1/55,1	45/70,1/43,1 /71,1/55,1	45,1/43,1 /71,1/55
Méthyl-2-méthoxyoct-2- enoate		38,51	1138	d	nd	nd	nd		MS	43/41/115 /55/85	43,1/57/85 /101/70,9	/	/	/
But-2-yn-1-yl eicosyl carbonate		48,68	1221	tr	nd	nd	nd		MS	57/83/97 /69/71	43/71,1/85 /99/97	/	/	/

Famille des esters d’alcools supérieurs														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP- Sil 5 CB)	Concentra- tion moût 2017 (ppm)	Concentra- tion vin 2015 (ppm)	Concentra- tion vin 2016 (ppm)	Concentra- tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
Hexyl 2-phenylacetate		48,85	1223	nd	nd	nd	d		MS	91/43/41 /92/136	/	/	/	91/136/60 /85/42,9
Acétate de 2-acetyloxy-3-hydroxypropyl		55,29	1273	0,007 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	43/145/103 /116/115	43/145/103 /116/115	/	/	/
Acétate de (8E)-9-methyl-8-tridecen-2-yl		62,41	1332	0,025 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	43/55/97 /41/109	43/97,1/109 /123,1/95	/	/	/
Butyl (Z)-octadec-9-enoate <i>Butyl Oleate</i>		67,15	1373	nd	nd	nd	0,011 ^{IST}		MS	41/55/56 /69/57	/	/	/	60/73/129,1 /55/41
Silver décanoate		70,60	1405	nd	nd	0,012 ^{IST}	nd		MS	73/60/57 /71/43	/	/	73/60/129 /101/55,1	/
Octanoate de pentyl		72,87	1435	nd	d	d	nd		MS	70/43/145 /57/55	/	70,1/43/127,1 /71,1/55	70,1/43,1/73 /55/60	/
12,15-Octadecadienoate methyl		79,81	1535	nd	nd	d	nd		MS	67/41/55 /81/82	/	/	91/120,1/73 /60/43	/
3-(Octadecyloxy)-1,2-propanediol diacetate		88,49	1700	nd	nd	d	nd		MS	43/57/71 /55/85	/	/	207/57,1/71,1 /73/43,1	/

Légende :¹Gambetta *et al.* (2014), ²Pubchem (Open Chemistry Database), ³Bartowsky *et al.* (2009) ⁴Guth (1997) ⁵The Good Scents Company ⁶Campo *et al.* (2006) ⁷Ferreira *et al.* (2005) ⁸Tal *et al.* (2007). ^aeau ^bsolution aqueuse d'éthanol à 11% contenant 7g/L de glycérol et 5g/L d'acide tartrique ^csolution aqueuse d'éthanol à 10% ^dsolution aqueuse d'éthanol à 10% contenant 7 g/L de glycerine à pH 3.2 ^evin blanc neutre ^fvin ^gsolution hydroalcoolique.

5.2.7 Acides identifiés dans les extraits de moût et de vins de Chardonnay du domaine des Marnières

Analyse verticale

On retrouve 3 acides au-dessus de leur seuil de perception ; l'acide hexanoïque (odeur rance, âcre, verte ; seuil de perception de 0,42 ppm), l'acide octanoïque (odeur animale, épicée, de fromage ; seuil de perception de 0,5 ppm) et l'acide décanoïque (odeur de vinaigre, d'animal, grasse ; seuil de perception de 1 ppm) (figures 5.2-14, 5.2-15 et 5.2-16).

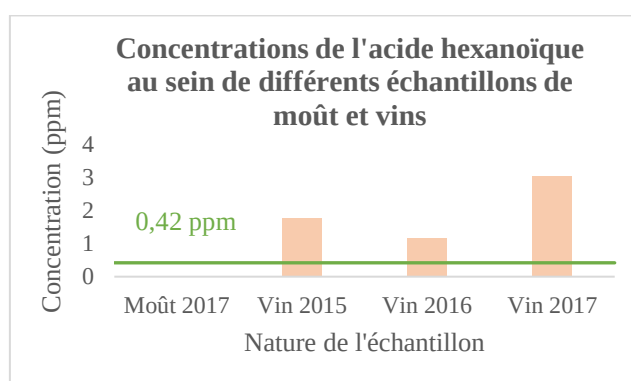


Figure 5.2-14. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'acide hexanoïque au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

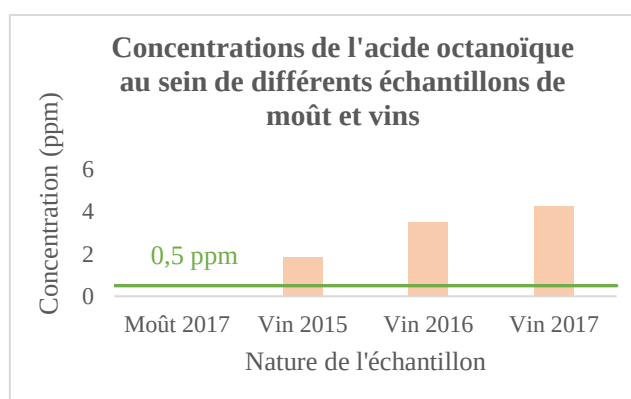


Figure 5.2-15. Concentrations (obtenues en mode SIM) de l'acide octanoïque au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

Toutes nos concentrations sont cohérentes avec les gammes proposées par Gambetta *et al.* (2014), à savoir entre 0,005 et 10,43 ppm pour C6:0, entre 1,15 et 50,6 ppm pour C8:0 et entre 0,004 et 14,150 ppm pour C10:0.

La quantité d'acide gras à courte chaîne varie d'un millésime à l'autre, mais sans corrélation même si le vin 2017 en contient toujours plus. D'après Louw *et al.* (2010), les effets du millésime n'influencent pas la concentration de l'acide hexanoïque mais jouent un rôle important dans l'évolution de la concentration de l'acide octanoïque et décanoïque. Pour ces deux derniers acides, on peut remarquer que la concentration augmente avec les années de production. Louw *et al.*, (2010) remarquent également qu'avec le temps, il n'y a pas un effet

spécifique qui modifie le rapport des concentrations de l'acide et de son ester correspondant. Si l'on observe les concentrations de l'hexanoate d'éthyle, de l'octanoate d'éthyle, et du décanoate d'éthyle (§ 5.2.5), aucune relation particulière ne saute aux yeux.

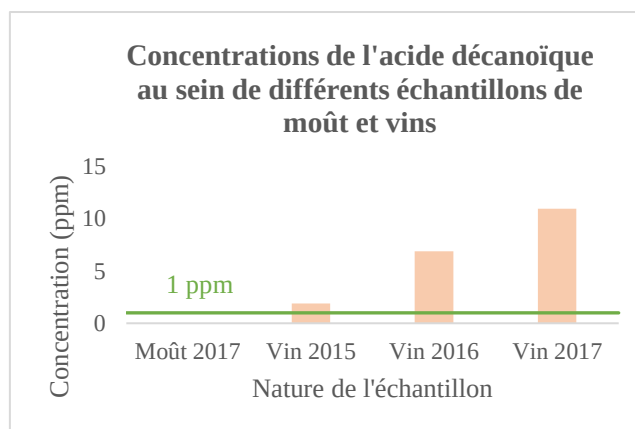


Figure 5.2-16. Concentrations (obtenues en mode full scan) de l'acide décanoïque au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

Li et Yong-Sheng (2007) soulignent que l'acide octanoïque et décanoïque ont un effet négatif sur l'arôme du vin. Cependant, d'après Sun *et al.* (2012), l'acide hexanoïque et octanoïque contribuent à la fraîcheur du vin et équilibrent ses arômes fruités.

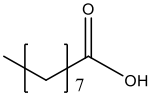
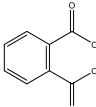
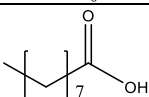
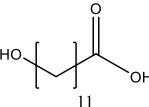
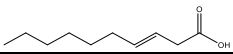
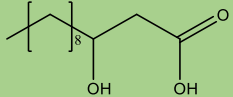
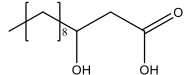
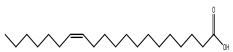
Analyse comparative moût-vin 2017

Les acides volatils sont principalement apportés par la fermentation alcoolique et malolactique ainsi que lors du vieillissement du vin. Il est donc logique de trouver une concentration totale en acide volatil inférieure dans le moût par rapport au vin correspondant. Cependant, certains acides gras à courte chaîne ont été retrouvés en quantité nettement plus importante dans le moût que dans le vin. C'est le cas de l'acide nonanoïque (odeurs de gras, de noix de coco ; seuil de perception de 3 à 9 ppm) et de l'acide tridécanoïque (odeur de bois et de cire).

L'acide hex-2-énoïque (odeur fruitée, sucrée, chaude et herbacée) se trouve à des concentrations semblables dans le moût et dans le vin 2017. Par contre, l'acide cis-13-eicosénoïque est en concentration très légèrement supérieure dans le vin.

Tableau 5.2-6. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des acides du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Famille des acides														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP- Sil 5 CB)	Concentra- tion moût 2017 (ppm)	Concentra- tion vin 2015 (ppm)	Concentra- tion vin 2016 (ppm)	Concentra- tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
Acide butanoïque J36		9,23	759	nd [nd]	0,380 [0,199 ^{IST}]	0,015 [0,011 ^{IST}]	0,386 [0,146 ^{IST}]	Fromage, rance, transpiration ⁶ [2,2] ³	IR,MS,[SIM]	60/73/41 /43/42 [60;73]	/	60/73/43,1 /42/41,1	56,1/41,1/42,1 /55/45	60/73/42 /41,1/43,1
Acide 3-nitropropionique		9,52	768	nd	0,011 ^{IST}	0,012 ^{IST}	0,009		MS	45/73/29 /27/55	/	45,1/73,1/43,1 /55,1/42,1	45,1/73,1/43 /55/72,1	45/73,1/43,1 /55/41
Acide 3-methylbutanoïque <i>Acide isovalérique</i> K25		11,29	814	[nd]	0,330 [0,003 ^{IST}]	1,129 [0,025 ^{IST}]	0,086 [0,008 ^{IST}]	Fromage bleu ³ [3] ³	IR,MS,[SIM]	60/43/41 /45/87 [60; 87]	/	60/43,1/87 /41/45	60/43,1/87 /41,1/45	60/43/87 /41,1/45
Acide propanoïque J88		-	816	[nd]	[tr]	[nd]	[tr]		[SIM]	[74; 73]	/	/	/	/
Acide 2-méthylbutanoïque K18		11,78	823	nd	0,500	0,207	0,274	Fromage, transpiration ³ [3] ³	IR,MS	74/57/29 /41/27	/	74/57,1/41,1 /87/56,1	74/57,1/41,1 /87/73	74/57,1/41,1 /57/73,1
Acide pentanoïque J85		-	855	[nd]	[1,939 ^{IST}]	[tr]	[1,325 ^{IST}]		[SIM]	[60; 73]	/	/	/	/
Acide 4-hydroxybutanoïque		14,16	868	0,018 ^{IST}	0,208 ^{IST}	0,170 ^{IST}	0,575 ^{IST}		MS	42/86/41 /56/39	42/86/41 /56/85	42,1/86/41,1 /56/85	42,1/86/41,1 /56/85	42,1/86/41,1 /56/85
Acide 4-butoxybutanoïque		17,54	922	nd	d	0,007 ^{IST}	d		MS	57/87/85 /45/41	/	57/85,1/45,1 /43/41	57,1/85,1/45 /43/41	85/57/45,1 /43/41
Acide hexanoïque <i>Acide caprique</i> J72		20,84	964	0,038 ^{IST} [0,029 ^{IST}]	1,516 ^{IST} [1,772 ^{IST}]	2,441 ^{IST} [1,161 ^{IST}]	2,410 ^{IST} [3,035 ^{IST}]	Rance, âcre, vert ¹ [0,42] ^{1b}	MS, [SIM]	60/73/41 /43/87 [73;87]	60/73/41 /87/43	60/73/87 /41,1/55	60/73/87,1 /41,1/43,1	60/73/87 /41,1/43,1
Acide 11-cyclopentylundecanoïque		22,28	983	nd	tr	nd	nd		MS	41/55/27 /29/39	/	43,1/67/69 /115,1/73,1	/	/
Acide hex-2-énoïque J215		22,61	987	0,020 ^{IST}	0,012 ^{IST}	0,108 ^{IST}	0,021 ^{IST}	Fruité, sucré, chaud, herbe ⁵	MS	73/68/55 /99/42	73/99/68 /42/41	73/41,1/43 /55,1/99	73/99,1/55,1 /42,1/68	73/55,1/41 /43,1/99
Acide 3-hydroxydodecanoïque		23,69	1001	nd	nd	tr	nd		MS	43/41/55 /57/28	/	/	69/43/41 /55/98	/
Acide dec-2-énoïque		24,40	1007	nd	nd	tr	nd		MS	43/73/41 /56/55	/	/	72,9/43/99,1 /45,1/44	/
Acide 2-hydroxy-4-methylpentanoïque		27,63	1039	nd	0,041 ^{IST}	nd	nd		MS	43/69/87 /41/45	/	69,1/87,1/43 /45,1/41	/	/
Acide heptanoïque <i>Acide oenathique</i> J40		29,01	1052	nd	[tr]	0,005 [d]	nd		[SIM]	60/73/41 /43/55 [73; 87]	/	/	60/73/43,1 /70,1/55,1	/
Acide octanoïque J42		41,99	1167	0,008 ^{IST} [0,006 ^{IST}]	2,674 ^{IST} [1,825 ^{IST}]	4,874 ^{IST} [3,515 ^{IST}]	5,271 ^{IST} [4,252 ^{IST}]	Animal, épicé, fromage ¹ [0,5] ^{1b}	IR, MS , [SIM]	60/73/43 /41/55 [73; 125]	43/101/60 /73/41	60/73/101 /43,1/85,1	60/73/101 /43,1/85,1	60/73/101 /43,1/85,1

Famille des acides														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP-Sil 5 CB)	Concentra- tion moût 2017 (ppm)	Concentra- tion vin 2015 (ppm)	Concentra- tion vin 2016 (ppm)	Concentra- tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
Acide nonanoïque <i>Acide pelargonique</i> J41		48,29	1218	0,018 ^{IST}	nd	nd	nd	Gras, noix de coco ² [3-9] ²	IR, MS	60/73/57 /41/55	73/60/57,1 /115,1/129	/	/	/
Acide benzène-1,2- dicarboxylique		54,92	1270	nd	nd	0,039 ^{IST}	nd		MS	104/76/18 /50/148	/	/	104/76/148 /50/74	/
Acide 3- methyldecanoïque		56,96	1286	nd	nd	d	d		MS	87/41/43 /60/55	/	/	87/43/70,1 /55/60	87,1/70,1/43 /55/71,1
Acide tridécanoïque J144		60,62	1316	0,021 ^{IST}	nd	nd	nd	Cireux, boisé ⁵	MS	73/60/43 /41/55	73/43/60 /129/41	/	/	/
Acide (E)-dec-3-enoïque		63,93	1345	nd	nd	0,010 ^{IST}	nd		MS	43/55/41 /69/29	/	/	55/69,1/60 /73,1/41,1	/
Acide décanoïque <i>Acide caprique</i> J37		65,70	1361	nd	<u>1,909</u>	<u>6,884</u>	<u>10,970</u>	Vinaigre, animal, gras ¹ [1] ^{1b}	IR, MS	60/73/41 /43/57	/	73/60/129,1 /71,1/57,1	73/129,1/60 /71,1/57,1	73/129,1/60 /71,1/57,1
Acide 3- hydroxydodécanoïque		75,31	1468	nd	nd	0,012 ^{IST}	nd		MS	43/41/55 /57/28	/	/	55,1/43/60 /99/73	/
Acide cis-13- eicosénoïque		83,04	1591	0,008 ^{IST}	nd	0,009 ^{IST}	0,012 ^{IST}		MS	55/69/83 /97/41	43/83,1/69 /113/55,1	/	207/73,1/60 /83,1/55	97,1/83,1/55 /69,1/57

Légende :¹Gambetta *et al.* (2014), ²Pubchem (Open Chemistry Database), ³Bartowsky *et al.* (2009) ⁴Guth (1997) ⁵The Good Scents Company ⁶Campo *et al.* (2006) ⁷Ferreira *et al.* (2005) ⁸Tal *et al.* (2007). ^aeau ^bsolution aqueuse d'éthanol à 11% contenant 7g/L de glycérol et 5g/L d'acide tartrique ^csolution aqueuse d'éthanol à 10% ^dsolution aqueuse d'éthanol à 10% contenant 7 g/L de glycerine à pH 3.2 ^evin blanc neutre ^fvin ^gsolution hydroalcoolique.

5.2.8 Hétérocycles identifiés dans les extraits de moût et de vins de Chardonnay du domaine des Marnières

Analyse verticale

De manière générale, aucun millésime ne se caractérise par des teneurs beaucoup plus élevées en hétérocycles. Le 2-acétylfurane (odeur sucrée, caramélisée, de cacao et d'amande ; seuil de perception de 0,01 ppm) est le seul composé dont la concentration se trouve au-dessus de son seuil de perception (*figure 5.2-17*). Sa concentration est légèrement plus importante dans le vin 2016. Lee et Noble (2003) ont répertorié cet arôme dans les composés apportant des notes boisées au vin. Même s'il n'est pas repris dans l'article de Gambetta *et al.*, (2014), il a été identifié par Lee et Noble, (2003) dans des vins de Chardonnay californiens.

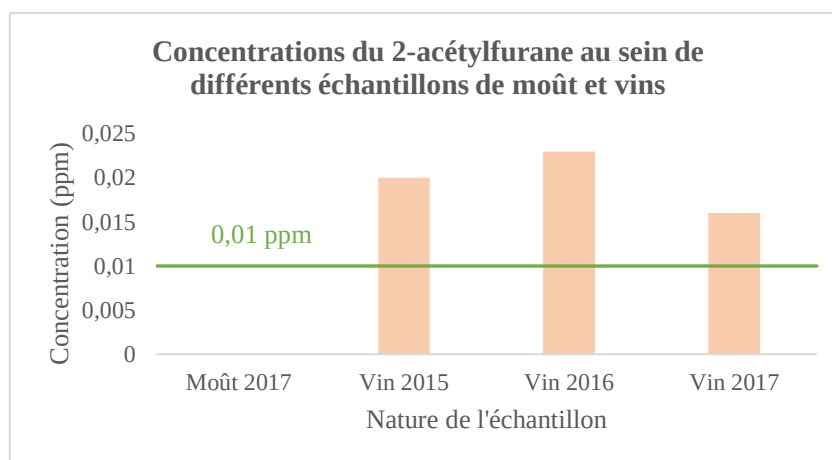


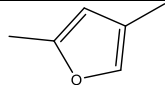
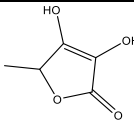
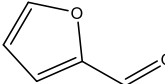
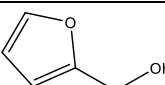
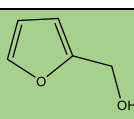
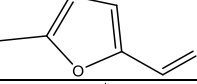
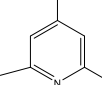
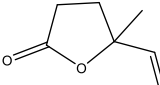
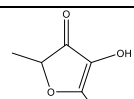
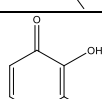
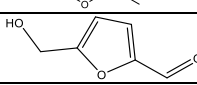
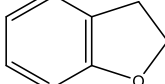
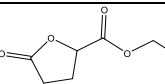
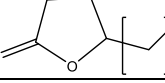
Figure 5.2-17. Concentrations (obtenues en mode full scan) du 2-acétylfurane au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

Hormis ce composé, les seuils de perception des hétérocycles sont généralement relativement élevés pour les gammes de concentrations retrouvées dans les vins de Chardonnay en général (Gambetta *et al.*, 2014), et nos trois vins en particulier. Ces arômes ne peuvent donc pas contribuer, en l'absence de phénomènes de synergie, au profil aromatique de nos échantillons.

Analyse comparative moût-vin 2017

Puisque ces composés apparaissent principalement durant la fermentation et le vieillissement du vin, il est normal que leur concentration totale dans le moût soit inférieure à celle observée dans le vin. On retrouve uniquement la 2,4,6-triméthylpyridine et le 5-dodecyloxolan-2-one en concentration supérieure dans le moût. Aucune information n'a été trouvée concernant ces molécules dans la littérature.

Tableau 5.2-7. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des hétérocycles (O, N, S) du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Famille des hétérocycles (O, N, S)														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP- Sil 5 CB)	Concentra- tion moût 2017 (ppm)	Concentra- tion vin 2015 (ppm)	Concentra- tion vin 2016 (ppm)	Concentra- tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
2,4-Dimethylfuran		7,544	707	nd	nd	0,009 ^{IST}	nd		MS	96/67/95 /53/41	/	/	96/67/95 /43/53	/
1,4-Diazabenzene <i>Pyrazine</i> B45		-	732	[nd]	[0,947 ^{IST}]	[0,688 ^{IST}]	[d]		[SIM]	[80; 53]	/	/	/	/
3,4-Dihydroxy-5-methyl- dihydrofuran-2-one		8,966	750	nd	nd	0,010 ^{IST}	nd		MS	60/73/42 /29/70	/	/	60/45/42 /55,1/41,1	/
Furan-2-carbaldehyde <i>Furfural</i> C7		11,08	810	nd	2,548 [1,505 ^{IST}]	1,558 [0,811 ^{IST}]	1,364 [0,712 ^{IST}]	Amande ¹ [14,1] ^{1b}	IR,MS,[SIM]	96/95/39 /38/29 [96; 95]	/	96/95/97 /67/40,1	96/95/67 /97/40,1	96/95/67 /97/40,1
2-Furanmethanol <i>Furfural</i> C8		12,13	830	[0,004 ^{IST}]	[tr]	0,040 [0,032 ^{IST}]	0,386 [0,068 ^{IST}]	Brulé ² [8] ²	IR,MS,[SIM]	98/41/53 /81/39 [98 ;97]	/	/	98/97/81 /41,1/69	98/97/81 /41,1/69,1
2-Acétylfurane C9		15,14	887	nd	0,020	0,023	0,016	Sucré, caramélisé, cacao, amande ⁵ [0,01] ^{5a}	IR,MS	95/110/39 /43/38	/	95/110/43 /67/56	95/110/43 /133/151	95/110/43 /59,1/99
5-Méthylfurfural C13		18,47	934	nd [nd]	0,261 ^{IST} [0,221 ^{IST}]	0,259 [0,143 ^{IST}]	0,144 ^{IST} [0,109 ^{IST}]	Chaud, épicé ¹ [20] ¹	[SIM]	110/109/53 /27/39 [110; 109]	/	110/109/53,1 /81/111	110/109/53 /81/111	110/109/53,1 /111/81
2,4,6-Trimethylpyridine		18,99	941	0,006 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	121/79/120 /106/39	121,1/57/43 /120,1/79	/	/	/
5-Ethenyl-5- methyloxolan-2-one <i>Lavende lactone</i>		24,40	1007	0,006 ^{IST}	nd	nd	0,021 ^{IST}		MS	99/43/27 /28/29	111/55/43 /67,1/71	/	/	111/43/55 /71,1/67,1
Furaneol C4		-	1026	[nd]	[nd]	[nd]	[d]	Sucré, coton, bonbon, caramel fraise ⁵	[SIM]	[128; 85]	/	/	/	/
Maltol C2		-	1189	[nd]	[nd]	[tr]	[nd]	Caramel ^{2,5}	[SIM]	[126; 97]	/	/	/	/
5-Hydroxymethylfurfural C12		-	1189	[d]	[nd]	[nd]	[nd]	Gras, beurre, moisi ⁵	[SIM]	[97; 126]	/	/	/	/
2,3-Dihydro-1- benzofuran <i>Coumaran</i> G207		45,54	1197	nd	nd	nd	0,137 ^{IST}		MS	120/91/119 /92/39	/	/	/	120/91/119 /121/65
5 Oxotetrahydrofuran-2- carboxylate d'éthyle		52,10	1248	nd	0,061 ^{IST}	nd	0,120 ^{IST}		MS	85/29/27 /86/57	/	85/86/57,1 /55/41	/	85/86/57,1 /55/56,1
5-Dodecyloxolan-2-one <i>Gamma palimtolactone</i>		57,50	1290	0,012 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	85/55/43 /69/41	43/85/123,1 /83,1/55,1	/	/	/

Légende: ¹Gambetta *et al.* (2014), ²Pubchem (Open Chemistry Database), ³Bartowsky *et al.* (2009) ⁴Guth (1997) ⁵The Good Scents Company ⁶Campo *et al.* (2006) ⁷Ferreira *et al.* (2005) ⁸Tal *et al.* (2007). ^aeau ^bsolution aqueuse d'éthanol à 11% contenant 7g/L de glycérol et 5g/L d'acide tartrique ^csolution aqueuse d'éthanol à 10% ^dsolution aqueuse d'éthanol à 10% contenant 7 g/L de glycerine à pH 3.2 ^evin blanc neutre ^fvin ^gsolution hydroalcoolique.

5.2.9 Terpénoïdes et dérivés des caroténoïdes identifiés dans les extraits de moût et de vins de Chardonnay du domaine des Marnières

Analyse verticale

De manière générale, on retrouve une concentration un peu plus élevée en terpénoïdes et dérivés de caroténoïdes dans les vins 2016 et 2017. Seule la concentration du linalol (*figure 5.2-18*) se trouve au-dessus de son seuil de perception (0,025 ppm) pour les trois millésimes, en cohérence avec la gamme de 0,002-0,142 ppm annoncée par Gambetta *et al.* (2014).

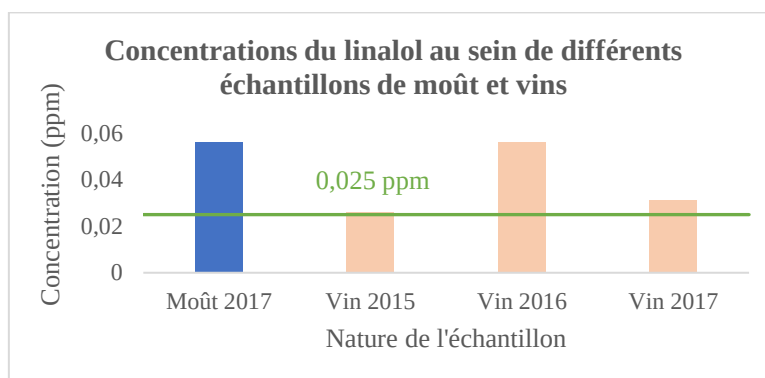


Figure 5.2-18. Concentrations (obtenues en mode SIM) du linalol au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

Analyse comparative moût-vin 2017

Lee et Noble (2003) confirment la présence du linalol dans le raisin et dans le vin. Ils soulignent également la sensibilité du linalol à l'acidité et à l'augmentation de la température. Dans de telles conditions, il est dégradé. Dans le vin 2017, sa concentration est inférieure à celle observée dans le moût. De manière étonnante, nous mesurons une concentration en linalol beaucoup plus élevée dans le millésime 2016 (0,056 ppm) pourtant décrit comme étant de maturité insuffisante. Selon Lee et Noble (2003), le linalol serait pourtant absent dans le raisin non mûr mais sa concentration augmenterait avec la maturité puis ensuite à nouveau diminuerait. Alors que la plupart des composés aromatiques sont localisés dans la peau du raisin, le linalol est bien réparti entre le jus et la peau. De plus, le linalol peut être stocké dans le raisin sous forme liée, ce sont les précurseurs d'arômes de type glucoside. Le linalol et l' α -terpinéol sont caractéristiques de certains cépages tels que le Gewurztraminer et le Muscat. Le Chardonnay est quant à lui beaucoup moins riche en ces composés.

Le (3R,6S)-2,2,6-triméthyl-6-vinyltetrahydro-2H-pyran-3-ol se trouve quant à lui uniquement dans le moût 2017.

La β -damascenone, dont le seuil de perception est extrêmement faible (0,00005 ppm), a été détecté en SIM à l'état de trace dans le moût et dans le vin 2017. Elle pourrait dépasser son seuil de perception malgré sa concentration très faible. Gambetta *et al.*, (2014) renseignent des gammes de concentrations (0,066 et 0,17 ppm) supérieures à celles que nous avons mesurées. Nos résultats ne sont pas cohérents avec l'hypothèse de Lee *et al.* (2007) selon laquelle les concentrations de β -damascenone seraient plus élevées dans des climats plus froids.

Tableau 5.2-8. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des terpénoïdes et dérivés des caroténoïdes du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Famille des terpénoïdes et dérivés des caroténoïdes														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP- Sil 5 CB)	Concentra- tion moût 2017 (ppm)	Concentra- tion vin 2015 (ppm)	Concentra- tion vin 2016 (ppm)	Concentra- tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
Myrcène D37		-	986	[nd]	[d]	[d]	[tr]	Poivre, terpènes, épice ⁵	[SIM]	[93;69]	/	/	/	/
3,7-Dimethylocta-1,6- dien-3-ol <i>Linalol</i> D20		32,58	1087	<u>0,068</u> [0,056] ^{IST} 1	<u>0,047</u> [0,026] ^{IST} 1	<u>0,062</u> [0,056] ^{IST} 1	<u>0,085</u> [0,031] ^{IST} 1	Fruit, agrume ¹ [0,025] ^{1b}	IR, MS	71/93/55 /43/41	71/93,1/55 /43/69,1	71,1/93,1/55,1 /69,1/43,1	71/93,1/55,1 /69,1/43,1	71,1/93/55,1 /69,1/43
[3R,6S)-2,2,6-Trimethyl- 6-vinyltetrahydro-2H- pyran-3-ol		36,69	1123	0,027 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	68/59/94 /67/43	68,1/94/67 /59,1/43	/	/	/
(4R)-1-Methyl-4-(prop- 1-en-2-yl)-7- oxabicyclo[4.1.0]heptane <i>Limonene epoxyde</i> D23		-	1171	[nd]	[nd]	[nd]	[d]	Agrumes ⁵	[SIM]	[67; 109]	/	/	/	/
2-(4-Methylcyclohex-3- en-1-yl)propan-2-ol <i>α-Terpineol</i> D28		-	1187	[tr]	[tr]	[d]	[0,013 ^{IST}]	Floral, moisi, orange ¹ [0,25] ^{1b}	[SIM]	[93; 136]	/	/	/	/
(E)-3,7-Dimethylocta- 2,6-dien-1-ol <i>Geraniol</i> D35		-	1209	[nd]	[nd]	[tr]	[tr]	Rose ³ [5] ³	[SIM]	[69; 123]	/	/	/	/
Methyl (E)-3,7- dimethylocta-2,6- dienoate <i>Methyl Geranate</i> D85		-	1313	[tr]	[nd]	[nd]	[d]	Cireux ⁵	[SIM]	[69; 114]	/	/	/	/
Methyl (E)-3,7- dimethylocta-2,6- dienoate <i>Geranyl acetate</i> D45		-	1364	[nd]	[nd]	[d]	[0,011 ^{IST}]	Floral, rose ⁵	[SIM]	[69; 93]	/	/	/	/
(E)-1-(2,6,6- Trimethylcyclohexa-1,3- dien-1-yl)but-2-en-1-one <i>β-Damascenone</i> F9		-	1376	[tr]	[nd]	[nd]	[d]	Fruit, pomme, pêche ¹ [0,00005] ^{1c}	[SIM]	[69; 121]	/	/	/	/

Légende :¹Gambetta *et al.* (2014), ²Pubchem (Open Chemistry Database), ³Bartowsky *et al.* (2009) ⁴Guth (1997) ⁵The Good Scents Company ⁶Campo *et al.* (2006) ⁷Ferreira *et al.* (2005) ⁸Tal *et al.* (2007). ^aeau ^bsolution aqueuse d'éthanol à 11% contenant 7g/L de glycérol et 5g/L d'acide tartrique ^csolution aqueuse d'éthanol à 10% ^dsolution aqueuse d'éthanol à 10% contenant 7 g/L de glycérine à pH 3.2 ^evin blanc neutre ^fvin ^gsolution hydroalcoolique.

5.2.10 Lactones identifiées dans les extraits de moût et de vins de Chardonnay du domaine des Marnières

Analyse verticale

La (E)-whisky lactone se trouve au-dessus de son seuil de perception dans les vins de Chardonnay du domaine des Marnières des trois millésimes (*figure 5.2-19*). Bien que la (Z)-whisky lactone se trouve en concentration supérieure à la (E)-whisky lactone dans ces trois vins, son seuil de perception, beaucoup plus élevé, n'est quant à lui pas atteint. Les gammes de concentrations pour les vins de Chardonnay, à savoir 0,010 à 1,355 ppm pour la (E)-whisky lactone et 0,033 à 0,382 ppm pour la (Z)-whisky lactone (Gambetta *et al.* 2014) sont cohérentes avec nos analyses. L'intensité de l'arôme de noix de coco dans les vins de Chardonnay serait corrélée à la concentration en (E)-whisky lactone.

On retrouve trois fois plus de (E)-whisky lactone en 2016 qu'en 2015 et 2017. Il est possible que le vin du millésime 2016 ait été stocké dans des fûts de chêne plus jeunes. Ce n'est par contre pas le cas pour la (Z)-whisky lactone qui présente la concentration la plus élevée en 2017.

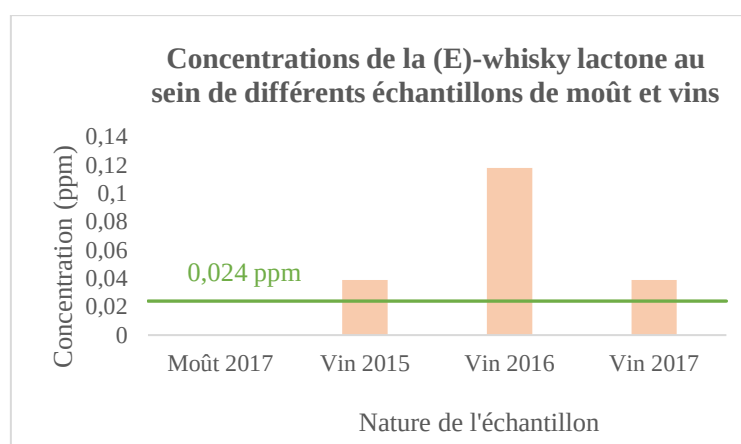


Figure 5.2-19. Concentrations (obtenues en mode full scan) de la (E)-whisky lactone au sein de différents échantillons de moût et de vins des Marnières (Chardonnay). Seuil de perception repris en vert.

Les autres lactones retrouvées telles que la pantolactone, le tetrahydro 2H-pyran-2-one, la γ -decalactone, la γ -nonalactone et la δ -decalactone sont présentes uniquement à l'état de trace ou à peine détectable.

Analyse comparative moût-vin 2017

Même si certaines lactones peuvent provenir du raisin, aucun composé de cette famille d'arôme n'a été retrouvé dans le moût à des concentrations dépassant la limite de détection, même s'ils étaient présents à l'état de trace.

5.2.11 Dérivés halogénés identifiés dans les extraits de moût et de vins de Chardonnay du domaine des Marnières

Le 1,1,2,2-tétrachloroéthane a été trouvé uniquement dans le vin 2016 et dans le moût 2017. Marchand (2005) indique que ce composé est un polluant organique.

Tableau 5.2-9. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des lactones du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Famille des lactones														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP-Sil 5 CB)	Concentra- tion moût 2017 (ppm)	Concentra- tion vin 2015 (ppm)	Concentra- tion vin 2016 (ppm)	Concentra- tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
3-Hydroxy-4,4-dimethyloxolan-2-one <i>Pantolactone</i>		23,81	1001	nd	nd	tr	nd		MS	71/43/41 /57/29	/	/	71 ,1/43,1 /41,1 /73/57,1	/
Tetrahydro 2H-pyran-2-one		24,55	1009	nd	tr	nd	nd		MS	42/41/56 /27/39	/	42/41/56,1 /100/55,1	/	/
(E)-5-Butyl-4-methyloxolan-2-one (<i>E</i>) <i>Whisky lactone</i> E12		53,46	1259	nd	<u>0,039</u> ^{IST}	<u>0,118</u> ^{IST}	<u>0,039</u> ^{IST}	Noix de coco ¹ [0,024] ^{1e}	IR, MS	99/43/42 /41/27	/	99/71,1/69,1 /43/42,1	99/71/69,1 /43,1/87,1	99/71/69,1 /42,1/87,1
(Z)-5-Butyl-4-methyloxolan-2-one (<i>Z</i>) <i>Whisky lactone</i> E12		57,40	1290	nd	0,042 ^{IST}	0,041 ^{IST}	0,060 ^{IST}	Noix de coco, châene ¹ [0,172] ^{1e}	IR, MS	99/41/42 /43/27	/	99/87/69,1 /71,1/42,1	99/71/69,1 /87,1/42,1	99/71/69,1 /87/42,1
5-Hexyloxolan-2-one <i>γ-Decalactone</i> E6		-	1444	[tr]	[tr]	[tr]	[tr]	Fruité, pêche, crème, gras ⁵	[SIM]	[85; 128]	/	/	/	/
Nonano-1,4-lactone <i>γ-Nonalactone</i> E8		-	1337	[tr]	[d]	[nd]	[tr]	Sucré, crème, noix de coco, gras, beurre ⁵	[SIM]	[85; 100]	/	/	/	/
Decano-1,5-lactone <i>δ-Decalactone</i> E3		-	1473	[nd]	[tr]	[tr]	[tr]	Sucré, crème, lait, noix de coco ⁵	[SIM]	[99; 114]	/	/	/	/
δ-Dodecalactone E4		-	1696	[tr]	[nd]	[nd]	[nd]	Gras, sucré, abricot, pêche, lait, beurre ⁵	[SIM]	[99; 114]	/	/	/	/

Légende :¹Gambetta *et al.* (2014), ²Pubchem (Open Chemistry Database), ³Bartowsky *et al.* (2009) ⁴Guth (1997) ⁵The Good Scents Company ⁶Campo *et al.* (2006) ⁷Ferreira *et al.* (2005) ⁸Tal *et al.* (2007). ^aeau ^bsolution aqueuse d'éthanol à 11% contenant 7g/L de glycérol et 5g/L d'acide tartrique ^csolution aqueuse d'éthanol à 10% ^dsolution aqueuse d'éthanol à 10% contenant 7 g/L de glycerine à pH 3.2 ^evin blanc neutre ^fvin ^gsolution hydroalcoolique.

Tableau 5.2-10. Récapitulatif des différentes molécules aromatiques appartenant à la famille des dérivés halogénés du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Famille des dérivés halogénés														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP-Sil 5 CB)	Concentra- tion moût 2017 (ppm)	Concentra- tion vin 2015 (ppm)	Concentra- tion vin 2016 (ppm)	Concentra- tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
1,1,2,2-Tetrachloroethane J100		13,33	853	0,053 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	83/85/95 /60/61	82,9/84,9/94,9 /130,9/132,9	/	/	/

Légende :¹Gambetta *et al.* (2014), ²Pubchem (Open Chemistry Database), ³Bartowsky *et al.* (2009) ⁴Guth (1997) ⁵The Good Scents Company ⁶Campo *et al.* (2006) ⁷Ferreira *et al.* (2005) ⁸Tal *et al.* (2007). ^aeau ^bsolution aqueuse d'éthanol à 11% contenant 7g/L de glycérol et 5g/L d'acide tartrique ^csolution aqueuse d'éthanol à 10% ^dsolution aqueuse d'éthanol à 10% contenant 7 g/L de glycerine à pH 3.2 ^evin blanc neutre ^fvin ^gsolution hydroalcoolique.

5.2.12 Autres composés identifiés dans les extraits de moût et de vins de Chardonnay du domaine des Marnières

Le tableau de ces composés se trouve en *annexe VII*. Très peu de seuils de perception sont renseignés dans la littérature. Il est donc difficile d'imaginer leur influence dans le bouquet aromatique d'un vin.

5.3 Analyses sensorielles des échantillons des vins de Chardonnay 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières

Le *tableau 5.3-1* reprend les résultats obtenus lors de l'analyse sensorielle réalisée par neuf dégustateurs sur les vins de Chardonnay des millésimes 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières. Les descripteurs sont soulignés en traits discontinus lorsqu'ils ont été perçus par deux dégustateurs et en trait plein lorsqu'ils ont été perçus par trois dégustateurs ou plus.

Tableau 5.3-1. Analyses sensorielles réalisées sur les échantillons de vin de Chardonnay du domaine des Marnières des années 2015, 2016 et 2017.

	<u>Cuvée Thomas</u> <u>Vin 2015</u>	<u>Cuvée Benjamin</u> <u>Vin 2016</u>	<u>Cuvée Sophie</u> <u>Vin 2017</u>
Premier nez	Noisette, ananas, <u>fruit rouge</u> , <u>herbe</u> , pêche, acide, raisin pas mûr, citron, chêne	<u>Verdure</u> , colle, <u>fruité</u> , fruit rouge, miel, raisin, <u>beurre</u> , boisé, noisette, vanille, pomme verte	Beurre, colle, fruité, légèrement piquant, pomme, agrumes, pêche, miel, vanille, amande, <u>herbe</u> , savon
Second nez	Noisette, <u>ananas</u> , fleurs blanches, beurre, colle, fruit, pêche, fruits rouges, vanille, herbacé, chêne, terreux	Agrume, <u>bois</u> , <u>beurre</u> , colle, fruit rouge, pêche, herbacé	Floral, noisette, beurre, colle, fruit mûr, <u>pomme verte</u> , <u>pêche</u> , vanille
En bouche	Noisette, <u>beurre</u> , fleurs blanches, <u>acidité pas trop marquée et agréable</u> , colle, fruits mûrs, <u>côté doux/sucré</u> , miel, abricot sec, <u>pêche</u> , piquant, arrière-gout de bouillon, <u>fût de chêne</u>	<u>Très acide</u> , agrume, <u>beurre</u> , <u>piquant</u> , vanille, pêche, un peu sucré, tabac/fumée, pomme, tient bien en bouche	<u>Acidité marquée</u> , <u>noisette</u> , fleurs blanches, whisky, noix de coco, <u>sucré</u> , pêche, <u>beurre</u>

Le *tableau 5.3-2* reprend les différents composés dont la concentration est supérieure à leur seuil de perception respectif dans au moins un des quatre échantillons étudiés.

Tableau 5.3-2. Composés retrouvés au-dessus de leur seuil de perception et leurs odeurs correspondantes dans les différents échantillons de moût et vins.

	Odeur	Threshold	Moût 2017	Vin 2015	Vin 2016	Vin 2017
3-Méthylbutan-1-ol	Sec, whisky, malt, brûlé	30	[0,063 ^{IST}]	[31,481 ^{IST}]	[15,152 ^{IST}]	[34,091 ^{IST}]
Acétylacétone	Doux	0,01	0,102	nd	0,291	nd
Diacétyl	Beurre, crème	0,01	nq	nq	nq	nq
Phénylacétaldéhyde	Miel, sucré, floral	0,001	[nd]	[0,014 ^{IST}]	[d]	[0,002 ^{IST}]
Nonanal	Orange, rose	0,0007	nd	nd	0,017 ^{IST}	nd
Hex-2-enal	Vert, banane, solvant	0,017	0,078	nd	nd	nd
Isobutyrate d'éthyle	Fraise	0,015	[nd]	[0,015 ^{IST}]	[0,027 ^{IST}]	[0,017]
Butanoate d'éthyle	Fruité, fraise	0,02	[nd]	[146 ^{IST}]	[0,208 ^{IST}]	[0,167 ^{IST}]
Lactate d'éthyle-(S)	Beurré, sucré, fruité	14	[tr]	[18,076 ^{IST}]	[5,520 ^{IST}]	[18,715 ^{IST}]
Hexanoate d'éthyle	Pomme verte, fruité, frais	0,014	[nd]	[0,425 ^{IST}]	[0,535 ^{IST}]	[0,518 ^{IST}]
Octanoate d'éthyle	Fruité, sucré	0,005	[nd]	[0,627 ^{IST}]	[0,951 ^{IST}]	[0,781 ^{IST}]
2-Phénylacétate d'éthyle	Floral, miel, rose	0,075	nd	0,136	0,230	0,142
Décanoate d'éthyle	Huileux, fruité, floral	0,2	[nd]	[0,164 ^{IST}]	[0,351 ^{IST}]	[0,316 ^{IST}]
Acétate de 3-méthylbutyle	Banane, poire	0,03	nd	[0,815 ^{IST}]	[1,733]	[0,847 ^{IST}]
Acide hexanoïque	Rance, âcre, vert	0,42	[0,029 ^{IST}]	[1,772 ^{IST}]	[1,161 ^{IST}]	[3,035 ^{IST}]
Acide octanoïque	Animal, épicé, fromage	0,5	[0,006 ^{IST}]	[1,825 ^{IST}]	[3,515 ^{IST}]	[4,252 ^{IST}]
Acide décanoïque	Vinaigre, animal, gras	1	nd	1,909	6,884	10,970
2-Acétylfurane	Sucré, caramélisé, cacao, amande	0,01	nd	0,020	0,023	0,016
Linalol	Fruit, coriandre, floral	0,025	[0,056 ^{IST}]	[0,026 ^{IST}]	[0,056 ^{IST}]	[0,031 ^{IST}]
β-damascenone	Fruit, pomme, pêche	0,00005	[tr]	[nd]	[nd]	[d]
(E)-Whisky lactone	Noix de coco	0,024	nd	0,039 ^{IST}	0,118 ^{IST}	0,039 ^{IST}

*nq signifie que le composé n'a pas été quantifié dans nos extraits.

Notons que de nombreux composés possèdent des odeurs similaires. N'oublions pas non plus que de nombreuses valeurs de seuil de perception ne sont pas connues et que certaines de ces molécules contribuent probablement à l'aromaticité du vin. Il est dès lors très difficile d'attribuer avec certitude une molécule chimique à un descripteur d'analyse sensorielle. L'analyse GC-O (Gas Chromatography-Olfactometry) serait intéressante pour confirmer le rôle de certaines molécules. Elle permettrait également de comparer les odeurs perçues à celles identifiées lors de l'analyse sensorielle puisqu'elle permet d'isoler les molécules individuellement.

L'arôme de fleur du phénylacétaldéhyde a été identifié au second nez et en bouche pour le vin 2015 et le vin 2017 lors de la dégustation en salle d'analyse sensorielle. Le 2-phénylacétate d'éthyle et le décanoate d'éthyle possèdent également un arôme floral. Le vin 2016 est celui qui présente la concentration la plus élevée en ces deux composés. Concernant l'arôme sucré du phénylacétaldéhyde, de nombreux dégustateurs l'ont recensé lors de l'analyse sensorielle. Différents fruits peuvent également être associés à ce composé.

L'arôme de miel semble être caractéristique de deux molécules, le phénylacétaldéhyde et son ester correspondant, le phénylacétate d'éthyle. Lors de l'analyse sensorielle, il a été perçu par un dégustateur en bouche dans le vin 2015 et au premier nez dans les vins 2016 et 2017.

Le nonanal aux arômes d'orange et de rose a été identifié au-dessus de son seuil de perception uniquement dans le vin 2016. Un dégustateur a retrouvé l'arôme d'orange (identifiée comme arôme d'agrumes) dans le vin 2016 au 2^{ème} nez et en bouche.

Le linalol, dont la concentration excède le seuil de perception dans les 3 vins possède un arôme de coriandre et de lavande. Aucun de ces descripteurs ne ressort de l'analyse sensorielle.

La famille des esters et le 3-méthylbutan-1-ol participent globalement au potentiel aromatique du vin au travers des descripteurs de fruits rouges, pêche, ananas et pomme. Le terme sucré, recensé par les dégustateurs dans les trois vins peut également provenir de ces différents esters ainsi que du 2-acétylfurane.

L'arôme de pomme verte associé à l'hexanoate d'éthyle a été retrouvé par de nombreux dégustateurs au premier et second nez dans le vin 2017. C'est en effet dans ce millésime que la concentration est la plus élevée. La β -damascenone dont la concentration se trouve probablement au-dessus de son seuil de perception pourrait également participer à l'arôme de pomme.

L'arôme de beurre a été identifié par de nombreux dégustateurs dans les trois vins (1^{er} et 2^{ème} nez ainsi qu'en bouche). Le lactate d'éthyle-(S) est un composé qui présente cette note beurrée. Cependant, sa concentration est inférieure au seuil de perception dans le vin 2016. Le diacétyle, qui n'a pas pu être quantifié participe très certainement aussi à cette note beurrée.

L'acide hexanoïque qui possède un arôme de verdure/herbacé et dont la concentration est supérieure au seuil de perception dans les trois vins a été perçu dans les vins des trois millésimes

lors de l'analyse sensorielle. Les odeurs plutôt désagréables de l'acide décanoïque n'ont heureusement pas été retrouvées lors de l'analyse sensorielle.

La (E)-whisky lactone à l'odeur de noix de coco a été retrouvée dans les 3 vins. Cependant, lors de l'analyse sensorielle, cette odeur a été identifiée uniquement en bouche dans le vin 2017. D'après Gambetta *et al.* (2014), la (Z)-whisky lactone possède une odeur boisée. Il est possible que les dégustateurs perçoivent l'odeur de la (E)-whisky lactone mais l'associent directement à des odeurs de bois dans les 3 vins.

Le 2-acétylfurane aux arômes de caramel, de cacao et d'amande se retrouve au-dessus de son seuil de perception dans les trois vins. L'odeur d'amande a été identifiée lors de la dégustation au premier nez du Chardonnay 2017. Des odeurs de noisette ont été retrouvées dans les trois vins et correspondent peut-être à ce composé. Remarquons cependant que concernant les descripteurs aromatiques de noisette, Gros *et al.* (2017) ont récemment identifié 5 pyrroles (1-ethylpyrrole-2-carboxaldehyde, 1H-pyrrole, 2-acetyl-1H-pyrrole, 1-methylpyrrole-2-carboxaldehyde et 1H-pyrrole-2-carboxaldehyde) rappelant cet arôme dans les vins de Chardonnay. Malgré le fait que ces composés soient présents en plus grande quantité dans les vins de Chardonnay que dans des vins issus d'autres cépages, leurs concentrations dans les vins de Chardonnay sont bien souvent en dessous de leurs seuils de perception. Ces auteurs ont fait remarquer que ce sont surtout les méthanes thiols dérivés de ces pyrroles qui participent à l'arôme de noisette des vins de Chardonnay et particulièrement le 1-methylpyrrole-2-methanethiol et le 1-ethylpyrrole-2-methanethiol. Ces deux composés possèdent des seuils de perception de 0,7 et 1,4 ppt qui permettent de percevoir l'arôme à des concentrations 10^7 à 10^6 fois plus basses que leurs pyrroles carboxaldéhydes correspondants (Gros *et al.*, 2017). Trois de ces pyrroles ont été recherchés dans nos extraits de moût et vins en mode SIM, le 1-ethylpyrrole-2-carboxaldehyde, le 1-methylpyrrole-2-carboxaldehyde et le 1H-pyrrole-2-carboxaldehyde. Le *tableau 5.3-3* ci-dessous reprend les caractéristiques de ces composés ainsi que leurs quantifications au sein de nos extraits.

Seul le 1-methylpyrrole-2-carboxaldehyde a été retrouvé dans nos extraits de vins, à des concentrations de 1,190 ppb dans le vin 2015, 0,465 ppb dans le vin 2016 et 0,638 ppb dans le vin 2017. Ce composé n'a par contre pas été retrouvé dans le moût. Sa conversion en méthane thiol pourrait donc se produire dans nos échantillons de vin et participer à l'odeur de noisette retrouvée lors de l'analyse sensorielle. La droite de calibration de ce composé se trouve à l'*annexe VI* à la *figure VI-51*.

Tableau 5.3-3. Caractéristiques des trois pyrroles recherchées en mode SIM dans le moût 2017 et les vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Nom	Code Kovats	Ions majoritaires (m/z)	Ions recherchés (m/z)	Tr (min)	Concentration (ppb)		
					Vin 2015	Vin 2016	Vin 2017
1H-Pyrrole-2-carboxaldehyde	B87	95 ; 94 ; 66	95 ; 94	21,6	nd	nd	nd
1-Méthylpyrrole-2-carboxaldehyde	B107	109 ; 108 ; 80	109 ; 108	22,04	1,190	0,465	0,638
1-Ethylpyrrole-2-carboxaldehyde	B108	123 ; 94	123 ; 94	26,35	nd	nd	nd

Au vu des faibles seuils de perception de ces thiols aux odeurs de noisette, confirmer leurs présences après obtention de standards de synthèse apporterait de belles informations.

Outre l'extraction SAFE, une autre extraction spécifique aux thiols (à savoir la technique pHMB décrite au § 3.6.2) a permis la détection de trois thiols présents dans notre extrait de vin 2016. Notons que l'extraction a uniquement été réalisée pour ce vin. Les pics de ces trois composés, le 2-sulfanylethanol (2SEOI), le 3-sulfanylpropylacétate et le 3-sulfanylhexylacétate, sont illustrés dans le chromatogramme de la figure 5.3-1. Ces composés n'ont cependant pas pu être quantifiés.

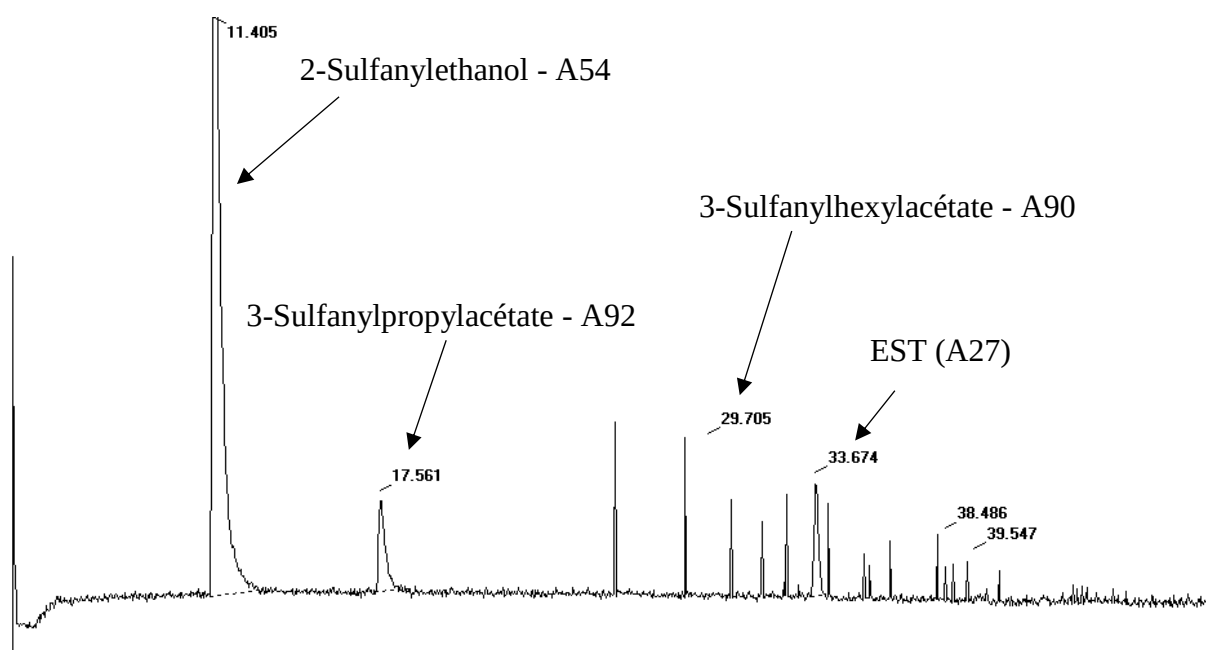


Figure 5.3-1. Chromatogramme de l'extrait du vin 2016 du domaine des Marnières obtenu grâce à la technique pHMB.

D'après Moreira *et al.* (2002) et Tominaga *et al.* (1998), le 2SEOI possède une odeur désagréable (de volaille) mais sa concentration retrouvée dans le vin est généralement bien en dessous de son seuil de perception. Le 3-sulfanylpropylacétate possède une odeur de rôti et de viande (Bailly *et al.*, 2009 et Tominaga *et al.*, 1998). Le 3-sulfanylhexylacétate possède un seuil de perception très bas à savoir 60 ppt et un arôme de buis et de fruit de la passion (Gambetta *et*

al., 2014). Le 3-sulfanylhexanol conjugué est converti en 3-sulfanylhexanol et en 3-sulfanylhexylacétate durant la fermentation alcoolique (Allen *et al.*, 2011). Deux types de 3-sulfanylhexanol conjugués ont été identifiés, le S-3-(hexan-1-ol)-l-cystéine (Cys-3SHol) et le S-3-(hexan-1-ol)-glutathioné (GSH-3SHol) (Winter *et al.*, 2011). Si l'on s'intéresse aux analyses sensorielles (§ 5.3), les odeurs de volaille, de viande et de rôti n'ont pas été mentionnées par les dégustateurs. L'odeur de fruit de la passion pourrait correspondre aux arômes de fruits et de sucré décrits par les dégustateurs.

Les pics dont les temps de rétentions sont de 38,48 et 39,54 pourraient néanmoins correspondre au 3S4MPol et au 3SHol respectivement. Cependant, nous émettons une grande réserve quant à la détection de ces composés étant donné les nombreux pics anormaux, observables à la *figure 5.3-2*, liés à un problème de détecteur.

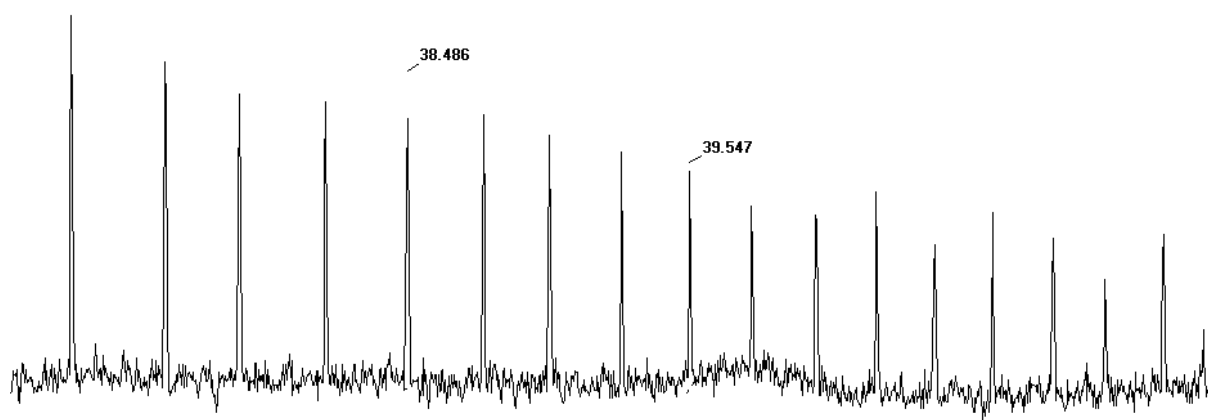
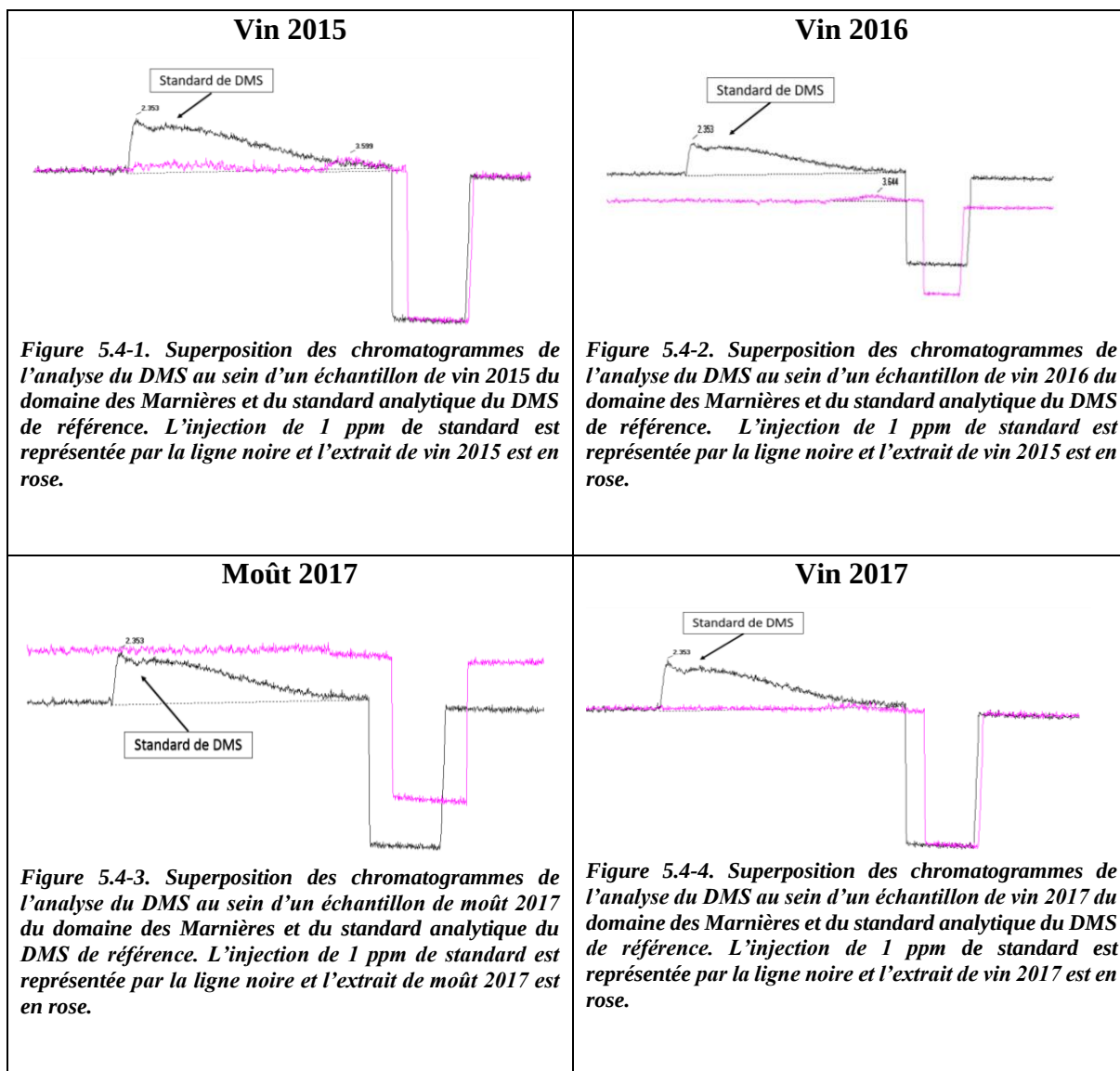


Figure 5.3-2. Partie de chromatogramme de l'extrait du vin 2016 du domaine des Marnières obtenu grâce à la technique pHMB contenant une succession de pics anormaux.

5.4 Détection du DMS dans les échantillons de moût 2017 et de vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières

Le DMS a été recherché dans nos 4 extraits SAFE de moût et de vins. Un standard de DMS a été injecté à une concentration de 1 ppm afin de connaître le temps de rétention exact de ce composé. Le pic obtenu a ensuite été comparé aux pics sortant au même moment dans nos différents extraits. Les *figures 5.4-1 à 5.4-4* illustrent les chromatogrammes obtenus pour ces différentes analyses. La courbe noire représente l'injection du standard de 1 ppm tandis que la courbe rose représente l'échantillon de moût ou de vin analysé.



Le DMS a été bien détecté dans le vin 2015 (état de trace dans les vins 2016 et 2017). Il n'apparaît par contre pas dans le chromatogramme de l'extrait de moût 2017. Compte tenu du facteur de concentration de 100 entre le vin et l'extrait, et par comparaison à notre standard de 1 ppm, on peut supposer avoisiner les 0,0005 ppm dans le vin 2015. Le seuil de perception est évalué entre 0,022 et 0,6 ppm. Son arôme de truffe, d'asperge, de maïs et de mélasse n'a pas été mentionné par les dégustateurs lors de l'analyse sensorielle (*tableau 5.3-1*). Cela est logique puisque les concentrations dans nos échantillons sont inférieures au seuil de perception du composé.

Escudero *et al.* (2007) soulignent que le DMS participe aux arômes du vin lorsqu'il est associé aux esters éthyliques et à la β -damascénone dans les vins rouges qui étaient la matrice de leur étude. Par contre, selon San-Juan *et al.* (2011), associé à l'hexan-1-ol et au méthanthiol, le DMS participe à l'apport de notes végétales au vin.

L'absence de DMS dans le moût est cohérente puisqu'il est formé lors de la fermentation à partir de précurseurs soufrés. Dans le raisin et le moût, on parle de potentiel en DMS (PDMS). La S-méthylmethionine a été identifiée comme le principal précurseur du DMS présent dans le raisin. Différents facteurs influencent les teneurs en PDMS dont les contraintes hydriques qui lorsqu'elles sont plus faibles après véraison, permettent d'augmenter les teneurs en PDMS (Dagan et Schneider, 2012).

6. Discussion commune

6.1. Lien entre les teneurs en azote assimilable des moûts des quatre parcelles d'étude et les propriétés physico-chimiques et biologiques des sols

Le *tableau 6.1-1* ci-dessous déjà présenté dans le *paragraphe 5.1.3* permet à nouveau d'observer les teneurs en azote assimilable obtenues pour les moûts des différentes parcelles étudiées. Deux catégories se distinguent ; les moûts carencés en azote que l'on retrouve en Italie et les moûts contenant un excès d'azote observés en Belgique.

Tableau 6.1-1. Teneurs en azote assimilable des moûts 2017 du domaine des Marnières, du « vignoble A » et des parcelles Pianelli et Gilberto du domaine de Terracuda.

Échantillon	Teneur en azote assimilable
Moût 2017 Domaine des Marnières	392 mg/L
Moût 2017 Vignoble A	400 mg/L*
Moût 2017 Terracuda - parcelle Pianelli	59 mg/L *
Moût 2017 Terracuda - parcelle Gilberto	85 mg/L *

* Mesures réalisées indépendamment du laboratoire INBR

Selon l'expérience de respirométrie, « le vignoble A » est celui qui émet les quantités les plus faibles de CO₂ par gramme de sol sec. Les sols des trois autres parcelles en émettent davantage et en quantités plus ou moins semblables. Pourtant, le « vignoble A » est celui dont la teneur en azote assimilable est la plus élevée. En revanche, la quantité de CO₂ émise par gramme de C_{org} est la plus élevée au sein du « vignoble A ».

Si l'on s'intéresse plus particulièrement aux paramètres influençant la minéralisation de la MO, plusieurs remarques peuvent être avancées afin d'expliquer ces teneurs en azote assimilable très variables entre les moûts provenant des parcelles étudiées.

Les valeurs du pH du sol des parcelles Gilberto et Pianelli sont généralement supérieures à 8, sans doute relativement élevées pour une minéralisation optimale. Le pH du sol pourrait jouer un rôle dans les faibles teneurs en azote assimilable des moûts italiens. Cependant, les résultats obtenus lors de l'expérience de respirométrie ne montrent pas que ces sols aux pH relativement élevés limitent la minéralisation de la MO.

La teneur en MO est la plus faible dans le « vignoble A ». Cependant cette valeur (3,08 % à la profondeur A) permet de caractériser la parcelle de ce vignoble comme bien dotée en MO tout comme la parcelle Gilberto. Les parcelles Pianelli et celle du domaine des Marnières sont très riches en MO. Dans tous les cas, le réservoir d'azote potentiellement minéralisable est présent et permet d'expliquer les valeurs élevées en azote assimilable des moûts belges. En revanche, le problème en Italie amenant à des teneurs si faibles en azote assimilable semble provenir du processus de minéralisation.

Le rapport C/N qui suppose une minéralisation rapide de la MO dans la parcelle du « vignoble A » pourrait également expliquer la teneur élevée en azote assimilable dans le moût de ce vignoble. En revanche, sur la parcelle Gilberto, ce rapport suggère que la minéralisation est lente, ce qui pourrait expliquer le déficit en azote assimilable du moût. Cependant, l'expérience de respirométrie montrait une bonne minéralisation de l'azote sur cette parcelle dans les conditions de l'expérience à savoir de température et de teneur en eau contrôlées.

La température du sol ne semble pas réellement influencer la minéralisation dans notre cas. Elle pourrait être élevée dans les parcelles italiennes étant donné le climat chaud mais la texture argileuse permet de diminuer la température du sol en comparaison avec un sol plus sableux ou limoneux, sous réserve d'une teneur en eau similaire.

C'est donc principalement la teneur en eau des sols qui jouerait un rôle important dans les faibles teneurs en azote assimilable des moûts italiens. Même si Engelen (2016) soulignait une topographie et des propriétés pédologiques favorisant la rétention en eau sur la parcelle Pianelli, les sécheresses souvent observées en Italie peuvent limiter la teneur en eau du sol. La très faible pluviosité de l'année 2017, voire la sécheresse estivale, a induit un stress hydrique au niveau des vignes et une dynamique de retrait particulièrement intense au niveau des sols, comme en témoignaient la largeur et la profondeur des fentes de retrait en juin-juillet 2017. En effet, la *figure 6.1-1* montre que les précipitations des mois de mai, juin, juillet et août 2017 ont été particulièrement faibles en comparaison avec les deux années précédentes. Ce stress a vraisemblablement déprimé l'activité biologique du sol et donc la minéralisation de l'azote. La parcelle Gilberto dont la topographie est plus propice à un déficit en eau du sol possède une teneur en azote assimilable légèrement plus élevée que la parcelle Pianelli. Cela suggère que la teneur en eau de la parcelle Pianelli est elle aussi limitante. Les valeurs de l'IH discutées dans le § 4.1 sont également plus élevées en 2017 qu'en 2015 et 2016.

Par contre, le sol sableux et les drains installés dans le « vignoble A » ne semblent pas porter préjudice aux besoins en eau des microorganismes effectuant la minéralisation. Sablayrolles *et al.* (2015) confirment que c'est principalement dans les zones méridionales que l'on observe ce type de carences en azote assimilable.

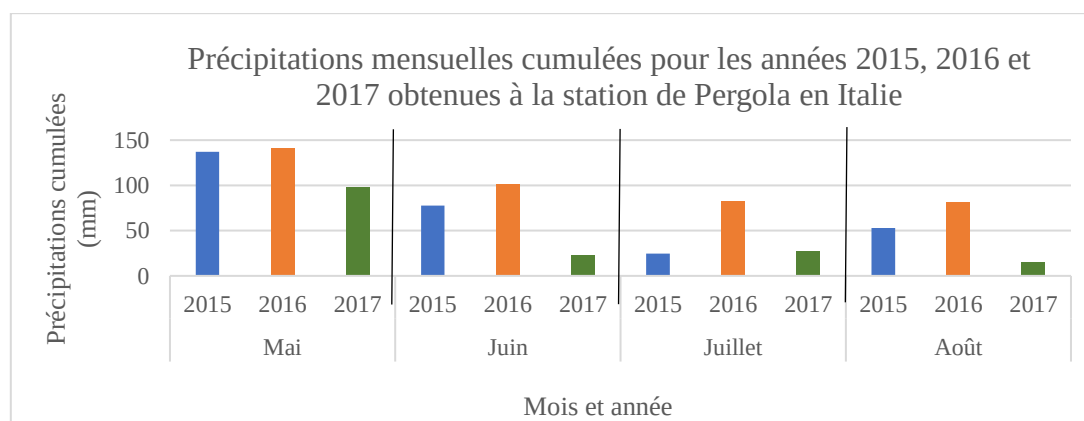


Figure 6.1-1. Précipitations mensuelles cumulées pour les années 2015, 2016 et 2017 obtenues à la station de Pergola.

Notons également que les quatre parcelles étudiées sont enherbées. Le domaine des Marnières est enherbé avec du trèfle et des pissenlits. La parcelle du « vignoble A » est uniquement enherbée entre les rangs de vigne avec du trèfle et un mélange de graminées. La présence d'une légumineuse, qui favorise l'enrichissement du sol en azote par fixation symbiotique de l'azote atmosphérique (Chantelot, 2002), ne semble cependant pas nécessaire étant donné la quantité importante d'azote assimilable du moût. Il serait sans doute opportun de désherber les parcelles italiennes afin de diminuer la compétition en azote et en eau induite par l'enherbement. Une autre solution serait de planter des légumineuses entre les rangs de vigne. En effet, Gontier (2013) souligne le fait que les légumineuses favorisent la disponibilité en azote dans le sol et donc l'alimentation azotée de la plante. Cet auteur fait également remarquer que les teneurs en azote assimilable des moûts sont supérieures dans le cas où des légumineuses sont plantées dans les vignes. Cependant, les effets des légumineuses sur l'azote du sol sont souvent observables après plus d'un an (Chantelot, 2002). En plus d'augmenter la teneur en azote minéralisé dans le sol et en azote assimilable dans le moût, la présence de légumineuses permettrait d'améliorer le rapport C/N du sol et particulièrement celui de la parcelle Gilberto qui est trop élevé.

N'oublions pas non plus que la quantité d'azote minéral présente dans le sol après minéralisation de la matière organique ne reflète pas nécessairement la quantité d'azote absorbée par la vigne. Il est également intéressant de rappeler que la majorité de l'absorption de l'azote du sol par la vigne se déroule seulement après floraison. Or, les échantillons de sols ont été prélevés durant les mois de novembre et décembre. Le statut azoté du sol évalué à ce moment-là, bien que probablement fort semblable, ne correspond pas à celui observé au moment du prélèvement d'azote par la vigne.

L'institut français de la vigne et du vin (2002) fait remarquer que les pulvérisations foliaires d'azote à la véraison peuvent augmenter de manière importante l'azote assimilable retrouvé dans le moût. Par exemple, pour 10 kg d'unité d'azote par hectare, on a en moyenne 50 % de plus d'azote assimilable. Cependant, le vignoble de Terracuda a pratiqué la pulvérisation foliaire d'azote mais elle ne fut pas concluante. Étant donné le coût relativement élevé de cette pratique, ils n'ont pas poursuivi les pulvérisations. Par contre, ils ajoutent de l'azote sous forme de phosphate de diammonium dans leurs moûts. Bell et Henschke (2005) soulignent que l'application d'azote dans le vignoble (directement au sol ou sous forme de pulvérisation foliaire) permet l'augmentation de composés azotés tels que les acides aminés et l'ammonium. Néanmoins, le taux d'augmentation des composés azotés du raisin diminue lorsque le taux d'application d'azote dans le vignoble augmente. La conversion des nitrates en d'autres formes d'azote semble limitée à des hauts taux d'application d'azote dans le vignoble.

Il est important de spécifier que la composition en azote des moûts semble un paramètre important qui influence la formation et l'évolution des composés aromatiques. Cependant, d'autres variables fermentaires affectant la croissance des levures telles que le pH, la température et la concentration en sucre jouent également un rôle important dans l'aspect quantitatif et qualitatif des molécules aromatiques retrouvées dans les vins.

6.2. Ajout d'azote et de levures dans les moûts du domaine des Marnières

La suite de cette discussion se focalisera sur les vins du domaine des Marnières. En effet, l'identification des molécules aromatiques a porté uniquement sur les millésimes 2015, 2016 et 2017 de ce vignoble. De plus, l'azote assimilable du moût a été mesuré au laboratoire INBR pour le moût 2017. Pour les années 2015 et 2016, il n'a pas été mesuré par le vigneron. Il est donc difficile de savoir si cette valeur élevée est liée au millésime ou si elle est récurrente dans ce domaine.

Pour le millésime 2017, le maître de chai a ajouté du sel de levure de la marque Erbslöh (Vitadrive F3) dans son moût avant la fermentation alcoolique à raison de 25 g/hL de moût. La teneur en azote assimilable donnée dans le *tableau 6.1-1* a été mesurée avant cet ajout. Ce sel de levure est un mobilisateur biologique et un nutriment pour les levures œnologiques en phase de réhydratation et permet un départ de fermentation rapide. *Erbslöh* nous indique que ce produit fournit aux levures des acides aminés essentiels, des macros et microéléments ainsi que des vitamines. L'ajout d'azote dans le moût peut se faire sous différentes formes. Ici, c'est sous forme d'acides aminés essentiels qu'il est réalisé. L'azote assimilable disponible pour la fermentation alcoolique est donc supérieur à celui observé dans le *tableau 6.1-1* dû à l'ajout de ce sel de levure contenant des acides aminés.

La gestion de l'alimentation azotée ainsi que le choix de la souche de levure sont des paramètres importants pour la formation de composés aromatiques. Dans le cas du vignoble des Marnières, deux types de levures différentes ont été ajoutées au moût du millésime 2017 afin de réaliser la fermentation alcoolique. Toutes deux sont des souches de *Saccharomyces cerevisiae* (souche la plus souvent renseignée lors des études sur les composés aromatiques et la teneur en azote du moût). La première levure utilisée est la Vialatte Ferm W12. D'après le *site internet de l'institut français de la vigne et du vin*, elle est particulièrement adaptée à l'élevage sur lies, réalisé dans le vignoble des Marnières, car elle possède une bonne capacité à l'autolyse. La seconde levure utilisée est une littolevure.

6.3. Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et les alcools supérieurs retrouvés dans les vins 2015, 2016 et 2017

Comme souligné dans l'état de l'art, deux voies métaboliques différentes interviennent dans la production d'alcools supérieurs. Une réaction de catabolisme faisant intervenir les acides aminés et une réaction d'anabolisme des glucides. Gonzalez et Morales (2017) ainsi que Vilanova *et al.* (2007) font remarquer que la voie principale de synthèse semble être celle à partir des glucides puisque lorsque peu d'acides aminés sont présents dans le moût, on retrouve néanmoins une certaine quantité d'alcools supérieurs (Ferrari, 2002). Bell et Henschke (2005) soulignent que l'excrétion des alcools supérieurs se produit du milieu jusqu'à la fin de la fermentation alors que le stock d'acides aminés est consommé au début de la fermentation durant la phase de croissance des levures. Selon lui aussi, ce sont donc les glucides qui permettraient la majorité de la synthèse des alcools supérieurs et la voie d'Ehrlich serait

minoritaire. Quand il n'y a pas d'acide aminé et que l'ammonium est la seule source d'azote, les alcools supérieurs sont produits mais à de plus faibles concentrations.

Cependant, de nombreux auteurs ont fait des liens entre la production d'alcools supérieurs et la concentration en azote assimilable des moûts.

D'après Hernández-Orte *et al.* (2005), les vins possédant des concentrations importantes en esters et plus particulièrement en esters éthyliques et des concentrations faibles en alcools supérieurs sont associés à des moûts riches en acides aminés. Des exceptions existent cependant. Carrau *et al.* (2008) et Ferrari (2002) soulignent cette corrélation inverse entre la teneur en azote assimilable des moûts et la concentration en alcools supérieurs sauf pour le propan-1-ol. Comme mentionné dans le §5.2.2, le propan-1-ol n'a pas été retrouvé dans nos échantillons mais bien le propan-2-ol. De plus, la concentration retrouvée dans le vin de Chardonnay 2017 (à savoir 0,009 ppm) est inférieure aux gammes de concentrations observées par Gambetta *et al.* (2014) comprises entre 0,04 et 149 ppm. L'hypothèse de Carrau *et al.* (2008) et Ferrari (2002) n'est donc pas vérifiée dans notre cas.

Vilanova *et al.* (2012) fait remarquer que les vins issus de moûts possédant des concentrations élevées en azote assimilable, c'est le cas du vin 2017 du domaine des Marnières, par exemple, possèdent des concentrations supérieures en hexan-1-ol comparés à des vins avec des concentrations normales en azote assimilable. Les vins des années 2015 et 2017 du domaine des Marnières en possèdent une concentration nettement plus élevée que le vin de 2016. En tenant compte de ceci, connaître le taux d'azote assimilable de chaque millésime (naturellement ou après ajout) serait vraiment intéressant.

Selon Vilanova *et al.* (2012), Hernández-Orte *et al.* (2005) et Ferrari (2002), dans les moûts possédant beaucoup d'azote assimilable, on retrouve moins de 2-phényléthanol, de méthionol et d'alcool isoamylique, et plus d'isobutanol. Le 2-phényléthanol et l'alcool isoamylique se trouvent à des concentrations supérieures dans le vin 2017 comparativement au vin 2016. Les concentrations retrouvées dans le vin 2015 se situent entre les deux. Le méthionol n'a pas été retrouvé dans le vin 2017. Finalement, l'isobutanol dont la concentration est censée augmenter avec la quantité d'azote assimilable a été retrouvé en concentration supérieure dans le vin 2015. C'est ensuite dans le vin 2017 que la concentration est la plus élevée et finalement dans le vin 2016. Il est difficile de déterminer quel moût des trois millésimes contenait le plus d'azote assimilable étant donné les concentrations assez changeantes des différents alcools supérieurs retrouvées dans les trois vins du domaine des Marnières. Il est donc très important que les vignerons réalisent cette mesure d'azote assimilable.

6.4. Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et les esters retrouvés dans les vins 2015, 2016 et 2017

Garde et Ancín (2008), Bell et Henschke (2005), Ferrari (2002) et Torrea et Henschke (2004) relèvent le fait que la concentration totale en esters est directement proportionnelle à la quantité d'acides aminés se trouvant dans le moût. Ils spécifient que cette relation est encore plus vraie pour l'acétate d'isoamyle et l'acétate de 2-phényléthyl. Saerens *et al.* (2008) ont remarqué

également le même phénomène mais plus particulièrement pour l'octanoate et le décanoate d'éthyle corrélés positivement. Ils notifient que cette augmentation est proportionnelle à la quantité d'acides aminés jusqu'à un certain seuil. On retrouve ces quatre esters (acétate de 2-phényléthyl, acétate d'isoamyle, octanoate d'éthyle et décanoate d'éthyle) à des concentrations situées au-dessus de leurs seuils de perception dans le vin 2017 du domaine des Marnières. Pour chacun des esters, on remarque qu'ils présentent des concentrations légèrement plus importantes dans le vin 2016 et des concentrations nettement moins importantes dans le vin 2015. Par contre, selon Ferrari (2002) ainsi que selon Garde *et Ancín* (2008), la synthèse du diéthyl succinate et du 3-hydroxybutyrate d'éthyle est inversement proportionnelle à la teneur en acides aminés. Les seuils de perception de ces composés n'ont pas été trouvés dans la littérature. Le diéthyl succinate se trouve en concentration la plus élevée dans le vin 2015 et en concentration la moins élevée dans le vin 2016. La concentration du vin 2017 se trouve entre les deux valeurs. On pourrait donc supposer, grâce aux différentes concentrations observées, que le vin 2016 possédait une concentration en acides aminés supérieure à celle de 2017 qui elle-même serait supérieure à celle de 2015. Cependant, si l'on s'intéresse au 3-hydroxybutyrate d'éthyle, c'est en 2016 qu'on en retrouve le plus dans le vin et en 2015 qu'on en retrouve le moins.

Comme le souligne Ferrari (2002), les moûts très riches en azote peuvent être à l'origine de vins contenant des molécules potentiellement dangereuses pour la santé humaine telles que le carbamate d'éthyle (cancérigène). Malgré la concentration très importante d'azote assimilable dans notre moût, cette molécule n'a pas été retrouvée dans le vin millésimé 2017. Il n'a pas été retrouvé non plus dans les millésimes 2015 et 2016. Le caractère cancérigène de certains carbamates impose de rechercher à minimiser leur présence dans les vins. L'urée, qui en est le précurseur, est formée par réaction enzymatique pendant la fermentation alcoolique à partir de l'arginine. La teneur en arginine est corrélée positivement avec le statut azoté du vignoble. Cependant, il semble que la concentration en azote assimilable des moûts doive être supérieure à 1000 mg/L pour que certaines souches de levures productrices d'urée excrètent celle-ci dans le milieu. Bell et Henschke (2005) soulignent qu'en plus de la réaction entre l'éthanol et l'urée formant le carbamate d'éthyle, la citrulline et le carbamyl phosphate peuvent également en être une source.

6.5. Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et les terpénoïdes retrouvés dans les vins 2015, 2016 et 2017

Bell et Henschke (2005) ont montré que les vignes traitées par fertilisation foliaire azotée possèdent des concentrations de linalol libre plus élevées comparativement à des vignes non pulvérisées. L'ajout d'azote dans les moûts permet quant à lui d'augmenter la concentration en α -terpinéol. L' α -terpinéol a été retrouvé dans des concentrations nettement plus élevées dans le vin 2017 que dans les vins 2015 et 2016 du domaine des Marnières. C'est dans le vin 2016 que la concentration du linalol est la plus élevée.

6.6. Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et les cétones et aldéhydes retrouvés dans les vins 2015, 2016 et 2017

L'acétaldéhyde, le diacétyl et l'acétoïne sont les principaux composés volatils carbonylés produits par les levures. Une carence en azote du moût provoque une baisse de la teneur en acétaldéhyde et une augmentation de la concentration en diacétyl. Ferrari (2002) ainsi que Bell et Henschke (2005) spécifient que la synthèse du diacétyl est régulée par la disponibilité de la valine. Lorsque le taux d'azote assimilable est faible, la synthèse de la valine est activée ce qui conduit à l'intermédiaire alpha-acétolactate. Ce composé se décompose ensuite de manière spontanée en diacétyl. Malheureusement, comme précisé dans le § 5.2.3, le diacétyl sort trop tôt de la colonne avec notre programme GC-MS que pour être quantifié. L'acétoïne, son produit de réduction, a toutefois été retrouvée en quantité beaucoup plus importante dans le millésime 2017 que dans les millésimes 2015 et 2016. La littérature ne semble pas relier de lien entre la concentration de ce composé et la teneur en azote assimilable des moûts. L'acétaldéhyde n'a pas été retrouvé dans nos extraits de vins et de moût du domaine des Marnières.

Bell et Henschke (2005) ont également remarqué que la disponibilité des acides aminés affecte la formation et l'excrétion des aldéhydes correspondants. Par exemple, l'isoleucine après désamination et décarboxylation donne le 2-méthylbutanal et la leucine l'isovaléraldéhyde (3-méthylbutanal).

6.7. Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et les acides retrouvés dans les vins 2015, 2016 et 2017

Comparativement à d'autres familles de molécules aromatiques, la teneur en azote assimilable dans les moûts semble moins influencer la production d'acides volatils. Cependant, Vilanova *et al.* (2012) relatent que l'addition d'azote durant la phase stationnaire de croissance des levures diminue la formation d'acide acétique. Notons que l'ajout du sel de levure dans le moût 2017 du domaine des Marnières se déroule avant la phase stationnaire de croissance. D'après Hernández-Orte *et al.* (2005), les moûts possédant beaucoup d'azote assimilable donnent des vins riches en acide propanoïque. Dans le vin 2017 du domaine des Marnières, cet acide a uniquement été détecté à l'état de trace. Cependant, l'acide propanoïque n'est généralement pas retrouvé dans les vins de Chardonnay. Garde et Ancín (2008) précisent que ce sont les acides octanoïque et décanoïque qui montrent une corrélation positive avec la teneur en azote assimilable du moût. Ces deux acides ont été retrouvés au-dessus de leurs seuils de perception dans le vin 2017 du domaine des Marnières. Si l'on compare les millésimes 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières, c'est en 2017 que leurs concentrations sont les plus élevées. Il serait donc probable que la teneur en azote assimilable des années 2015 et 2016 ait été inférieure à celle observée en 2017. Les résultats obtenus concernant les terpénoïdes vont dans le même sens.

Malheureusement, la concentration de l'acide acétique du vin 2017 du domaine des Marnières n'a pas pu être mesurée. Selon Bell et Henschke (2005), la souche de levure a un impact majeur

sur la concentration en acide acétique dans le vin mais la concentration initiale en azote dans les moûts est également importante. À des concentrations inférieures à 450 mg N/L, plus le moût contient d'azote, moins on retrouvera d'acide acétique.

6.8. Lien entre la quantité d'azote assimilable dans le moût et le DMS retrouvé dans les vins 2015, 2016 et 2017

Comme mentionné dans le § 5.4, le DMS a été retrouvé de manière détectable dans le vin 2015 et à l'état de trace dans les vins 2016 et 2017. Dans les 3 échantillons, sa concentration se situe en dessous de son seuil de perception. Dagan (2010) a réalisé des expériences permettant de déterminer l'impact des fertilisations foliaires azotées sur le PDMS. Deux pulvérisations différentes ont été apportées aux feuilles de vigne ; la première constituée uniquement d'azote et la seconde associée avec du soufre. Dans les deux cas, la pulvérisation a permis d'atteindre des teneurs en azote assimilable similaires dans le moût. Uniquement l'ajout d'azote seul a permis une préservation du PDMS dans les vins de 23 % à 74 %. Pour la pulvérisation d'azote et de soufre, la consommation du PDMS s'est avérée identique à celles observées chez les vignes non pulvérisées. La pulvérisation de soufre semblerait donc annuler l'effet protecteur de l'augmentation de l'azote assimilable sur la préservation du PDMS. Dagan (2010) souligne également que ce sont les paramètres fermentaires qui semblent déterminants pour la maîtrise du PDMS. Le choix de la souche de levure ainsi que la gestion de l'alimentation azotée sont les deux paramètres principaux qui permettent de limiter l'assimilation du PDMS au cours de la fermentation.

7. Conclusion

Le terroir, regroupant les facteurs environnementaux, biologiques et humains, est connu pour influencer la qualité du vin produit. Le vin blanc révèle toute son excellence lorsqu'un apport modéré et régulier d'azote à la vigne est apporté.

Dans ce mémoire, c'est le statut azoté du sol qui a été étudié, la composition aromatique d'un moût et de vins et finalement le lien entre la teneur en azote assimilable des moûts et le statut azoté du sol.

L'objectif premier était l'étude du statut azoté du sol à travers la caractérisation de paramètres physico-chimiques et biologiques du sol. Pour ce faire, nous nous sommes intéressés à deux pays d'étude différents : l'Italie et la Belgique, regroupant chacun deux parcelles. En Italie, nous avons travaillé sur les parcelles Pianelli et Gilberto situées toutes deux dans le domaine de Terracuda dans la région des Marches et plantées avec du Bianchetto del Metauro. En Belgique, ce sont la parcelle du domaine des Marnières (province de Liège) et celle du « vignoble A », plantées avec du Chardonnay, qui ont permis la caractérisation du statut azoté du sol.

C'est sous forme d'ammonium et surtout de nitrates que la vigne est capable de prélever l'azote présent dans le sol. Pour ce faire, la matière organique du sol doit être minéralisée. Différents facteurs influencent la minéralisation de la matière organique du sol : la teneur en MO du sol, le rapport C/N, la température et l'aération du sol, le pH du sol, la teneur en eau du sol et les microorganismes présents dans le sol. L'expérience de respirométrie a également permis d'évaluer l'activité biologique du sol par dégagement de CO₂ dans des conditions expérimentales standardisées.

Le pH mesuré sur les parcelles italiennes aux sols calcarifères semble un peu trop élevé pour permettre une minéralisation optimale. La MO, bien qu'à une teneur plus faible dans la parcelle du « vignoble A » en comparaison avec les trois autres parcelles, est élevée sur les quatre parcelles d'étude. Le stock de MO est tout à fait suffisant pour permettre de fournir à la vigne une quantité suffisante d'azote minéralisé. Les teneurs en C_{org} et en N_{tot} suivent les mêmes tendances que la MO c'est-à-dire avec des valeurs plus faibles dans le « vignoble A » et plus élevées dans le domaine des Marnières. La teneur en C_{tot} est plus élevée dans les parcelles italiennes en raison de la présence de carbonates dans le sol. Le rapport C/N est faible au « vignoble A » ce qui prédit une minéralisation un peu trop rapide et est trop élevé sur la parcelle Gilberto ce qui entraîne une faible minéralisation de la MO.

L'expérience de respirométrie dont les teneurs en eau, la température et l'aération sont contrôlées montrent que c'est le sol de la parcelle du « vignoble A » qui dégage le moins de CO₂ par gramme de sol sec. Les trois autres parcelles atteignent des dégagements de CO₂ similaires. Par contre, lorsque l'on s'intéresse au dégagement de CO₂ par gramme de C_{org}, c'est le « vignoble A », dont les teneurs en MO sont les plus faibles, qui dégage le plus de CO₂. Cela

correspond bien au rapport C/N élevé observé sur cette parcelle. Dans les conditions de l'expérience, les différents paramètres physico-chimiques étudiés semblent donc globalement permettre une minéralisation suffisante de la MO des sols viticoles.

Le second objectif de ce travail était l'identification et la quantification de molécules aromatiques présentes dans un moût et dans des vins. Pour cela, c'est uniquement le domaine des Marnières qui a été choisi. Des analyses horizontales portant sur les vins 2015, 2016 et 2017 ainsi qu'une analyse comparative du moût et du vin 2017 ont été réalisées.

Concentrons-nous d'abord sur les molécules aromatiques dont la concentration est supérieure à leurs seuils de perception respectifs dans au moins un des quatre échantillons analysés (à savoir l'extrait de moût 2017, de vin 2015, de vin 2016 ou de vin 2017). Quatre composés aromatiques classés parmi les « arômes primaires », *c'est-à-dire* provenant du raisin, ont été retrouvés à des concentrations supérieures à leurs seuils de perception. L'acétylacétone décrite comme douceâtre est la seule cétone dans ce cas (concentrations comprises entre 102 et 291 ppb pour un seuil de perception de 10 ppb). Peu d'informations sont disponibles à son sujet dans la littérature mais puisqu'on en retrouve beaucoup dans le moût, il est fort probable qu'elle vienne du raisin. L'hex-2-enal (notes de banane et de verdure, seuil de perception de 17 ppb) se retrouve seulement dans le moût, à une concentration de 78 ppb. Le linalol (arômes de fruit, de coriandre et floral) dont la concentration augmenterait avec la maturité du raisin a été quantifié à raison de 26-56 ppb dans les vins, et à une concentration de 56 ppb dans le moût. On retrouve aussi des traces de β -damascenone dans le moût et le vin 2017. Vu son seuil de perception extrêmement bas (50 ppt), il est probable que les dégustateurs puissent le détecter au travers de ses arômes de fruits, de compote de pomme ou de pêche.

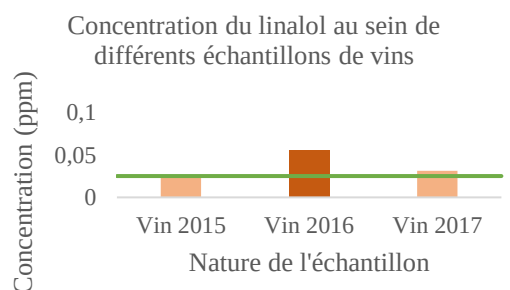
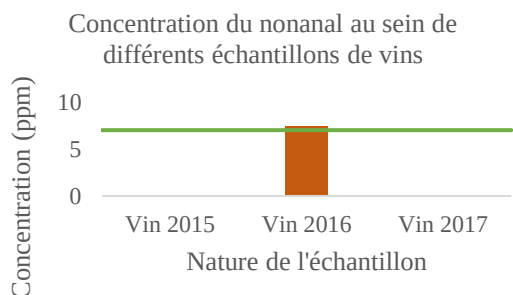
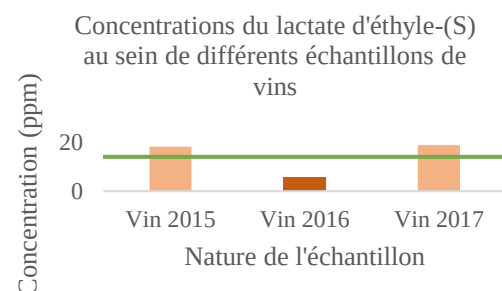
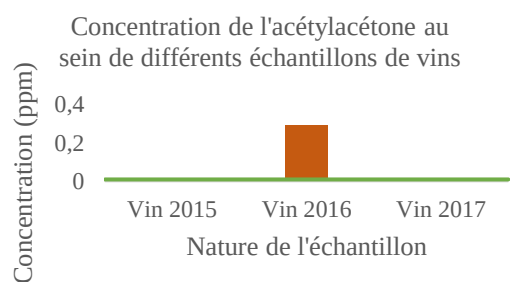
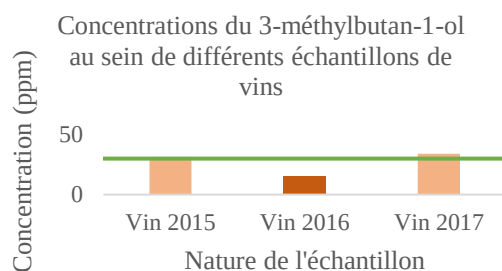
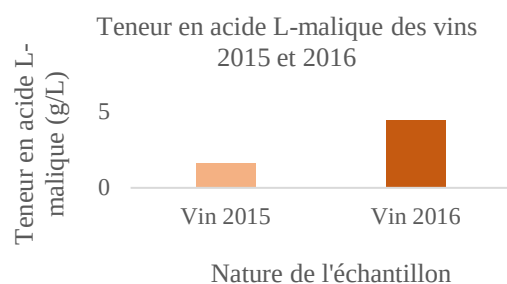
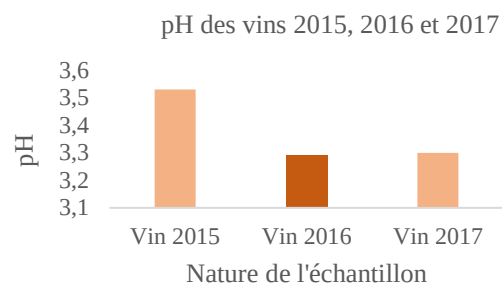
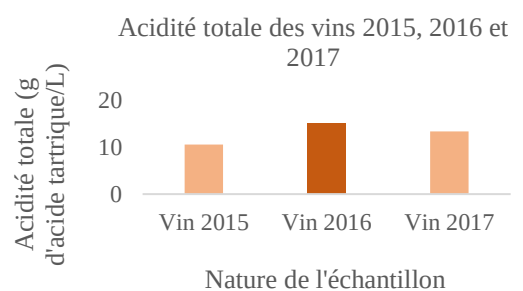
C'est dans la classe des arômes dits « secondaires », provenant de la fermentation alcoolique et malolactique, que l'on retrouve le plus de composés au-dessus de leur seuil de perception. Le nonanal aux notes d'orange et de rose et dont la concentration augmente durant la fermentation malolactique a été retrouvé uniquement dans le vin 2016, à raison de 17 ppb pour un seuil de perception de 0,7 ppb. L'hexanoate d'éthyle, l'octanoate d'éthyle et le décanoate d'éthyle possèdent également de beaux arômes fruités. L'hexanoate d'éthyle est particulièrement reconnaissable par ses notes de pomme verte et de fraise. Ces trois esters éthyliques ont des seuils de perception respectifs de 14, 5 et 200 ppb. Rappelons que ces trois esters ont été retrouvés à des concentrations plus importantes en 2016. Trois autres esters éthyliques, qui ont également été retrouvés en plus grande concentration dans le millésime 2016, sont le butanoate d'éthyle (148-208 ppb, thr=20 ppb, odeur de fraise), l'isobutyrate d'éthyle (15-27 ppb, thr=15 ppb, odeur de fraise) et le 2-phénylacétate d'éthyle (136-230 ppb, thr=75 ppb, odeur de fleurs, de miel et de rose). Logiquement, aucun de ces esters éthyliques formés durant la fermentation alcoolique n'a été recensé dans le moût. L'acétate de 3-méthylbutyle, également formé durant la fermentation alcoolique, a été retrouvé dans nos trois extraits de vin. Il possède des odeurs de banane et de poire et a un seuil de perception de 30 ppb. Trois acides volatils ont été retrouvés à des concentrations supérieures à leurs seuils de perception : l'acide hexanoïque (29 ppb-3,1 ppm, thr=29 ppb, odeur rance, âcre et verte), l'acide octanoïque (0,006-4,3 ppm, 500 ppb, odeur

animale, épicée et de fromage) et l'acide décanoïque (1.9-10.8 ppm, thr=1 ppm, odeur de vinaigre, animale et grasse). Le 3-méthylbutan-1-ol est le seul alcool primaire retrouvé dans un de nos vins à une concentration supérieure à son seuil de perception de 30 ppm (15,2-34,1 ppm, arômes de whisky, de malt et de brûlé). Rappelons que le diacétyl n'a pas été analysé mais se retrouve très certainement aussi à une concentration supérieure à son seuil de perception de 10 ppb (notes beurrées, caractéristiques d'un vin de Chardonnay).

Enfin, on retrouve au sein des arômes de vieillissement, également appelés arômes tertiaires quatre composés clés. Le lactate d'éthyle-(S) (arômes de beurre, de sucre et de fruit) apparaît durant le vieillissement au départ d'acide lactique lui-même issu de la fermentation malolactique. Cet ester se trouve à des concentrations comprises entre 5,5 et 18,7 ppm pour un seuil de perception de 14 ppm. Le phénylacétaldéhyde (arômes de miel, de sucre et de fleurs) est quant à lui issu de phénomènes d'oxydation. Il atteint 14 ppb dans le vin 2015 pour un seuil de perception de 1 ppb. La (E)-whisky lactone (arômes de noix de coco, thr = 24ppb) provient directement du bois des fûts d'élevage. Elle est retrouvée dans nos échantillons dans une gamme de concentration allant de 39 à 118 ppb. Enfin, le 2-acétylfurane, apporte très certainement aux vins une note sucrée, caramélisée, d'amande ou encore de cacao puisque retrouvé à des concentrations de 16 à 20 ppb pour un seuil de perception de 10 ppb.

Nous tenions également à souligner la distinction du millésime 2016 par rapport à ceux de 2015 et 2017. Le vin de l'année 2016, au climat particulièrement difficile avec une maturation non adéquate des raisins, se distingue des deux autres années de différentes façons. Le *tableau 7.1-1* ci-dessous reprend les grandes lignes d'observations qui nous ont permis de mettre en évidence l'influence d'une maturité insuffisante en 2016 (par rapport à 2015 et 2017) sur différents paramètres étudiés (pH, acidité totale, teneur en acide L-malique et concentrations en arômes). Même si le pH de ce vin n'est pas significativement plus faible que celui mesuré sur le millésime 2017 (tous deux à 3,3 pour 3,5 en 2015), l'acidité totale, quant à elle, y est plus importante (15,15 g d'acide tartrique/L) en raison d'un excès d'acide malique (4,4 g/L). Si l'on ne considère pas l'acétoïne, la concentration en cétones est plus importante dans le vin 2016. L'acétylacétone et le nonanal n'ont d'ailleurs été retrouvés que dans ce millésime. La plupart des esters éthyliques (butanoate d'éthyle, isobutyrate d'éthyle, hexanoate d'éthyle, octanoate d'éthyle, décanoate d'éthyle et 2-phénylacétate d'éthyle) et le linalol y sont, eux aussi, présents en quantités toujours plus importantes. Par contre, le 3-méthylbutan-1-ol et le lactate d'éthyle-(S) possèdent des concentrations inférieures dans ce vin 2016.

Tableau 7.8-1. Paramètres étudiés (acidité totale, teneur en acide L-malique, pH et concentrations en arômes) mettant en évidence l'impact de la maturité insuffisante de l'année 2016. La colonne de gauche reprend les paramètres dont les valeurs sont supérieures pour l'année 2016 et la colonne de droite reprend les paramètres dont les valeurs sont inférieures pour l'année 2016. La ligne verte horizontale indique le seuil de perception des molécules représentées.



Outre ces différences du millésime 2016 mises en évidence, il est également important de souligner certains composés particuliers identifiés dans nos vins. La 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one a été retrouvée uniquement dans le moût de Chardonnay 2017. Une simple substitution nucléophile de l'alcool par de l' H_2S conduirait au 4-sulfanyl-4-méthylpentan-2-one (4S4M2Pone), un thiol polyfonctionnel à l'odeur de pipi de chat/de buis, bien connu en œnologie. Le DMS à l'odeur de truffe, d'asperge, de maïs et de mélasse a été retrouvé dans nos extraits de vins. La concentration était un rien plus élevée dans le millésime 2015 (le plus ancien ici étudié), mais néanmoins toujours en dessous de son seuil de perception. Il serait intéressant de suivre ce composé au cours du vieillissement des vins puisque l'on sait que son précurseur, le PDMS, en libère petit à petit dans la bouteille, dans des proportions liées au climat du millésime. Trois thiols ont également pu être identifiés mais pas quantifiés dans le vin 2016 du domaine des Marnières grâce à l'extraction pHMB. C'est le cas du 2-sulfanylethanol à l'odeur de volaille, du 3-sulfanylpropylacétate à l'odeur de rôti et de viande et du 3-sulfanylhexylacétate à l'odeur de buis et de fruit de la passion. L'odeur de noisette retrouvée par les dégustateurs lors de l'analyse sensorielle pourrait également correspondre à un thiol. La conversion du 1-méthylpyrrole-2-carboxaldehyde en méthane thiol pourrait effectivement donner cette odeur. Ce pyrrole a été retrouvé dans nos extraits de vins, à des concentrations de 1,190 ppb dans le vin 2015, 0,465 ppb dans le vin 2016 et 0,638 ppb dans le vin 2017.

Finalement, le troisième objectif de ce mémoire était d'établir un lien entre la quantité d'azote assimilable retrouvée dans le sol et le statut azoté du sol. La composition aromatique des vins de Chardonnay 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières a également été comparée avec la teneur en azote assimilable retrouvée dans le moût.

Concernant la teneur en azote assimilable des moûts, on distingue deux grandes classes. Les moûts italiens possèdent des teneurs en azote assimilable très faibles, ce qui pourrait provoquer une fermentation languissante voir un arrêt de la formation. Les 2 moûts provenant de parcelles belges possèdent quant à eux, des teneurs excessives en azote assimilable ce qui pourrait conduire à la production de composés aromatiques indésirables. Dans les conditions de l'expérience de respirométrie, la minéralisation semble être adéquate pour permettre une quantité d'azote minéralisé suffisante sur les quatre parcelles. Ces dernières possèdent des teneurs en MO tout à fait adéquates pour constituer une réserve en azote potentiellement minéralisable au sol. C'est probablement cette teneur élevée qui permet aux deux vignobles belges d'atteindre des valeurs si élevées en azote assimilable. Par contre, même si le stock d'azote est présent dans le vignoble italien et que les propriétés physico-chimiques semblent adéquates, il semble que le processus de minéralisation ait du mal à se dérouler. L'été 2017 ayant été particulièrement sec dans la région des Marches, c'est la teneur en eau des sols qui semble être responsable de ce déficit. Les microorganismes du sol ont en effet besoin d'une certaine quantité d'eau pour effectuer une bonne minéralisation de la MO du sol. Différentes techniques pourraient être mises en place afin d'améliorer le statut azoté du sol. En Italie, il serait intéressant d'évaluer l'impact des légumineuses plantées entre les rangs sur l'augmentation de la teneur en azote assimilable retrouvée dans les moûts. Cependant, il se

pourrait que les bactéries fixatrices d'azote atmosphérique associées aux légumineuses souffrent également des faibles teneurs en eau des sols italiens.

Les teneurs en azote assimilable du domaine des Marnières sont uniquement connues pour l'année 2017. Les concentrations en acides et en terpénoïdes observées supposent que la teneur en azote assimilable des années 2015 et 2016 ait été inférieure à celle observée en 2017. Par contre, en regardant les concentrations des esters dans les différents vins, les conclusions sont différentes et ce serait le vin de 2016 qui posséderait la concentration en azote assimilable la plus élevée puis celui de 2017 et finalement de 2015. Les résultats obtenus pour la famille des alcools sont assez contradictoires et ne permettent pas de trancher. En effet, de nombreux autres paramètres (température, souche de levure, taux d'O₂,..), influencent la formation d'esters et d'alcools durant la fermentation.

8. Annexes

I. Annexe I

Description de profil du vignoble A

Description de profil vignoble A - Point A

Auteurs : Bruno Delvaux, Vincent Dienst, Danaé Falesse, André Lannoye, Hugo Lejeune, Hélène Sosnowski

Date : 04 juin 2018

1. Conditions environnementales

- Physiographie : Pente convexe
- Erosion : Pas de traces d'érosion superficielle
- Drainage du site : Très bon
- Exposition : Est
- Coordonnées : N 50°36'43.8'', E 4°31'18.5''
- Occupation du sol : Vignes (plantation : 2014 ; écartement interligne 160 cm, interped 80 cm) ; lignes de plantation dans le sens de la pente.

2. Description des horizons

Description générale : Zone de la parcelle plus précoce (fleuraison, ...) que les autres sites. On arrive très vite sur le sable du bruxellien.

Ap (00-10 cm) : 10YR 4/3-4, dull yellowish brown

AB (10-18 cm) : 10YR 5/4, dull yellowish brown

B (18-50 cm) : 10YR 5/4, dull yellowish brown. Entre 30 et 32 cm on observe une semelle de labour avec des agrégats plus larges que hauts du aux tassements. Cela est typique des régions limoneuses. Une autre semelle de labour est observée à 25 cm de profondeur et est sûrement due à des engins rotatifs.

D1 (50-70 cm) : 7,5YR 5/6, bright brown. Entre D1 et D2 on observe des pierres siliceuses (agglomération de quartz) sur 3 cm d'épaisseur.

D2 (70-120cm) : 2,5Y 4/6, olive brown. De la glauconite s'est altérée, ce qui a donné cette couleur verdâtre.



Figure I-1. Profil du point A du vignoble A.

- Occupation du sol : Vignes (plantation : 2014 ; écartement interligne 160 cm, interpiéd 80 cm) ; lignes de plantation dans le sens de la pente.

2. Description des horizons

Description générale : Sol en pentes avec des colluvions. Teneur en argile plus importante que dans les autres profils, commence vers 25% pour descendre jusqu'aux alentours de 18%.

Ap (00-08 cm) : 10YR 5/4, dull yellowish brown

AB (08-16 cm) : 10YR 6/4, dull yellow orange

B (16-30 cm) : 10YR 5/4, dull yellowish brown. La semelle de labour est à 20 cm, elle est très petite.

Bt (30-59 cm) : 7,5YR 4-5/4, entre brown et dull brown. Horizon d'accumulation en argile qui est plus rouge/brun.

BC1 (59-72 cm) : 10YR 6/4, dull yellow orange

BC2 (72-92 cm) : 10YR 6/4, dull yellow orange

BC3 (92-120 cm) : 10YR 6/4, dull yellow orange

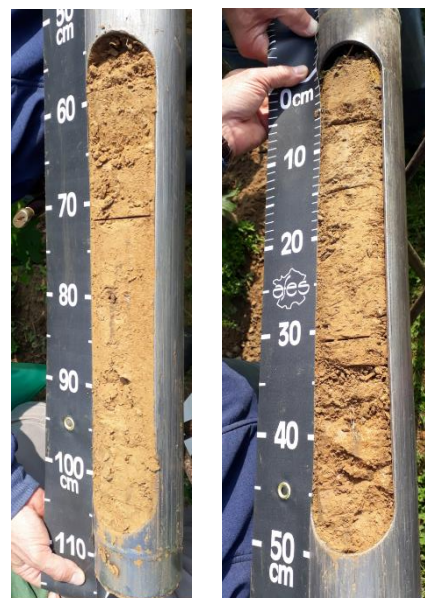


Figure I-3. Profil du point C du vignoble A.

Description de profil vignoble A - Point D

Auteurs : Bruno Delvaux, Vincent Dienst, Danaé Falesse, André Lannoye, Hugo Lejeune, Hélène Sosnowski

Date : 04 juin 2018

1. Conditions environnementales

- Physiographie : pente plane
- Erosion : Pas de traces d'érosion superficielle
- Drainage du site : Modéré
- Exposition : Est
- Coordonnées : N 50°36'50.0'', E 4°31'18.0''
- Occupation du sol : Vignes (plantation : 2014 ; écartement interligne 160 cm, interpiéd 80 cm) ; lignes de plantation dans le sens de la pente.

2. Description des horizons

Description générale : Ici on n'atteint pas le sable bruxellien. On est sur un site très argileux (facilement 20%) assez humide. L'horizon humifère est fort épais.

Ap1 (00-13 cm) : 10YR 5/4, dull yellowish brown

Ap2 (13-31 cm) : 10YR 4/4, brown

Bt (31-65 cm) : 10YR 5/6, yellowish brown

BC1 (65-86 cm) : 10YR 5/4, dull yellowish brown

BC2 (86-120cm) : 10YR 5/4, dull yellowish brown

Description de profil vignoble A - **Point E**

Auteurs : Bruno Delvaux, Vincent Dienst, Danaé Falesse, André Lannoye, Hugo Lejeune, Hélène Sosnowski

Date : 04 juin 2018

1. Conditions environnementales

- Physiographie : Pente concave (bas de pente)
- Erosion : Pas de traces d'érosion superficielle
- Drainage du site : Modéré
- Exposition : Est
- Coordonnées : N 50°36'50.1'', E 4°31'19.8''
- Occupation du sol : Vignes (plantation : 2014 ; écartement interligne 160 cm, interpiéd 80 cm) ; lignes de plantation dans le sens de la pente.

2. Description des horizons

Description générale : On se trouve sur des colluvions. La texture du sol est argileuse et l'horizon humifère est très épais. La vigne est plus tardive dans aux alentours de ce point. La température est plus froide qu'en haut de pente.

Ap1 (00-18 cm) : 10YR 5/4, dull yellowish brown

Ap2 (18-36 cm) : 10YR 5/4, dull yellowish brown

B1 (36-64 cm) : 7,5YR 5/4, dull brown

B2 (64-80 cm) : 10YR 5/6, yellowish brown

B3 (80-120cm) : 10YR 5/6, yellowish brown

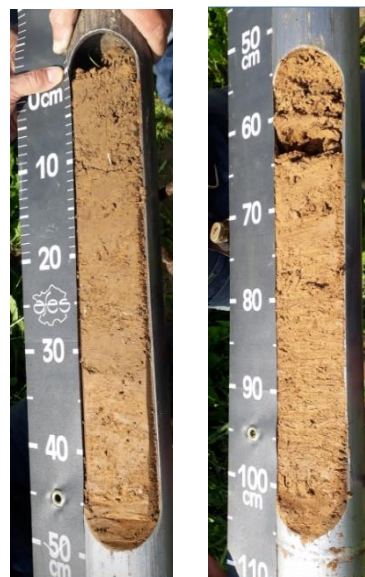


Figure I-4. Profil du point D du vignoble A.



Figure I-5. Profil du point E du vignoble A.

Description de profil du domaine des Marnières

La description de profil n'a pas été réalisée pour les points de prélèvement de sol B et E.

Description de profil « Les Marnières » - Point A

Auteurs : Hugo Lejeune, Hélène Sosnowski

Date : 08 juin 2018

3. Conditions environnementales

- Physiographie : Pente convexe
- Erosion : Pas de traces d'érosion superficielle
- Drainage du site : Bon
- Exposition : Nord-Est
- Coordonnées : N 50°43'11.4'', E 5°47'14.0''
- Occupation du sol : Vignes (plantation : 2010 ; écartement interligne 240 cm, interpiéd 100 cm) ; lignes de plantation dans le sens de la pente.

4. Description des horizons

Description générale :

Ap (00-10 cm) : lourd, argilo limoneux 10YR 3/2 vers 2/2, brownish black, pas de réaction à l'HCl

AB (10-20 cm) : 10YR 3/2, brownish black, pas de réaction à l'HCl

B1 (20 - 37 cm) : Détente du sol entre 20 et 30 cm., limonoargileux, 10YR3/3, dark brown, pas de réaction à l'HCl

B2 (37- 60cm) : Sol très collant et malléable (comme de la terre glaise), argile. silex, 10YR 5/6, yellowish brown

Description de profil « Les Marnières » - Point C

Auteurs : Hugo Lejeune, Hélène Sosnowski

Date : 08 juin 2018

1. Conditions environnementales

- Physiographie : Pente convexe
- Erosion : Pas de traces d'érosion superficielle
- Drainage du site : Bon
- Exposition : Nord-Est
- Coordonnées : N 50°43'11.1'', E 5°47'16.6''



Figure I-6. Profil du point A des Marnières.

- Occupation du sol : Vignes (plantation : 2010 ; écartement interligne 240 cm, interpiéd 100 cm) ; lignes de plantation dans le sens de la pente.

2. Description des horizons

Description générale :

A (00-10 cm) : 10YR 2/2, brownish black, réaction très faible à l'HCl, argilo-limoneux

AB (10-20 cm) : 10YR 2/2-3/2, brownish black, très noir, pas de réaction à l'HCl, argilo-limoneux

B1 (20 - 30 cm) : Mélange entre l'horizon noir et orange., 10YR 3/4, dark brown, réaction faible à l'HCl, argilo-limoneux

B2 (30- 68cm) : Sol très collant et malléable (comme de la terre glaise). 10YR 5/6, yellowish brown, argile, pas de réaction à l'HCl



Figure I-7. Profil du point C des Marnières.

Description de Profil « Les Marnières » - Point D

Auteurs : Hugo Lejeune, Hélène Sosnowski

Date : 08 juin 2018

1. Conditions environnementales

- Physiographie : Pente plate
- Erosion : Pas de traces d'érosion superficielle
- Drainage du site : Bon
- Exposition : Nord-Est
- Coordonnées : N 50°43'10.2'', E 5°47'13.8''
- Occupation du sol : Vignes (plantation : 2010 ; écartement interligne 240 cm, interpiéd 100 cm) ; lignes de plantation dans le sens de la pente.

2. Description des horizons

Description générale :

A (00-10 cm) : 10YR 2/1, black très noir, pas de réaction à l'HCl, argilolimineux, bcp argile (certainement 30-35%)

AB (10-30 cm) : 10YR 2/2-3/2, brownish black, pas réaction à l'HCl,

B1 (28 - 50 cm) : Mélange du sol noir et orangé. 10YR 2/2 2/3, brownish black

B2 (50 – 67 cm) : Sol très collant et malléable (comme de la terre glaise). Présence de craie. 10YR5/6, pas de réaction à l'HCl, 10YR 5/6, yellowish brown, pas de réaction à l'HCl

B2 (67- 105cm) : Sol très collant et malléable (comme de la terre glaise). Présence de gros nodules de craie. Tâches ocres. 10YR 5/6-6/6, yellowish brown-bright yellowish brown, réaction immédiate à l'HCl



Figure I-8. Profil du point D des Marnières.

Description de Profil « Les Marnières » - **Point F**

Auteurs : Hugo Lejeune, Hélène Sosnowski

Date : 08 juin 2018

1. Conditions environnementales

- Physiographie : Pente plate
- Erosion : Pas de traces d'érosion superficielle
- Drainage du site : Bon
- Exposition : Nord-Est
- Coordonnées : N 50°43'09.4'', E 5°47'16.2''
- Occupation du sol : Vignes (plantation : 2010 ; écartement interligne 240 cm, interpiéd 100 cm) ; lignes de plantation dans le sens de la pente.

2. Description des horizons

Description générale :

A (00-10 cm) : Présence de craie. 10YR3/2, brownish black, réaction à l'HCl, argile

AB (10-20 cm) : Présence de craie. 10YR 3/2-3, brownish black-dark brown, réaction à l'HCl, argile

B1 (20 - 30 cm) : Présence de craie, mélange entre sol noir et orangé. 10YR 4/6, brown, réaction à l'HCl, argile

B2 (30 – 40 cm) : Présence très importante de craie, en gros nodules. 10YR 5/6, yellowish brown réaction à l'HCl, argile

B2 (40- 70cm) : Sol très collant et malléable (comme de la terre glaise). Présence de craie. Beaucoup de graviers. 10YR 5/6, yellowish brown, argile, réaction à l'HCl



Figure I-9. Profil du point F des Marnières.

Description de profil de la parcelle Pianelli (Terracruda)

Cette description a été réalisée en 2016 par Charlotte Engelen et provient de son mémoire s'intitulant « Contribution à l'étude des terroirs de l'exploitation viticole Terra Cruda (Les Marches, Italie) ». Une fosse a été creusée dans la parcelle Pianelli.

Description de Profil : Pianelli (Pi)

Auteurs : Bruno Delvaux, Charlotte Engelen, André Lannoye

Date : 15 janvier 2016

1. Conditions environnementales

- Physiographie : plaine alluviale
 - Pente : 0-1%
 - Erosion : pas de traces d'érosion superficielle
 - Drainage du site : bon
 - Exposition : Sud-Est
 - Coordonnées : N 43°37'32.6'' EO12°55'49.7''
 - Altitude : 183m
 - Occupation du sol : vignes (plantation : 2000 ; écartement interligne 270 cm, intraligne 70 cm) ;
- lignes de plantation dans le sens de la pente.

2. Description des horizons

Ap (00- 20 cm) : 10YR 3/3 ; argile (45-55%), peu sableux, légèrement ferme, collant, plastique ; structure

polyédrique subangulaire de l'ordre du centimètre, très poreux ; Pas de racines de vignes mais nombreuses racines fines ; limite diffuse et régulière ; réaction immédiate à l'HCl.

Dureté (kg/cm²) : 1,2 - 1,3 - 1,2 - 1,2 - 1,2

AB1 (20 – 70 cm) : 10YR 3/3 ! ¾, ponctuations blanchâtres ; argileux, collant, plastique, légèrement

ferme ; structure polyédrique subangulaire de taille plus élevée (3-4cm), très poreux, présence de petits graviers très arrondis de l'ordre du % (alluvion) ; Nombreuses racines fines (graminées) et présence de racines de vignes ; limite diffuse et régulière ; réaction immédiate à l'HCl ; très hétérogène

Dureté (kg/cm²) : 1,4 - 1,6 - 2,6 - 1,2 – 2 - 1,8

AB2 (70 – 98 cm) : 10YR 3/4 ; argile, collant, plastique, légèrement ferme ; structure prismatique à débit angulaire très petit, très poreux ; Nombreuses racines fines et de vignes (5-7 mm de diamètre) ; limite distincte et régulière ; réaction immédiate à l'HCl

Dureté (kg/cm²) : 1,4 - 1,2 - 1,4 - 1,2 - 1

BW (98 – 100 cm) : 10YR 4/4 ; argileux, collant, plastique, friable à légèrement ferme ; structure

polyédrique angulaire de taille plus élevée (3-4cm), très poreux ; pas de racines observables ; réaction immédiate à l'HCl

Dureté (kg/cm²) : 2 – 2 – 2 - 1,9 - 1,9

3. Prélèvements à la tarière, en structure non conservée

Profondeur de la fosse : 104cm

126 - 154 cm: réaction immédiate à l'HCl

154 – 168 cm : tuf blanchâtre, sec, compact, réaction immédiate à l'HCl

Description de profil de la parcelle Gilberto (Teracrua)

Cette description a été réalisée en 2016 par Charlotte Engelen et provient de son mémoire s'intitulant « Contribution à l'étude des terroirs de l'exploitation viticole Terra Cruda (Les Marches, Italie) ». Deux fosses ont été creusées sur la parcelle Gilberto.

Description de Profil : Gilberto 1 (Gi1)

Auteurs : Bruno Delvaux, Charlotte Engelen, André Lannoye

Date : 15 janvier 2016

1. Conditions environnementales

- Physiographie : sommet de versant convexe,
 - Pente : 25 %
 - Erosion : pas de traces d'érosion superficielle
 - Drainage du site : bon
 - Exposition : Sud
 - Coordonnées : N 43°37'42.8'' E 012°55'02.1'
 - Altitude : 280m
 - Occupation du sol : vignes (plantation : 2000 ; écartement interligne 270 cm, intraligne 70 cm) ;
- lignes de plantation dans le sens de la pente.

2. Description des horizons

Ap (00 - 24 cm) : 10YR 4/3 ! 5/3; argilo-limoneux avec du sable fin, collant, peu plastique, friable ;

structure polyédrique subangulaire fine avec des agrégats centimétriques, porosité élevée ; densité apparente évaluée à 1 – 1,1 gr/cm³ ; nombreuses racines fines ; limite distincte et régulière ; réaction immédiate à l'HCl

Dureté (kg/cm²) : 1,2 – 1,2 – 1 – 1,6 – 1,2

BW1 (24 – 56 cm) : 10YR 5/4 ; argilo-limoneux, peu collante, peu plastique, friable ; structure polyédrique

subangulaire et angulaire, très fines, de l'ordre du centimètre, porosité élevée ; densité apparente évaluée à 1,1g/cm³ ; mélange avec un matériau sableux (présence de poches de sable) ; bariolage grisâtre et orangé ; nombreuses racines fines ; limite diffuse et ondulée ; réaction immédiate à l'HCl

Dureté (kg/cm²) : 1,2 – 1,6 – 1,3 – 1,6 – 1,4

BW2 (56 – 89 cm) : 10YR 5/4 ; morceaux de tuf, poches de sable ; horizon très hétérogène ; matrice argilosableuse, peu collant, peu plastique ; bonne porosité ; bonne exploration racinaire ;

densité apparente évaluée à 1,1 – 1,15 g/cm³ ; bariolage plus intense, panachures orange et gris, taches blanchâtres de carbonate de calcium ; limite abrupte et régulière ; réaction immédiate à l'HCl

Dureté (kg/cm²) : 1,3- 0,8 – 0,9 – 1,1 – 1,1

2C (89 – 98cm) : 10YR 5/2 ; Tuf, argile très fine avec du limon, collant, plastique, ferme ; structure

lamellaire ; matériau fortement compact ; présence de tapis de racines aplaties (asphyxiées ?) ; réaction immédiate à l'HCl

Dureté (kg/cm²) : 1,8 – 3 – 3 – 2,5 – 2,5 – 3,1

3. Prélèvements à la tarière, en structure non conservée

Profondeur de la fosse : 102 cm

117 – 142 cm : sable grisâtre ; humide ; gras

147 – 162 cm : mélange de sables ; plus collant

162 cm : tuf comme Gi2

Description de Profil : Gilberto 2 (Gi2)

Auteurs : Bruno Delvaux, Charlotte Engelen, André Lannoye

Date : 15 janvier 2016

1. Conditions environnementales

- Physiographie : versant plan,
- Pente : ??%
- Erosion : pas de traces d'érosion superficielle
- Drainage du site : bon
- Exposition : Sud-Ouest
- Coordonnées : N 43°37'41.6'' E 012°55'00.0''

- Altitude : 270m
 - Occupation du sol : vignes (plantation : 2000 ; écartement interligne 270 cm, intraligne 70 cm) ;
- lignes de plantation dans le sens de la pente.

2. Description des horizons

Ap (00- 28 cm) : 10YR 5/4 ; argilo-sableux, taches blanchâtres, friable ; structure polyédrique subangulaire et angulaire fine, très poreux ; densité apparente estimée à 1,1 – 1,15 g/cm³ ; nombreuses racines fines ; limite distincte et ondulée ; réaction immédiate à l'HCl

Dureté (kg/cm²) : 1 – 1,1 – 0,8 – 1 – 1,1

BW1 (28 – 67 cm) : 10YR 5/2 ; bariolage élevé : matrice, taches blanchâtres, poches sableuses brun-rougeâtre (10YR 5/6, 7,5YR 5/8) ; porosité élevée ; densité apparente estimée à 1 -1,1

g/cm³ ; beaucoup de racines fines ; limite diffuse et régulière ; réaction immédiate à l'HCl

Dureté (kg/cm²) : 2 – 1,6 – 1,2 – 1,6 – 1,2

BW2 (67 – 98 cm) : 10YR 5/4 ! 5/6 ; argilo-sableux, collant, plastique, ferme ; structure polyédrique

angulaire de 3-4 cm, très poreux ; densité apparente estimée à 1 – 1,1 g/cm³ ; bariolé (pareil que BW1 mais plus argileux, et moins de poches de sable)

Dureté (kg/cm²) : 1,2 - 1,2 – 1,2 – 1,1 – 1,6

2C (98 – 110 cm) : 10YR 5/1 ! 6/1, couleur brunâtre 10YR 6/6 ; très hétérogène

3. Prélèvements à la tarière, en structure non conservée

Profondeur de la fosse : 110cm

98 – 108 cm

140 – 155 cm : Sable rougeâtre-brun

155 – 180 cm : tuf (très fin) ; contamination avec du sable grossier

II. Annexe II

Récapitulatifs des différents résultats obtenus au laboratoire SOL

Caractéristiques	Profondeur	Point échantillonnage	Vignoble « A »	Marnières	Gilberto	Pianelli
pH_{H2O}	A (0-10 cm)	A	6,54	6,92	8,42	8,30
		B	7,26	7,55	8,45	8,59
		C	6,37	7,41	8,28	8,12
		D	6,49	6,97	8,79	
		E		7,23	8,51	
		F		7,43	8,11	
		Moyenne	6,67±0,20	7,25±0,13	8,43±0,11	8,34±0,12
	B (10-20 cm)	A	7,11	7,28	8,53	8,06
		B	7,15	7,57	8,88	8,48
		C	6,25	7,31	8,16	8,44
		D	6,24	6,47	8,72	
		E		7,34	9,17	
		F		7,52	8,69	
		Moyenne	6,69±0,26	7,25±0,20	8,69±0,17	8,33±0,12
pH_{KCl}	A (0-10 cm)	A	6,29	6,61	7,48	7,56
		B	6,27	6,82	7,52	7,45
		C	5,13	6,81	7,98	7,03
		D	5,08	6,13	7,79	
		E		6,61	7,22	
		F		6,76	7,33	
		Moyenne	5,69±0,34	6,62±0,13	7,55±0,14	7,35±0,14
	B (10-20 cm)	A	6,28	6,79	7,59	7,92
		B	6,35	6,90	8,14	7,12
		C	4,79	6,56	7,41	7,58
		D	4,96	5,42	7,62	
		E		6,22	7,88	
		F		6,91	7,60	
		Moyenne	5,59±0,42	6,47±0,29	7,71±0,13	7,54±0,20
N_{tot} (%)	A (0-10 cm)	A	0,19	0,48	0,33	0,37
		B	0,17	0,44	0,31	0,46
		C	0,23	0,45	0,43	0,36
		D	0,17	0,43	0,30	
		E		0,37	0,34	
		F		0,47	0,36	
		Moyenne	0,19±0,01	0,44±0,04	0,34±0,02	0,40±0,03
	B (10-20 cm)	A	0,16	0,48	0,14	0,25
		B	0,15	0,24	0,17	0,23
		C	0,19	0,47	0,13	0,24
		D	0,15	0,28	0,15	
		E		0,48	0,15	
		F		0,36	0,15	
		Moyenne	0,16±0,01	0,38±0,05	0,15±0,007	0,24±0,005

Caractéristiques	Profondeur	Point échantillonnage	Vignoble « A »	Marnières	Gilberto	Pianelli
C_{tot} (%)	A (0-10 cm)	A	1,22	4,23	6,34	3,78
		B	0,98	3,90	6,16	5,70
		C	1,80	3,98	6,93	3,78
		D	1,03	4,00	6,18	
		E		3,36	7,06	
		F		4,31	6,61	
		Moyenne	1,26±0,19	3,97±0,17	6,54±0,19	4,42±0,55
	B (10-20 cm)	A	1,01	4,36	4,57	2,42
		B	0,73	1,72	4,95	3,25
		C	1,36	3,96	4,37	2,93
		D	0,90	2,74	5,14	
		E		4,48	5,31	
		F		3,33	5,07	
		Moyenne	1,00±0,13	3,43±0,53	4,90±0,18	2,87±0,21
C/N	A (0-10 cm)	A	6,32	8,91	19,34	10,26
		B	5,71	8,79	20,03	12,30
		C	7,74	8,75	16,09	10,56
		D	5,94	9,21	20,79	
		E		9,03	20,88	
		F		9,27	18,46	
		Moyenne	6,43±0,46	8,99±0,11	19,27±0,90	11,04±0,55
	B (10-20 cm)	A	6,25	9,13	31,93	9,625
		B	4,80	7,21	28,41	14,14
		C	7,05	8,47	32,85	12,17
		D	5,93	9,78	33,47	
		E		8,39	34,53	
		F		9,17	33,00	
		Moyenne	6,43±0,46	8,86±0,46	32,36±1,06	11,98±1,13
C_{org} (%)	A (0-10 cm)	A	1,38	4,02	3,02	2,96
		B	1,13	3,24	2,47	4,10
		C	1,63	3,46	3,69	2,86
		D	1,10	3,59	2,04	
		E		2,87	2,81	
		F		3,70	2,91	
		Moyenne	1,31±0,12	3,48±0,20	2,96±0,30	3,27±0,28
C_{ox} (%)	A (0-10 cm)	A	1,04	3,02	2,27	2,22
		B	0,85	2,44	1,86	3,08
		C	1,22	2,60	2,78	2,15
		D	0,83	2,70	1,54	
		E		2,15	2,12	
		F		2,78	2,19	
		Moyenne	0,98±0,09	2,61±0,15	2,22±0,23	2,46±0,21

Caractéristiques	Profondeur	Point échantillonnage	Vignoble « A »	Marnières	Gilberto	Pianelli
MO (%)	A (0-10 cm)	A	2,98	9,19	6,59	7,96
		B	2,35	8,93	5,87	9,74
		C	3,90	8,51	8,55	7,45
		D	3,11	8,76	5,34	
		E		8,14	6,79	
		F		9,91	6,71	
		Moyenne	3,08±0,32	8,90±0,31	6,64±0,55	8,38±0,60
	B (10-20 cm)	A	2,60	9,30	3,20	5,72
		B	2,53	6,66	3,32	4,88
		C	3,47	8,36	2,77	5,55
		D	2,81	6,83	3,09	
		E		10,10	3,36	
		F		7,54	3,14	
		Moyenne	2,86±0,21	8,13±0,69	3,15±0,11	5,38±0,22
	NH ₄ ⁺ (%)	A (0-10 cm)	A	0,012	0,011	/
B			0,012	0,021	/	/
C			0,008	0,019	/	/
D			0,006	0,014	/	
E				0,013	/	
F				0,008	/	
Moyenne			0,009±0,003	0,014±0,004	/	/
B (10-20 cm)		A	0,003	0 ,006	/	/
		B	0,003	0,020	/	/
		C	0,002	0,009	/	/
		D	0,002	0,005	/	/
		E		0,012	/	
		F		0,006	/	
		Moyenne	0,003±0,0005	0,009±0,006	/	/

III. Annexe III

Résultats du test de Tukey

pH_{H2O}

Tableau III-1. Résultats du test de Tukey du pH_{H2O} réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ».

pH _{H2O}	Ga	Gb	Ma	Mb	Pa	Pb	Xa	Xb
Ga		0,8711	<.0001	<.0001	0,9999	0,9999	<.0001	<.0001
Gb			<.0001	<.0001	0,8124	0,7907	<.0001	<.0001
Ma				1	0,002	0,0023	0,1691	0,2048
Mb					0,002	0,022	0,1740	0,2105
Pa						1	<.0001	<.0001
Pb							<.0001	<.0001
Xa								1
Xb								

pH_{KCl}

Tableau III-2. Résultats du test de Tukey du pH_{KCl} réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ».

pH _{KCl}	Ga	Gb	Ma	Mb	Pa	Pb	Xa	Xb
Ga		0,9991	0,0346	0,0083	0,9983	1	<.0001	<.0001
Gb			0,0086	0,0019	0,9565	0,9996	<.0001	<.0001
Ma				0,999	0,3985	0,1478	0,078	0,0378
Mb					0,1825	0,0545	0,2175	0,1175
Pa						0,9996	0,0017	0,0008
Pb							0,0004	0,0002
Xa								1
Xb								

MO

Tableau III-3. Résultats du test de Tukey de la teneur en MO réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ».

MO	Ga	Gb	Ma	Mb	Pa	Pb	Xa	Xb
Ga		<.0001	0,0020	0,0924	0,1227	0,4668	<.0001	<.0001
Gb			<.0001	<.0001	<.0001	0,0200	1	0,9994
Ma				0,7778	0,9882	<.0001	<.0001	<.0001
Mb					0,9999	0,0023	<.0001	<.0001
Pa						0,0043	<.0001	<.0001
Pb							0,0306	0,0131
Xa								0,9999
Xb								

C_{org}

Tableau III-4. Résultats du test de Tukey de la teneur en C_{org} réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ».

C_{org}	G	M	P	X
G		0,1296	0,5086	0,0010
M			0,9565	<.0001
P				0,0004
X				

 N_{tot}

Tableau III-5. Résultats du test de Tukey de la teneur en N_{tot} réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ».

N_{tot}	Ga	Gb	Ma	Mb	Pa	Pb	Xa	Xb
Ga		<.0001	0,0625	0,8841	0,8411	0,1600	0,0033	0,0004
Gb			<.0001	<.0001	<.0001	0,3088	0,9310	0,9999
Ma				0,6027	0,9380	0,0003	<.0001	<.0001
Mb					1	0,0140	0,0001	<.0001
Pa						0,0235	0,0006	<.0001
Pb							0,9363	0,5966
Xa								0,9950
Xb								

 C_{tot}

Tableau III-6. Résultats du test de Tukey de la teneur en C_{tot} réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ».

C_{tot}	Ga	Gb	Ma	Mb	Pa	Pb	Xa	Xb
Ga		0,0013	<.0001	<.0001	0,0006	<.0001	<.0001	<.0001
Gb			0,1690	0,0048	0,9482	0,0011	<.0001	<.0001
Ma				0,7909	0,9583	0,2090	<.0001	<.0001
Mb					0,3208	0,8833	0,0001	<.0001
Pa						0,0638	<.0001	<.0001
Pb							0,0303	0,0076
Xa								0,9986
Xb								

C/N

Tableau III-7. Résultats du test de Tukey du rapport C/N réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur 4 parcelles : Pianelli, Gilberto, domaine des Marnières et « vignoble A ».

C/N	Ga	Gb	Ma	Mb	Pa	Pb	Xa	Xb
Ga		<.0001	<.0001	<.0001	<.0001	<.0001	<.0001	<.0001
Gb			<.0001	<.0001	<.0001	<.0001	<.0001	<.0001
Ma				1	0,4794	0,0943	0,1339	0,0505
Mb					0,3998	0,0706	0,178	0,0701
Pa						0,9912	0,0043	0,0015
Pb							0,0004	0,0001
Xa								0,9999
Xb								

NH₄⁺

Tableau III-8. Résultats du test de Tukey de la teneur en ions ammonium réalisé à deux profondeurs (A 0-10 cm et B 10-20 cm) et sur deux parcelles : domaine des Marnières et « vignoble A ».

NH ₄ ⁺	Ma	Mb	Xa	Xb
Ma		0,2728	0,3268	0,0045
Mb			0,9998	0,1216
Xa				0,1939
Xb				

IV. Annexe IV



QUESTIONNAIRE POUR LES VIGNERONS BELGES

Travail de recherche dans le cadre de la thèse réalisée à l'Unité de Brasserie et des Industries Alimentaires du Prof. Sonia Collin par Laura Decourrière

Étudiant participant au projet : Pierre-Antoine Foulon et Danaé Falesse (Master 2 Bioingénieur – sciences agronomiques)

Thème de la recherche : Étude des profils aromatiques des vins de Chardonnay et de Solaris belges

Nom du vignoble :

Début d'activité du vignoble (date estimée) :

Personne de contact :

N° de téléphone + adresse mail de contact :

Date :

Merci de compléter ce questionnaire et de nous le renvoyer à l'adresse suivante : laura.decourriere@uclouvain.be

Questionnaire : Généralités	Réponses
Connaissez-vous la nature du sol qui constitue votre vignoble ?	
Quelle est la taille de votre vignoble ?	
Quels sont les différents cépages que vous y cultivez ? (Répartition hectares/cépages souhaitée)	- - - - - - - - - -

Produisez-vous du vin biologique ? Si oui, pour tous vos vins ? Si pas, est-ce un de vos projets ? Dans ce dernier cas, quand envisagez-vous cette transition bio ?	
---	--

Partie du questionnaire réservé aux producteurs de Chardonnay – la vigne	Réponses
Pouvez-vous évaluer le nombre de pieds dont vous disposez pour ce cépage ? Si oui, réponse approximative souhaitée.	
Quel(s) clone(s) de Chardonnay utilisez-vous ? Quel type de porte-greffe utilisez-vous ?	
Quelle est la distance entre rang et la distance entre cep du cépage considéré ?	
Quelle est l'orientation de vos parcelles ?	
Quelle est la pente et l'altitude de vos parcelles ?	
A quoi étaient destinés les terrains sur lequel se trouvent vos vignes avant leur plantation ? Comment avez-vous préparé votre sol avant de planter vos vignes ?	

Avez-vous recours à des systèmes de drainage ?	
Comment estimez-vous l'érosion sur vos parcelles en termes de quantité ?	
Quel âge a la vigne pour le cépage considéré ?	
Depuis quand produisez-vous du vin pour ce cépage ?	
La vigne est-elle effeuillée avant les vendanges ? Si oui, l'est-elle partiellement ou totalement ? Et ce combien de temps avant les vendanges ?	
Les vendanges sont-elles réalisées manuellement ?	
Quelle est la teneur en sucre des raisins au moment de la vendange ? (Avez-vous recours à des analyses pour déterminer le moment de récolte ?)	
Appliquez-vous le passerillage ?	
Partie du questionnaire réservé aux producteurs de Chardonnay – l'entretien de la vigne	Réponses

Est-ce que vous laissez l'enherbement entre vos vignes ? Si oui, toute l'année ou seulement une partie ? Si non, comment désherbez-vous ?	
Que faites-vous du bois de taille ? Est-il broyé directement et laissé directement dans les vignes ou écarté ?	
Quels traitements utilisez-vous pour lutter contre les maladies et les ravageurs dans vos vignes ?	
Avez-vous apporté des amendements organiques ou minéraux ces 3 dernières années ? A quelles dates ?	
Avez-vous apporté des amendements organiques ou minéraux ces 3 dernières années ? A quelles dates ?	
A quelle période taillez-vous votre vigne ? De quelle manière ? L'effectuez-vous de manière manuelle ou mécanique ?	
Avez-vous été sujets à des gelées de printemps aux cours des 3 dernières années ? Si oui, à quelles dates ? Que faites-vous pour les éviter ?	
Comment est-réalisé le palissage de votre vigne ? De manière manuelle ou mécanique ?	

Avez-vous eu recours à l'éclaircissage durant ces 3 dernières années ? De manière chimique ou manuelle ?	
Réalisez-vous l'ébourgeonnage et l'épamprage ? Si oui, de façon manuelle, mécanique ou chimique ?	
Partie du questionnaire réservé aux producteurs de Chardonnay – le chai	Réponses
Les grappes sont-elles éraflées avant le pressurage ?	
Les raisins sont-ils foulés ?	
Quel type de presse utilisez-vous ? Combien de cycles de pressurage réalisez-vous ? Procédez-vous à un rebêchage ?	
Effectuez-vous une macération pelliculaire avant le pressurage (préfermentaire) ?	
Pour le débourage : quelle méthode utilisez-vous ? - Centrifugation ? - Stabilisation ? Si oui : - par refroidissement ? À quelle température ? Combien de temps ? - par bentonitage ? Quantité ajoutée ? - par enzymage ? Quel est le nom des enzymes utilisées et en quelle quantité sont-elles ajoutées ? Durée du débourage ?	

Quand et en quelle quantité ajoutez-vous des sulfites?	
Pratiquez-vous l'étape de chaptalisation ? Si oui, par ajout de : - saccharose blanc - moût concentré rectifié (sirop concentré) - moût concentré (par chauffage)	
Partie du questionnaire réservé aux producteurs de Chardonnay – le chai	Réponses
Fermentation alcoolique - Combien de temps dure-t-elle? - À quelle température est maintenue la cuve ? - Quel matériel utilisez-vous ? (cuves, fûts...) - Quelle souche de levure utilisez-vous ?	
Élevage - Procédez-vous à une fermentation malolactique ? - A quelle température est effectué l'élevage ? - Faites-vous un élevage « sur lie » ? - Pratiquez-vous le bâtonnage ? - Faites-vous une séparation post fermentation ? si oui, quand ? - Quel matériel utilisez-vous ?	
Après la fermentation et avant la mise en bouteille avez-vous : - ajouté du soufre (sous forme de ...) ? - centrifugé ? - effectué une micro-filtration ?	
Finitions - Avez-vous utilisé une colle protéique ? - Avez-vous effectué un nouveau sulfitage ? Si oui, est-elle différée et de combien de jours ?	

Quelles sont les conditions de la mise en bouteille ?	
Quel type de bouchon utilisez-vous ? Pourquoi ?	
Questionnaires : Produits finis	Réponses
Produits finis Quels sont vos points de vente ? Quelle quantité de vin a été produite en 20.. pour ce cépage en particulier ?	- Concernant le Chardonnay Nom du vin : Quantité produite : Point(s) de vente : - Concernant le Solaris Nom du vin : Quantité produite : Point(s) de vente :

Notes complémentaires	
-----------------------	--

Merci pour votre participation et vos réponses !

V. Annexe V

Programme SIM 1

Tableau V-1. Programme SIM 1.

Code INBR	Nom	Ion 1 (m/z)	Ion 2 (m/z)	Start Time (min)	Tr (min)	IR
A9	Methyl thioacetate	43	90	6	8,43	680
K53	4-Methyl-2-pentanone	85	100	9,11	9,5	723
A18	Methyl thiopropionate	57	104	10,95	11,66	781
K98	Ethyl-2-methylbutanoate	102	85	13,7	14,74	840
A44	Methyl thioisovalerate	85	75	18,21	20,05	920
A32	Dimethyltrusulfide (DMTS)	126	79	22,31	23,88	965
A27	2-Acetylthiophene	111	126		34,42	1068
J59	Ethyl heptanoate	88	113	35,43	36,05	1083
D23	Limonene epoxyde	67	109	38,6	46,86	1171
J161	Dodecane	71	85		50,69	1202
D22	Citronellol	69	123	51,68	52,75	1218
D33	Geranial	69	94		57,60	1255
A16	Methyl thiooctanoate	109	127	60,67	62,09	1289
D85	Methyl geranate	69	114	63,97	64,8	1313
D40	Ac. geranique	69	100	66,2	66,36	1328
F51	4-Hydroxy-7,8-dihydro- β -ionone	126	154	69,71	71,42	1378
F62	6-Hydroxy-7,8-dihydro- α -ionone	154	126	72,76	73,2	1396
F52	Dihydrodehydro- β -ionone	119	134	74,25	78,47	1470
D59	Bergamotene	93	119	77,2	78,47	1470
D62	β -Selinene	204	161	80,75	82,36	1531
D43	Caryophyllene epoxyde	93	109	85,8	86,65	1609
D51	Humulène epoxyde II	109	138	87,86	88,24	1643

Programme SIM 2

Tableau V-2. Programme SIM 2.

Code INBR	Nom	Ion 1 (m/z)	Ion 2 (m/z)	Start Time (min)	Tr (min)	IR
J125	2,3-Pentanedione	57	100	6	8,83	705
K97	Ethyl-2-methylpropanoate	71	116	9,6	10,24	743
K66	Ethyl-3-methylbutanoate	88	85	13,21	14,45	835
K51	Isobutyl isobutanoate	71	56	17,7	18,5	902
K99	Isoamyl propanoate	57	70	20,31	22,19	945
D37	Myrcene	93	69	24,41	25,7	986
A27	2-Acetylthiophene	111	126		34,42	1068
D20	Linalool	71	121	35,63	36,9	1091
D28	α -Terpineol	93	136	45,61	48,76	1187
EST	Dodecane	71	85		50,69	1202
D32	Nerol	69	93	51,68	52,39	1215
D35	Geraniol	69	123		56,1	1209
J21	2-Undecanone	58	71	59,17	60,08	1274

Code INBR	Nom	Ion 1 (m/z)	Ion 2 (m/z)	Start Time (min)	Tr (min)	IR
F59-A	Theaspirane A	138	82	62,2	63,7	1302
F59-B	Theaspirane B	138	82	62,2	65,48	1319
-	8-Hydroxylinalool	71	119	66,71	67,74	1342
D45	Geranyl acetate	69	93	69,71	70	1364
J131	2-Dodecanone	59	71	71,76	71,42	1378
F9	β -damascenone	69	121	73,55	73,76	1403
D24	β -Caryophyllene	133	161	74,76	75,65	1429
D12	α -Humulene	93	121	77,76	78,05	1464
-	β -Farnesene	93	133	79,6	81,11	1509
D61	α -Selinene	189	204	81,81	82,93	1542
D60	Humulene epoxyde I	121	93	85,81	87,71	1631
D36	Farnesol (A et B)	69	81	89,81	90,05	1680

Programme SIM 3

Tableau V-3. Programme SIM 3.

Code INBR	Nom	Ion 1 (m/z)	Ion 2 (m/z)	Start Time (min)	Tr (min)	IR
K20	3-Methyl-1-butanol	55	70	6	9,4	721
J55	Ethyl butanoate	71	88	10,5	11,67	781
J156	Ethyl lactate	45	75	12,1	12,22	796
B30	2-Methylpyrazine	94	67	12,6	12,8	807
C7	Furfural	96	95	12,9	12,97	810
C8	Furfurol	98	97	13,4	14,2	831
K40	Isoamyl acetate	70	87	14,5	15,64	855
K25	3-Methylbutanoïque acid	60	87	16,05	16,71	873
B9	2,5-Dimethylpyrazine	108	81	17,5	18,03	895
B6	2,3-Dimethylpyrazine	108	67	18,55	18,64	904
G49	Benzaldehyde	106	105	20	21,93	942
A33	Methionol	106	73	22,5	22,93	954
J60	Ethyl hexanoate (caproate)	88	99	24	25,23	980
B55	2-Ethyl-3-methylpyrazine	121	122	25,8	25,99	989
C4	Furaneol	128	85	28,9	29,74	1026
J40	Heptanoic acid	73	87	31,5	32,38	1050
A27	2-Acetylthiophene	111	126			
G65	2-Phenyl ethanol	91	92	34,5	37,6	1097
G36	4-Ethylphenol	107	122	40	43,01	1141
E15	Abhexon	97	142	43,5	43,64	1146
J42	Octanoic acid	73	115	45	46,14	1166
J159	Ethyl octanoate (caprylate)	88	127	47	47,6	1177
G192	4-Vinylphenol	120	105	49	49,4	1192
G48	Ac. phenylacétique	91	136	58	58,53	1262
E8	γ -Nonalactone	85	100	65	67,22	1337
G100	Vanilline	151	152	69	71,23	1377
J57	Ethyl decanoate (caprinate)	88	101	71,6	72,02	1384
G103	Ethyl cinnamate	131	103	75	77,24	1452
G121	4-Vinyl-syringol	165	180	80	82,03	1526

Code INBR	Nom	Ion 1 (m/z)	Ion 2 (m/z)	Start Time (min)	Tr (min)	IR
E4	δ-Dodecalactone	99	114	87	90,78	1696

Programme SIM 4

Tableau V-4. Programme SIM 4.

Code INBR	Nom	Ion 1 (m/z)	Ion 2 (m/z)	Start Time (min)	Tr (min)	IR
B45	Pyrazine	80	53	6	9,82	732
K76	Ethyl isobutanoate	71	116	10	10,13	740
K26	Isobutyl acetate	73	86	10,5	10,61	753
J36	Butanoic acid	60	73	11	12,7	806
J88	Propanoic acid	74	73	12,59	13,32	816
J74	1-Hexanol	56	69	14	14,92	843
J85	Pentanoic acid	60	73	14	15,61	855
A1	Methional	104	76	16	16,82	875
B10	2,6-Dimethylpyrazine	108	109	17	18,01	895
C13	5-Methylfurfural	110	109	19	21,53	937
J72	Hexanoic acid	73	87	21,8	22,67	951
J176	1-Octen-3-ol	57	72	23,05	24,06	967
B3	2,3,5-Trimethylpyrazine	122	81	25	25,69	986
G68	Phenylacetaldehyde	91	120	27	29,29	1022
G43	4-Methyl-phenol	107	108	32	33,08	1056
A27	2-Acetylthiophene	111	126			
C2	Maltol	126	97	36	36,57	1088
J103	trans-2-Nonenal	70	83	40	43,06	1141
B5	2,3-Diethylpyrazine	121	136	43,6	44,26	1151
G193	4-Methyl-guaiacol	138	123	47	47,68	1178
C12	5-Hydroxymethylfurfural	97	126	48,2	49,03	1189
G165	4-Ethyl-guaiacol	137	152	56,65	58,01	1258
G99	4-Vinylguaiacol	135	150	59	62,2	1290
G23	Eugenol	164	149	64	68,37	1348
J37	Decanoic acid	73	129	69	71,36	1378
E6	γ-Decalactone	85	128	74	76,67	1444
E3	δ-Decalactone	99	114	77	78,68	1473
J38	Dodecanoic acid	73	200	82	83,07	1544

VI. Annexe VI

Deux méthodes différentes ont été réalisées afin de réaliser ces droites de calibration. Les graphiques en bleu correspondent à la calibration expliquée dans le § 3.9. Pour chaque niveau de calibration, la même quantité d'IST est systématiquement ajoutée (à savoir 5 ppm). Le graphe de la surface de réponse de l'IST en fonction du rapport de leurs concentrations est observable à la *figure 3.9-1*. La pente de cette droite est égale au rapport des coefficients de réponse du composé d'intérêt et de l'IST ($CR_{(X)}/CR_{(IST)}$). Les graphiques rouges correspondent quant à eux à une autre méthode de calibration. L'IST n'est pas ajouté dans l'échantillon avec le composé d'intérêt mais fait l'objet d'une droite de calibration également. Les deux droites mises ensemble permettent alors de fournir chacune un coefficient de réponse. Le rapport de ces coefficients est ensuite calculé.

Droites de calibration des alcools en mode full scan

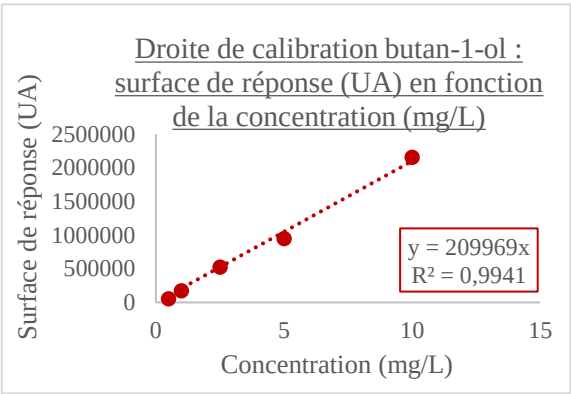


Figure VI-1. Droite de calibration du butan-1-ol.

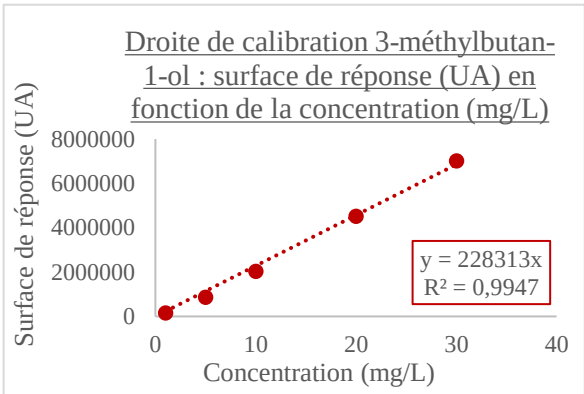


Figure VI-2. Droite de calibration du 3-méthylbutan-1-ol.

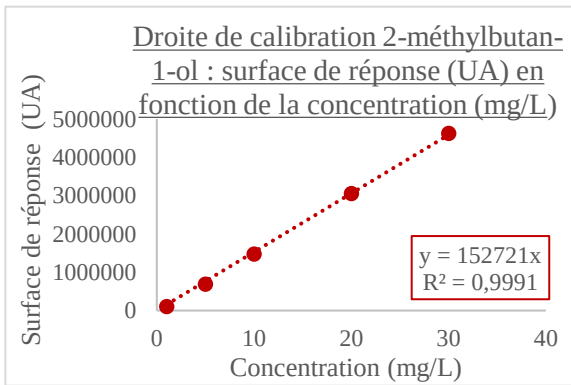


Figure VI-3. Droite de calibration du 2-méthylbutan-1-ol.

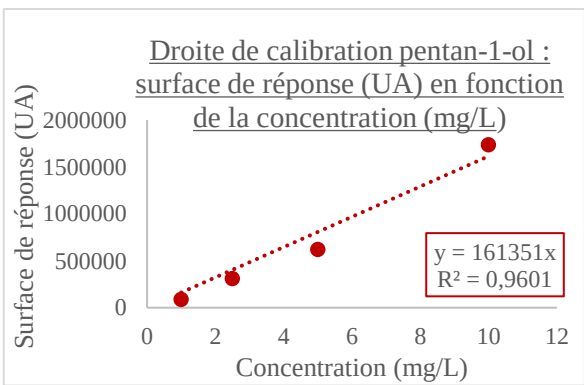


Figure VI-4. Droite de calibration du pentan-1-ol.

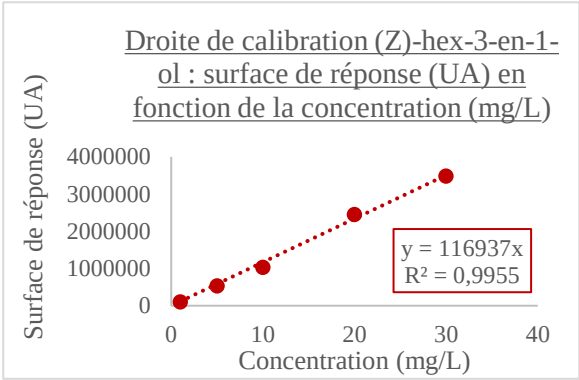


Figure VI-5. Droite de calibration du (Z)-hex-3-en-1-ol.

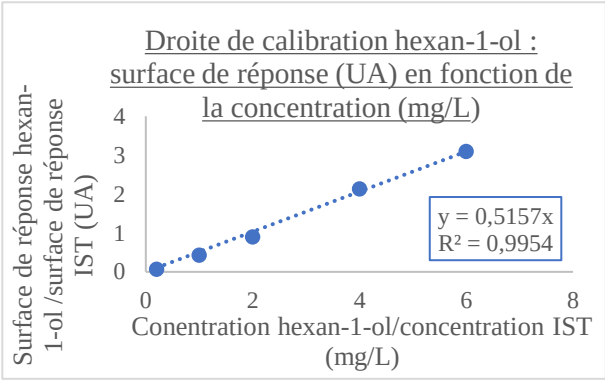


Figure VI-6. Droite de calibration de l'hexan-1-ol.

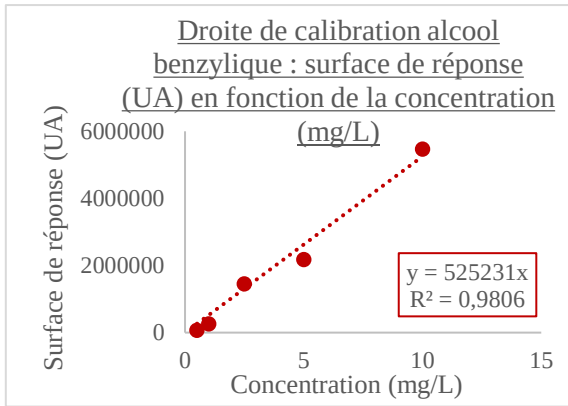


Figure VI-7. Droite de calibration de l'alcool benzylique.

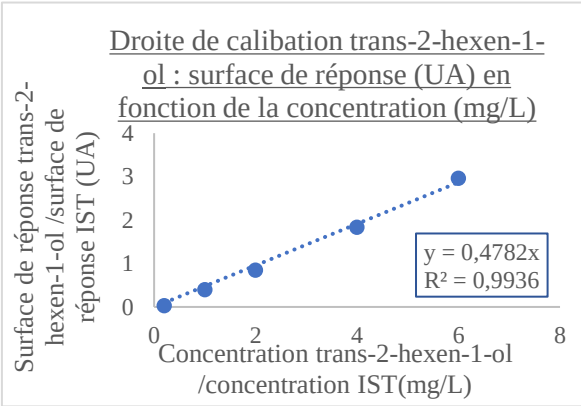


Figure VI-8. Droite de calibration du trans-2-hexen-1-ol.

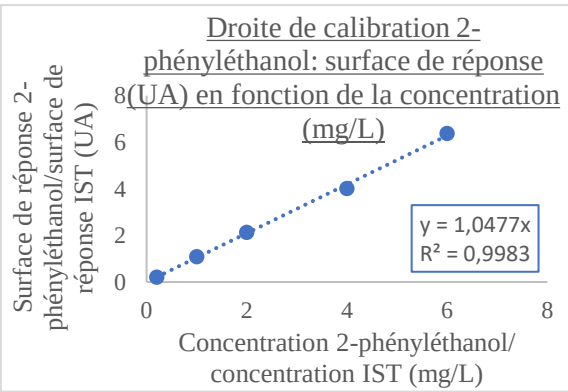


Figure VI-9. Droite de calibration du 2-phényléthanol

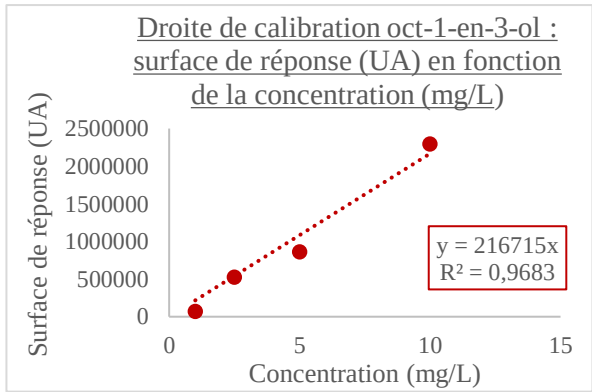


Figure VI-10. Droite de calibration de l'oct-1-en-3-ol.

Droites de calibration des cétones en mode full scan

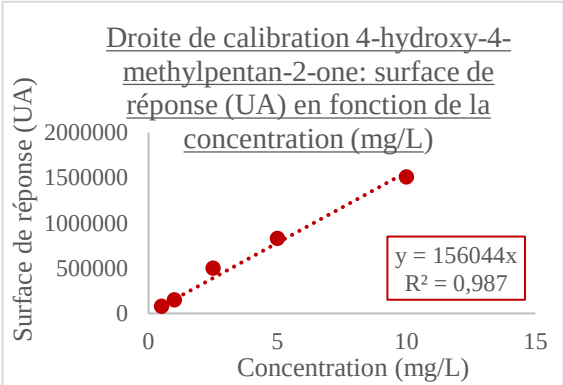


Figure VI-11. Droite de calibration du 4-hydroxy-4-methylpenan-2-one.

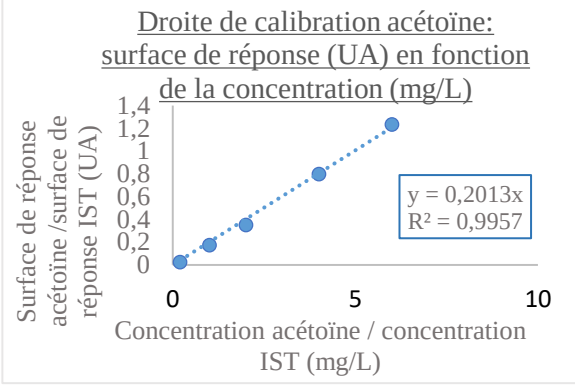


Figure VI-12. Droite de calibration de l'acétoïne.

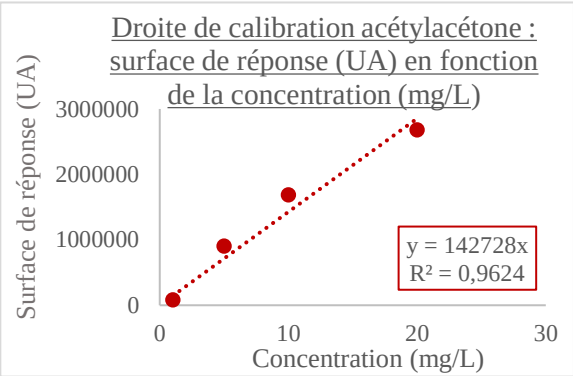


Figure VI-13. Droite de calibration de l'acétylacétone

Droites de calibration des aldéhydes en mode full scan

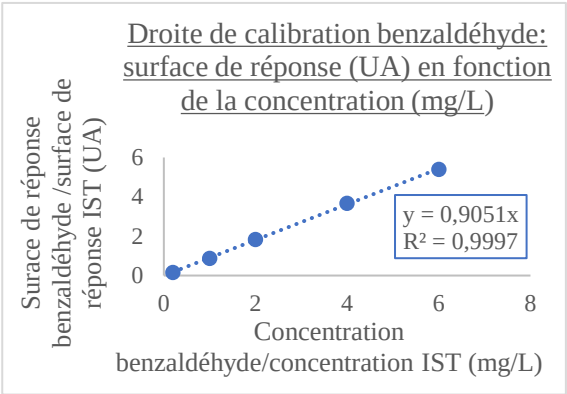


Figure VI-14. Droite de calibration du benzaldéhyde.

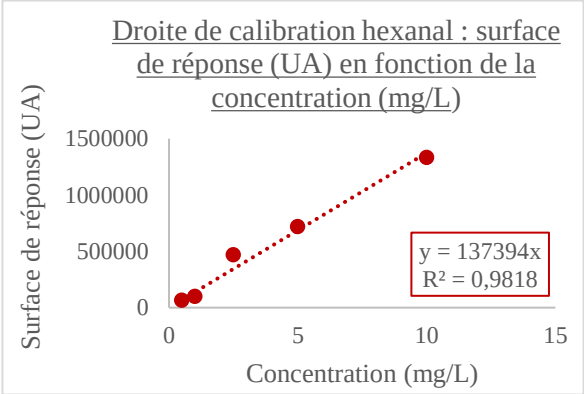


Figure VI-15. Droite de calibration de l'hexanal.

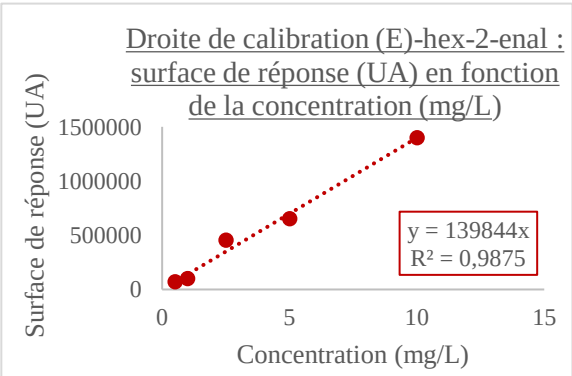


Figure VI-16. Droite de calibration de l'(E)-hex-2-enal.

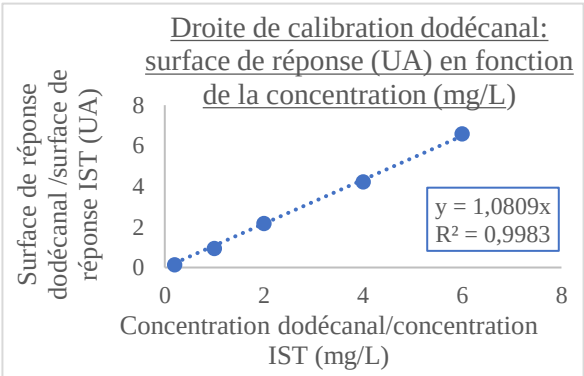


Figure VI-17. Droite de calibration du dodécanal.

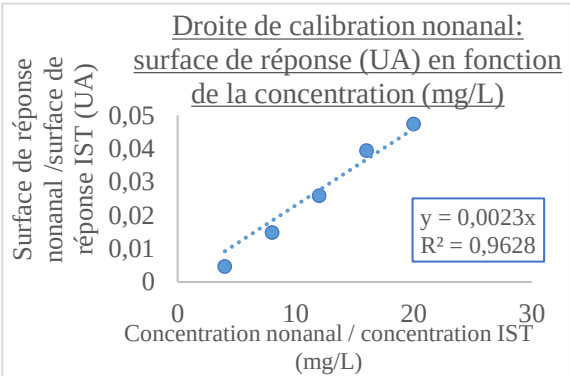


Figure VI-18. Droite de calibration du nonanal.

Droites de calibration des esters éthyliques en mode full scan

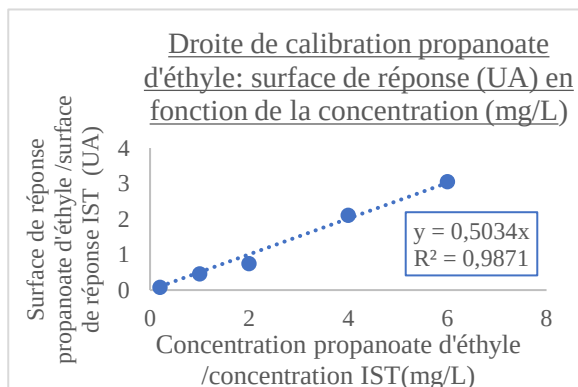


Figure VI-19. Droite de calibration du propanoate d'éthyle.

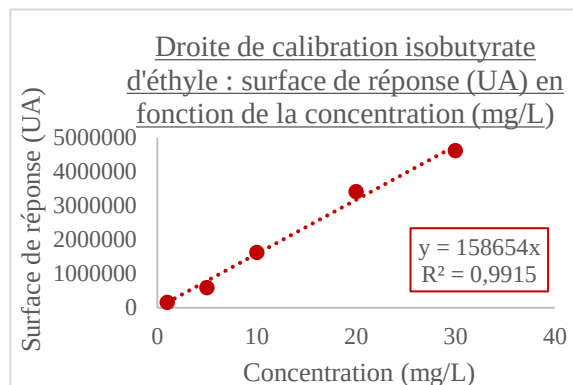


Figure VI-20. Droite de calibration de l'isobutyrate d'éthyle.

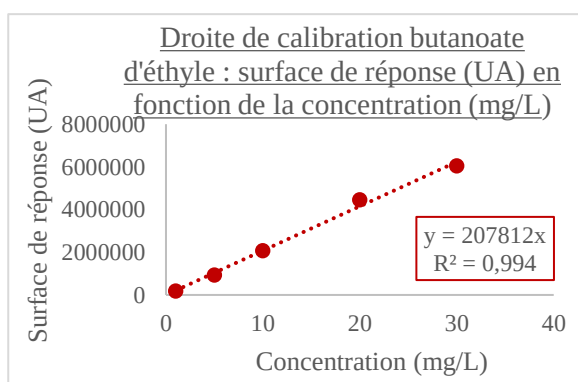


Figure VI-21. Droite de calibration du butanoate d'éthyle.

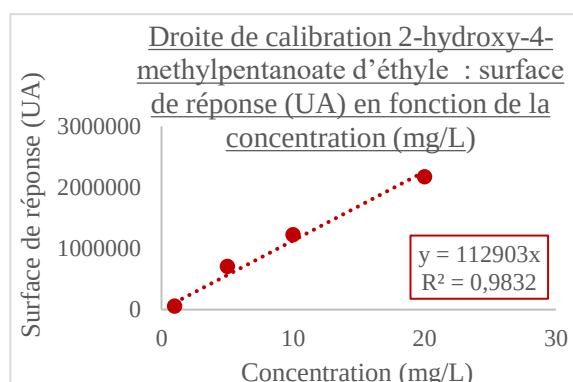


Figure VI-22. Droite de calibration du 2-hydroxy-4-méthylpentanoate d'éthyle.

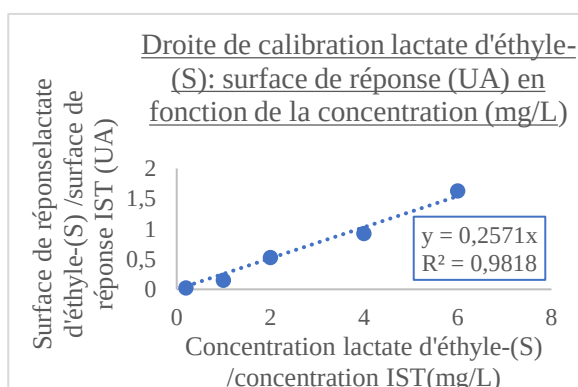


Figure VI-23. Droite de calibration du l'acétate d'éthyle-(S).

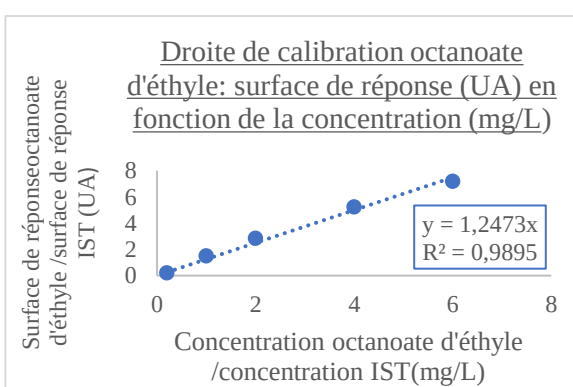


Figure VI-24. Droite de calibration de l'octanoate d'éthyle.

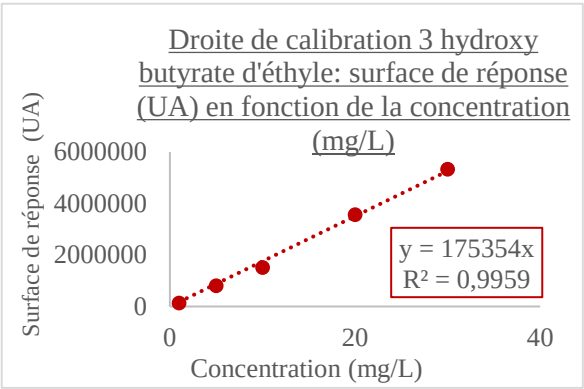


Figure VI-25. Droite de calibration du 3 hydroxy butyrate d'éthyle.

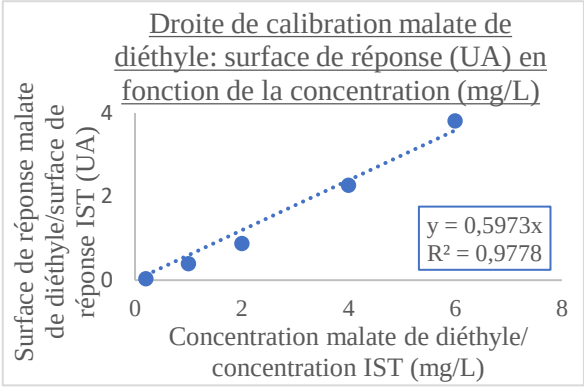


Figure VI-26. Droite de calibration du malate de diéthyle.

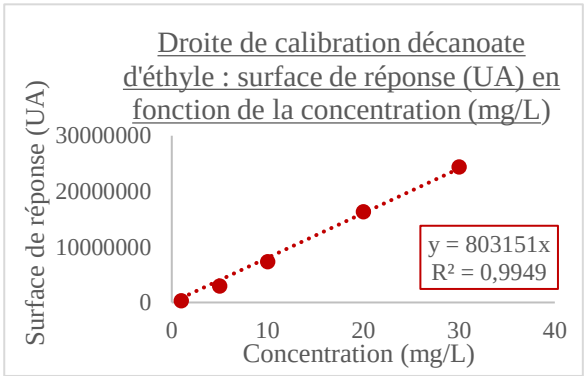


Figure VI-27. Droite de calibration du décanoate d'éthyle.

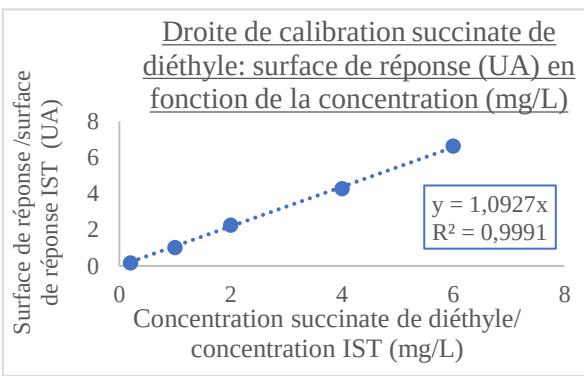


Figure VI-28. Droite de calibration du succinate de diéthyle.

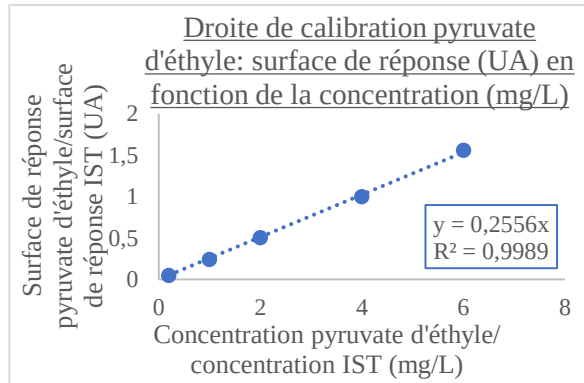


Figure VI-29. Droite de calibration du pyruvate d'éthyle.

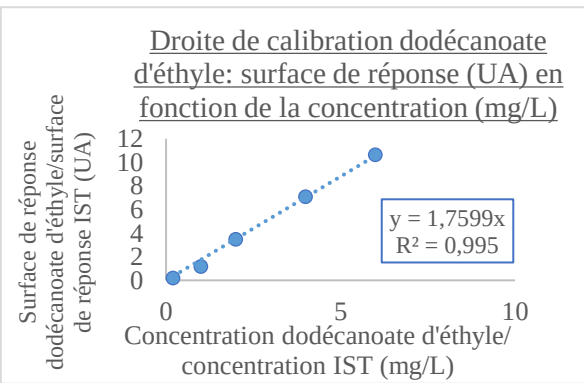


Figure VI-30. Droite de calibration du dodécanoate d'éthyle.

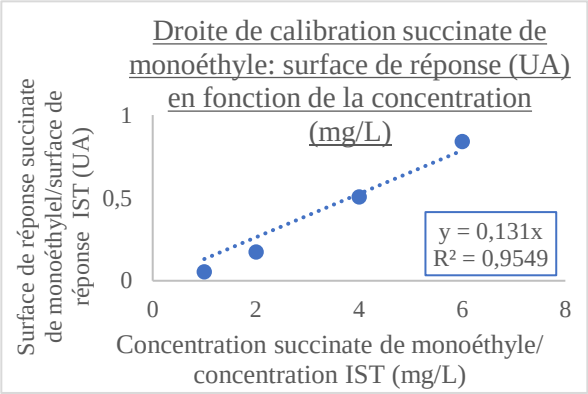


Figure VI-31. Droite de calibration du succinate de monoéthyle.

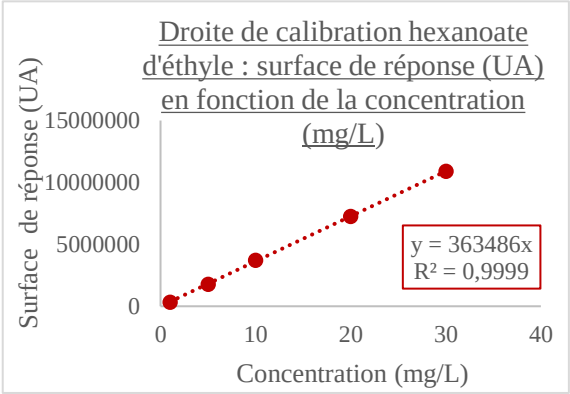


Figure VI-32. Droite de calibration de l'hexanoate d'éthyle.

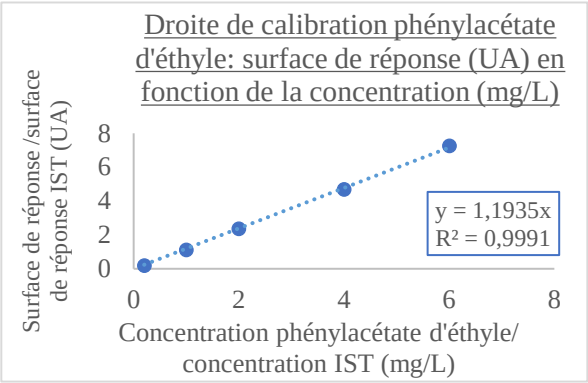


Figure VI-33. Droite de calibration du phénylacétate d'éthyle.

Droites de calibration des esters d'alcools supérieurs en mode full scan

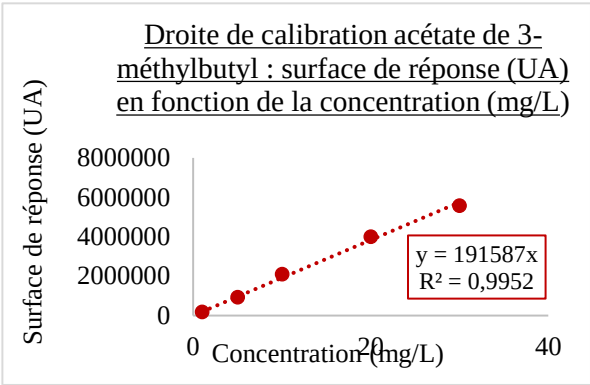


Figure VI-34. Droite de calibration de l'acétate de 3-méthylbutyl.

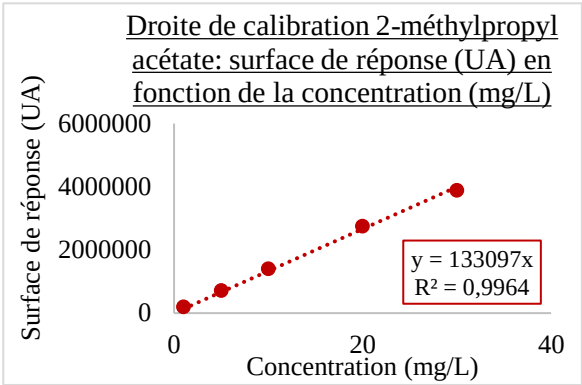


Figure VI-35. Droite de calibration du 2-méthylpropyl acétate.

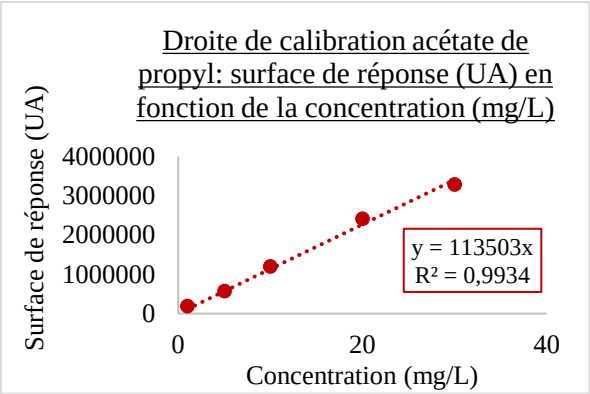


Figure VI-36. Droite de calibration de l'acétate de propyl.

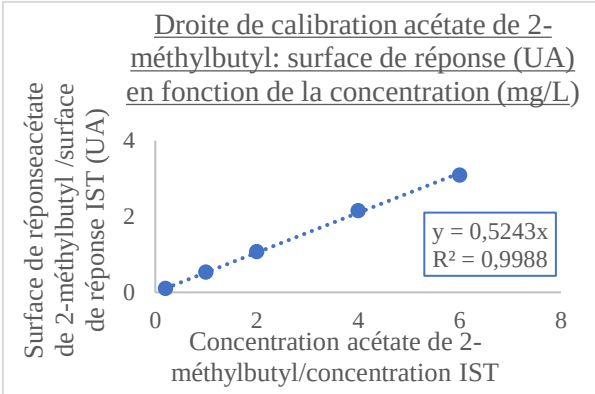


Figure VI-37. Droite de calibration de l'acétate de 2-méthylbutyl.

Droites de calibration des acides en mode full scan

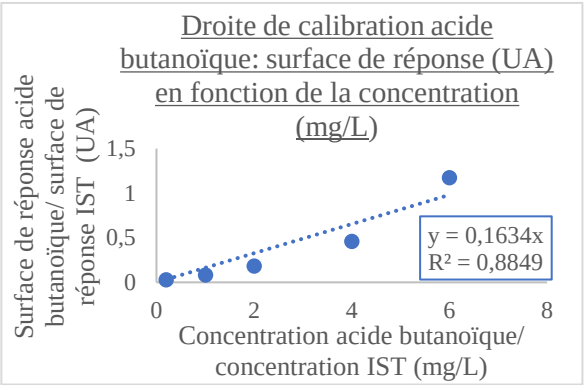


Figure VI-38. Droite de calibration de l'acide butanoïque.

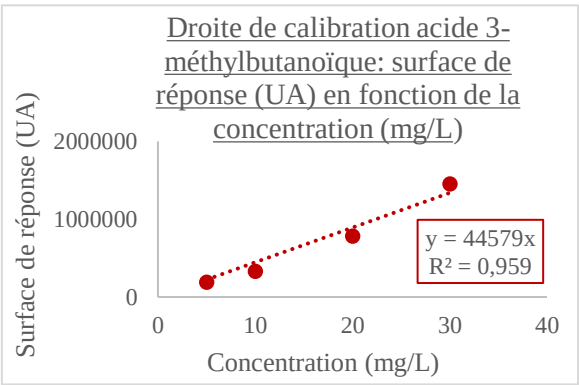


Figure VI-39. Droite de calibration de l'acide 3-méthylbutanoïque.

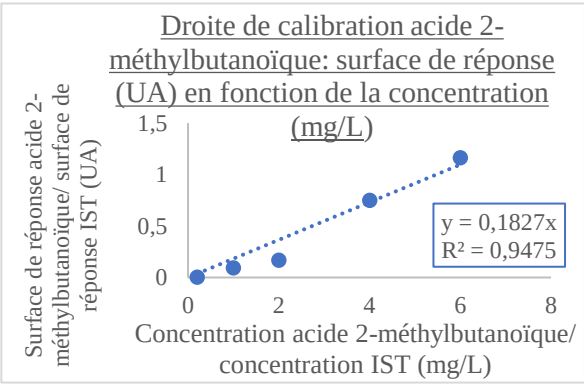


Figure VI-40. Droite de calibration de l'acide 2-méthylbutanoïque.

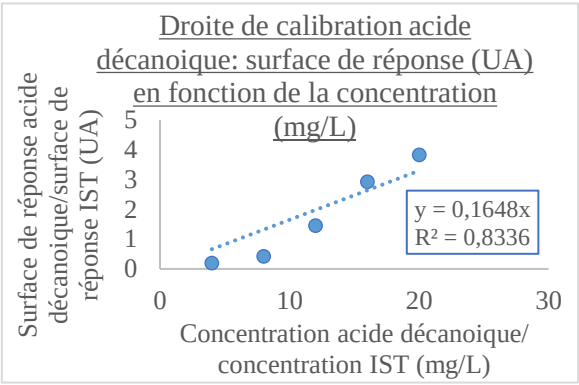


Figure VI-41. Droite de calibration de l'acide décanoïque.

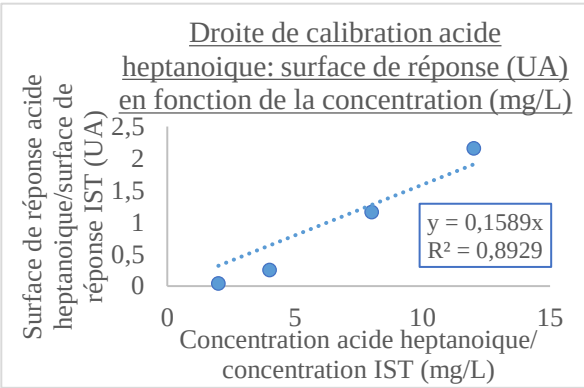


Figure VI-42. Droite de calibration de l'acide heptanoïque.

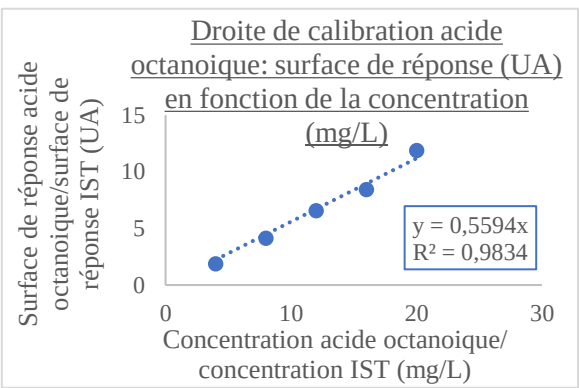


Figure VI-43. Droite de calibration de l'acide octanoïque.

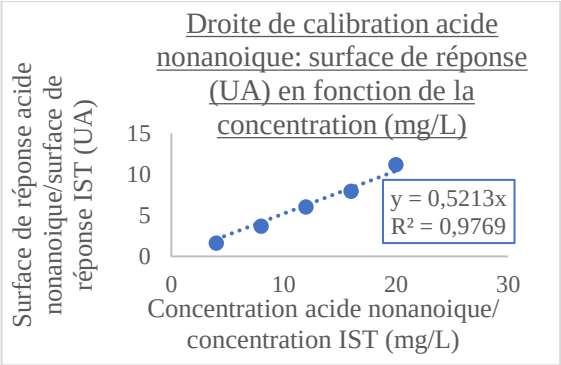


Figure VI-44. Droite de calibration de l'acide nonanoïque.

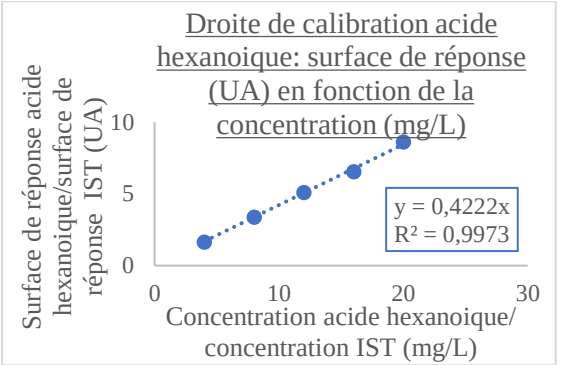


Figure VI-45. Droite de calibration de l'acide hexanoïque.

Droites de calibration des hétérocycles en mode full scan

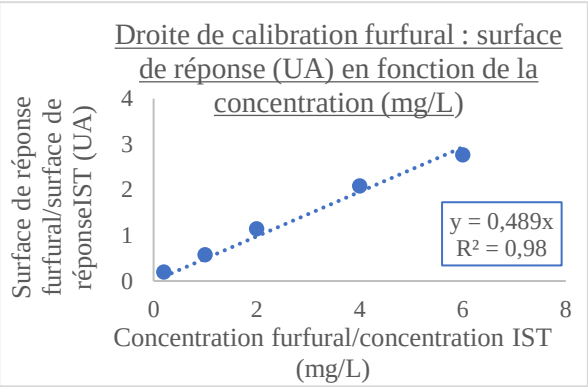


Figure VI-46. Droite de calibration du furfural.

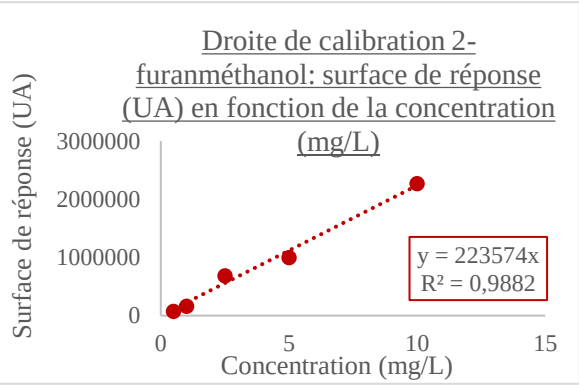


Figure VI-47. Droite de calibration du 2-furanméthanol.

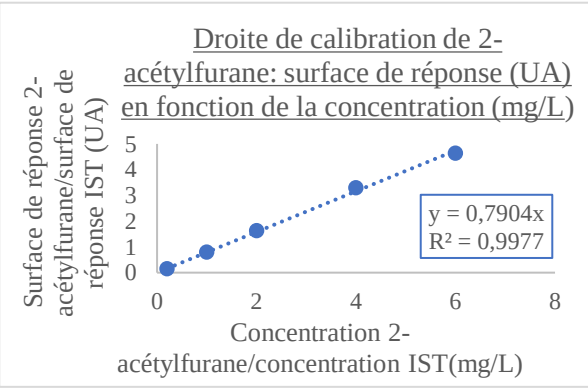


Figure VI-48. Droite de calibration du 2-acétylfurane.

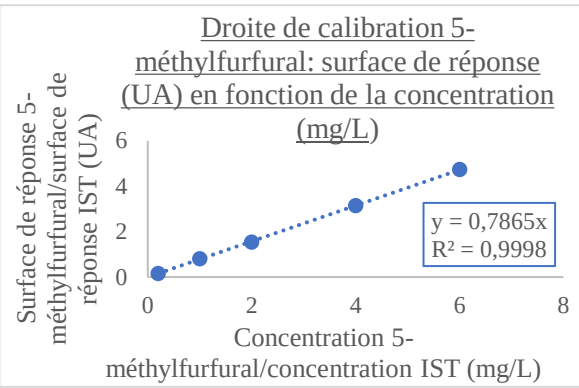


Figure VI-49. Droite de calibration du 5-méthylfurfural.

Droites de calibration des terpénoïdes en mode full scan

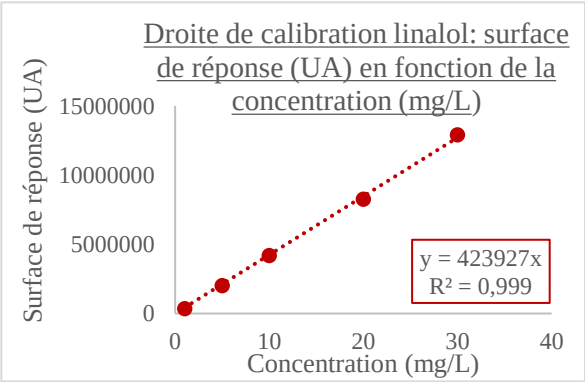


Figure VI-50. Droite de calibration du linalol.

Droite de calibration du 1-méthylpyrrole-2-carboxaldehyde en mode SIM (B107)

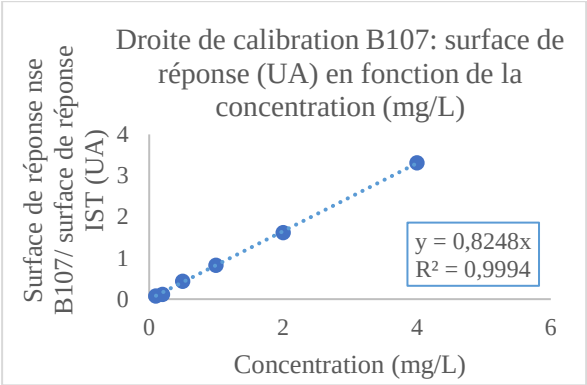


Figure VI-51. Droite de calibration du 1-méthylpyrrole-2-carboxaldehyde.

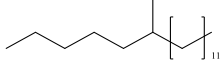
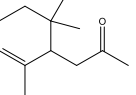
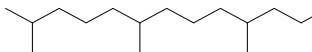
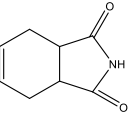
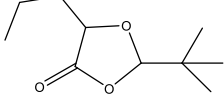
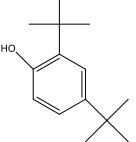
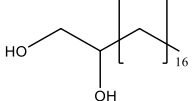
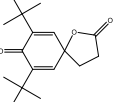
VII. Annexe VII

Tableau VII-1. Récapitulatif des différentes molécules ne rentrant pas dans les autres familles du moût 2017 et des vins 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières.

Autres composés														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP-Sil 5 CB	Concentra-tion moût 2017 (ppm)	Concentra-tion vin 2015 (ppm)	Concentra-tion vin 2016 (ppm)	Concentra-tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
2-Ethylloxetane		6,65	654	nd	0,100 ^{IST}	nd	tr		MS	57/41/56 /43/42	/	43,1/57/41 /86/42,1	/	43,1/57/41,1 /42/56,1
[Tert-butyl(dimethyl)silyl]trifluoromethanesulfonate		6,84	667	nd	nd	tr	nd		MS	77/207/57/1 41/69	/	/	77/57/83,9 /85,9/49	/
3-Methylbutyraldehyde oxime		8,79	745	tr	nd	nd	nd		MS	44/43/41/58 /29	59/43/41 /83,8/48,9	/	/	/
1-Methoxy-3-methyl-3-hydroxybutane		9,21	758	nd	nd	d	nd		MS	45/43/59/41 /29	/	/	45/71/43 /61/41	/
2-Butyl-3-methyloxirane		9,32	761	nd	nd	d	nd		MS	45/42/43/55 /85	/	/	45/43/85 /55/100	/
2-Méthyl-2,4-diméthoxybutane		9,57	770	nd	nd	0,019 ^{IST}	nd		MS	73/45/85/43 /41	/	/		/
Sec-Butyl nitrite		9,68	773	nd	tr	d	nd		MS	43/57/41/45 /44	/	43/42,1/116 /85/55	43,1/55,1/42 /70,1/45,1	/
3-Ethoxypropan-1-ol		11,48	817	nd	nd	0,050 ^{IST}	0,355 ^{IST}		MS	31/59/29/58 /45	/	/	59/58,1/45 /57/71,1	59,1/58/57 /45,1/71,1
2-Prop-2-ynoxycyclohexan-1-ol		12,30	833	nd	nd	nd	0,028 ^{IST}		MS	41/39/82/29 /70	/	/	/	41,1/69,1/88 /67/98
1,2,3,3,4-Pentamethylcyclopentene		15,54	894	nd	nd	0,007 ^{IST}	nd		MS	123/81/41/5 5/39	/	/	123/43/55 /41,1/70	/
4,4-Diethoxy-2-methylbut-1-ene		15,75	899	nd	tr	nd	nd		MS	47/103/29/7 5/41	/	43,1/47/55 /103/45	/	/
1-Nonene		15,76	899	nd	d	nd	nd		MS	43/56/55/41 /69	/	/	/	/
1,1-Diethoxy-2-methylpropane		15,76	899	nd	nd	nd	d		MS	103/73/47/7 5/101	/	/	/	47/103/75 /73/43
2,5-Hexanedione,3,4-dihydro-3,4-dimethyl		15,89	901	nd	nd	0,021 ^{IST}	0,028 ^{IST}		MS	43/88/89/13 1/55	/	/	43/45/88 /89,1/87	43/45,1/88 /89/87
2-Dodecyloxirane		16,17	905	tr	nd	nd	nd		MS	41/43/55/71 /29	43/41/67 /55/70,9	/	/	/

Autres composés														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP- Sil 5 CB	Concentra- -tion moût 2017 (ppm)	Concentra- -tion vin 2015 (ppm)	Concentra- -tion vin 2016 (ppm)	Concentra- -tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
Sec-Butyl nitrite		17,65	923	d	nd	nd	nd		MS	43/57/41/45 /44	43/85,9/57 /60/41	/	/	/
1,3-Propanediol diacetate		17,73	925	nd	nd	0,061 ^{IST}	0,117 ^{IST}		MS	43/15/61/29 /100	/	/	43/61/88,1 /57/75,1	43/61/88 /57,1/75
4-Acétate (S)-(-)-1,2,4-butanetriol		17,91	926	nd	d	0,070 ^{IST}	nd		MS	43/57/61/99 /58	/	43,1/61/75 /88/57,1	43/61/88 /57/75	/
2,6-Dimethylundecane		20,82	964	d	0,023 ^{IST}	nd	nd		MS	57/71/43/41 /56	43,1/69/41 /71,1/57	71,1/57,1/43 /85,1/41,1	/	/
Dimethyltrisulfide (DMTS) A32		-	965	[nd]	[nd]	[tr]	[tr]		[SIM]	[126; 79]	/	/	/	/
1H-pyrrole-2-carbaldehyde		21,77	976	nd	d	d	nd		MS	95/94/66/39 /38	/	95/94/66 /60/57,1	95/94,1/66,1 /60,1/73	/
1-Méthyl-6,7-dioxabicyclo[3.2.1]octane		21,79	976	d	nd	nd	nd		MS	43/58/71/41 /39	43/71,1/95,1 /58/41	/	/	/
O-decylhydroxylamine		22,21	982	0,006 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	43/57/41/71 /55	57/85/43 /70,1/71,1	/	/	/
1-Methoxy-tricyclo[4,3,1,1(3,8)]undecane		22,53	986	d	nd	nd	nd		MS	109/180/110 /123/41	109,1/123,1/4 3 /91/124	/	/	/
4-Methyldec-1-ene		23,83	1002	nd	tr	nd	nd		MS	57/43/71/41 /29	/	71/43/41 /55/57	/	/
1-Methylpyrrolidin-2-one		24,36	1007	nd	nd	tr	nd		MS	99/44/42/98 /28	/	/	99/98,1/44 /42/41	/
(Z)-N-methoxy-3,5-dimethylcyclohex-2-en-1-imine (2-cyclohexen-1-one,3,5-dimethyl-O-methyloxime)		25,19	1015	d	nd	nd	nd		MS	83/55/43/98 /39	83/43/98 /122/125	/	/	/
1,2:5,6-Di-O-isopropylidene-α-d-ribohexafuranos-3-ulose		27,98	1042	0,067 ^{IST}	0,016 ^{IST}	nd	nd		MS	101/43/85/7 1/59	43/101/85 /58/59	43/101/85 /59/58,1	/	/
1,4-Butanediol diacetate		28,452	1046	nd	nd	0,009 ^{IST}	nd		MS	43/54/15/42 /71	/	/	43/61/71,1 /42,1/73	/
2,4,6-Trimethyldecane K8		29,60	1058	nd	nd	nd	0,026 ^{IST}		MS	43/57/71/85 /41	57/43/85 /71/41,1	/	/	71,1/57,1/43 /85/70,1
1H-Inden-1-ol,2,4,5,6,7,7a-hexahydro-4,4,7a-trimethyl		30,65	1068	tr	nd	nd	nd		MS	147/165/180 /43/123	43,1/123/95 /165/105	/	/	/
9-Oxa-bicyclo [3,3,1]nonane-1,4-diol		30,86	1070	tr	nd	nd	nd		MS	58/57/43/55 /29	43/72/114 /55,1/58	/	/	/

Autres composés														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP- Sil 5 CB	Concentra- -tion moût 2017 (ppm)	Concentra- -tion vin 2015 (ppm)	Concentra- -tion vin 2016 (ppm)	Concentra- -tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
1,3-Dioxolane, 4-[[[(2-methoxy-4-octadecenyl)oxy]methyl]-2,2-dimethyl		31,44	1075	nd	nd	0,097 ^{IST}	nd		MS	71/43/101/73/57	/	/	43/117/101,1/55/132	/
α-Methyl-α-[4-methyl-3-pentenyl]oxiranemethanol		31,65	1078	nd	0,015 ^{IST}	0,007 ^{IST}	nd		MS	59/94/43/111/93	/	59/94,1/93/111/43,1	59,1/94,1/93/111,1/43	/
1,7-Dioxaspiro[5.5]undec-2-ene		35,08	1110	tr	nd	nd	nd		MS	98/43/55/41/39	43/83/98/73,1/43,8	/	/	/
2,6-Dimethylocta-3,7-diene-2,6-diol		37,93	1133	d	nd	nd	nd		MS	82/71/43/67/41	82,1/43/71/67,1/55	/	/	/
Dodec-1-ene		44,54	1188	nd	0,019 ^{IST}	nd	0,037 ^{IST}		MS	41/43/55/56/69	/	55/69,1/43,1/70,1/83	/	55,1/69,1/83/70,1/56
2-Heptanone,6-(3-acetyl-1-cyclopropen-1-yl),3-hydroxy-6-me		52,30	1250	0,014 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	43/181/123/95/109	43/123,1/181,1/85/121	/	/	/
(Z)-Dodec-5-en-4-olide		52,80	1254	nd	d	nd	nd		MS	111/41/55/81/67	/	111,1/43/126,1/73,1/87	/	/
1-(2-Ethyl-4-methyl-1,3,2-dioxaborolan-4-yl)-ethanone		55,05	1235	0,027 ^{IST}	nd	0,052 ^{IST}	nd		MS	113/57/43/112/28	43/113/83/55,1/111,1	/	43/113/83,1/55/82	/
p-Menthane-1,2,3-triol		55,95	1278	nd	nd	0,009 ^{IST}	nd		MS	112/43/81/71/84	/	/	43/112,1/95,1/109,1/97	/
2-Octen-1-ol, 7-[[[(tetrahydro-2H-pyran-2-yl)oxy]-,(E)-		56,49	1282	0,025 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	85/109/67/55/41	85/43/109/58/67	/	/	/
Acetic acid,4-t-butyl-4-hydroxy-1,5-dimethyl-hex-2-enyl ester		57,19	1288	0,032 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	125/43/57/139/83	43/125/57/83/85	/	/	/
1-(4-Hydroxy-3-methylphenyl)ethanone		57,87	1293	nd	d	nd	nd		MS	135/150/107/77/79	/	150/135/107/77,1/43	/	/
1,2-Diéthyl-1,2-cyclohexanediol		61,84	1327	nd	nd	0,063 ^{IST}	nd		MS	85/125/57/98/55	/	/	43/85/125/57/83	/
4-(3-Hydroxy-2,2,6-trimethyl-7-oxa-bicyclo[4.1.0])hept-1-yl		62,29	1331	nd	nd	0,016 ^{IST}	nd		MS	43/123/109/41/55	/	/	43/85/123,1/60/166	/
2-Hydroxy-3-methyl diethyl succinoate		64,86	1353	nd	nd	0,135 ^{IST}	nd		MS	85/131/73/29/42	/	/	85/131/159,1/86/57	/

Autres composés														
Nom	Structure chimique	Tr (min)	IR (CP- Sil 5 CB	Concentra- -tion moût 2017 (ppm)	Concentra- -tion vin 2015 (ppm)	Concentra- -tion vin 2016 (ppm)	Concentra- -tion vin 2017 (ppm)	Odeur [Threshold (ppm)]	Identification	Ions maj. théorique (m/z)	Im. M17	Im. V15	Im. V16	Im. V17
6-Methyl octanedécane		66,59	1369	0,008 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	57/43/28/41 /71	43/57,1/71,1 /85,1/41	/	/	/
Cyclohexene, 1,5,5-trimethyl-6-acetylmethyl-		68,57	1386	d	nd	nd	nd		MS	123/43/41/9 5/81	43/123/44 /147/41	/	/	/
2,6,10-Trimethyltetradecane		69,26	1392	tr	nd	nd	nd		MS	57/43/71/85 /41	43/57/71 /85,1/44	/	/	/
1,2,3,6-Tetrahydrophtalimide		69,97	1398	0,006 ^{IST}	nd	nd	nd		MS	79/80/151/7 7/123	79/151,1/80 /43/123	/	/	/
2-t-Butyl-5-propyl-[1,3]dioxolan-4-one		70,16	1400	nd	nd	0,019 ^{IST}	0,013 ^{IST}		MS	57/55/101/7 3/41	/	/	71,1/43/57,1 /129/101	129/101/71,1 /43,1/57,1
2,4-Ditert-butylphenol		77,66	1499	0,011 ^{IST}	0,088 ^{IST}	0,009 ^{IST}	0,077 ^{IST}		MS	191/57/41/2 06/192	191,1/43/206, 1 /57/192,1	191,1/206,2/1 92,1 /57,1/163	191,1/57/137, 1 /206,1/73,1	191,1/206,1/1 92,1 /57,1/163,1
Octadecane-1,2-diol		83,04	1591	nd	0,013 ^{IST}	nd	nd		MS	57/43/55/83 /69	/	83,1/97,1/43 /69,1/57	/	/
7,9-Di-tert-butyl-1-oxaspiro[4.5]deca-6,9-diene-2,8-dione		96,97	1908	0,040 ^{IST}	0,018 ^{IST}	0,070 ^{IST}	nd		MS	57/205/55/1 75/217	207/281/205,1 /57/43	207/205,1/281 /57,1/217,1	207/205,1/281 ,1 /57,1/217,2	/

Légende :¹Gambetta *et al.* (2014), ²Pubchem (Open Chemistry Database), ³Bartowsky *et al.* (2009) ⁴Guth (1997) ⁵The Good Scents Company ⁶Campo *et al.* (2006) ⁷Ferreira *et al.* (2005) ⁸Tal *et al.* (2007). ^aeau ^bsolution aqueuse d'éthanol à 11% contenant 7g/L de glycérol et 5g/L d'acide tartrique ^csolution aqueuse d'éthanol à 10% ^dsolution aqueuse d'éthanol à 10% contenant 7 g/L de glycerine à pH 3.2 ^evin blanc neutre ^fvin ^gsolution hydroalcoolique.

VIII. Annexe VIII

Les concentrations reprises dans le *tableau VI-1* ci-dessous sont les concentrations calculées en mode « full scan » et par rapport à la concentration et à la surface de l'IST.

Tableau VIII-1. Comparaison des concentrations des composés issus de deux SAFE différents du vin 2016 (domaine des Marnières).

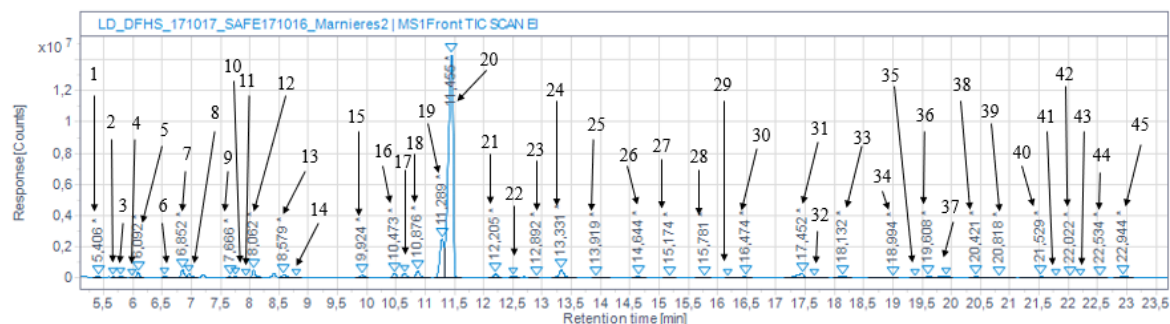
Nom du composé	RT (min) Jan	Concentration SAFE janvier	Concentration SAFE octobre	Concentration moyenne
Acétate d'éthyle	5.34	3.296232142	3.742	3.519116071
2-Méthyl propan-1-ol	5.61	1.751425677	2.211	1.981212838
3-Méthylbutanal	6.06	/	0.024266266	0.024266266
Butan-1-ol	6.22	0.0898493	0.108724635	0.099286968
Cyanate d'isobutyle	6.4	/	0.004936146	0.004936146
3,3-Diméthyl-2,4-pentanedione	6.65	/	0.010748366	0.010748366
4 -Méthylheptan-3-one	6.68	0.006769374	/	0.006769374
[Tert-butyl(dimethyl)silyl]trifluoromethanesulfonate	6.84	0.001105384	/	0.001105384
2-Méthylbutan-1-ol	6.96	1.14766489	1.366591765	1.257128328
Acétoïne	7.05	0.023065252	0.03453991	0.028802581
Propanoate d'éthyle	7.25	0.043636282	0.058763575	0.051199929
Acétate de propyl	7.28	0.029768081	0.043503813	0.036635947
2,4-Diméthylfuran	7.54	/	0.009223607	0.009223607
3-Méthylbutan-1-ol	8.2	9.076442704	10.23042909	9.653435895
5-Hexen-2-one	8.38	/	0.065961022	0.065961022
Isobutyrate d'éthyle	8.66	0.02422537	0.054697312	0.039461341
3,4-Dihydroxy-5-methyl-dihydrofuran-2-one	8.97	0.009826126	/	0.009826126
Acide butanoïque	9.07	0.084931055	0.209351794	0.147141425
1-Méthoxy-3-méthyl-3-hydroxybutane	9.21	0.003011155	0.004042914	0.003527035
2-Butyl-3-methyloxirane	9.32	0.002641028	/	0.002641028
Acétylacétone	9.34	/	0.098252315	0.098252315
Acide 3-nitropropionique	9.56	0.011692389	/	0.011692389
2-Méthyl-2,4-diméthoxybutane	9.57	/	0.018511335	0.018511335
Sec-butyl nitrite	9.68	0.003232407	/	0.003232407
2-Méthylpentan-3-ol	9.85	0.028327692	0.035768935	0.032048313
Butanoate d'éthyle	9.98	0.224117761	0.318978362	0.271548062
Lactate d'éthyle-(S)	10.53	1.207243073	1.417679721	1.312461397
Furan-2-carbaldéhyde	11.07	0.687986235	0.838002091	0.762994163
Acide 3-méthylbutanoïque	11.35	0.073146606	0.118074338	0.095610472
3-Ethoxypropan-1-ol	11.48	0.025586399	0.075189197	0.050387798
4-Méthylpentan-1-ol	11.59	0.017532246	0.019094542	0.018313394
Trans-2-butanoate d'éthyle	11.66	0.005728505	0.006438817	0.006083661
Acide 2-méthylbutanoïque	11.86	0.042017077	0.065609307	0.053813192
3-Méthylpentan-1-ol	12.02	0.036279	0.046830252	0.041554626
2-Furanméthanol	12.12	0.017769557	0.017490743	0.01763015
(E)-hex-3-en-1-ol	12.28	0.038635789	0.051156152	0.044895971
(Z)-hex-3-en-1-ol	12.55	0.050262859	0.068400312	0.059331586
Hexan-1-ol	13.18	1.48208	1.973607771	1.727843886
Acétate de 3-méthylbutyle	13.46	1.834664072	2.380777661	2.107720866
Acétate de 2-méthylbutyle	13.62	0.118117184	0.174265611	0.146191398
Acide 4-hydroxybutanoïque	14.12	0.154751251	0.186123513	0.170437382

Nom du composé	RT (min) Jan	Concentration SAFE janvier	Concentration SAFE octobre	Concentration moyenne
2-Acétylfurane	15.17	0.013397033	0.021658343	0.017527688
1,2,3,3,4-Pentaméthyl-cyclopentene	15.54	/	0.00729384	0.00729384
1,1-Diéthoxy 2-propanone	15.81	/	0.007513568	0.007513568
2,5-Hexanedione, 3,4-dihydroxy, 3,4-diméthyle	15.96	/	0.021018659	0.021018659
Méthyl-4-hydroxybutanoate	16.36	/	0.003670839	0.003670839
3-Hydroxybutanoate d'éthyle	16.66	0.116266542	0.157807504	0.137037023
4-Méthyle heptan-2-one	17.41	/	0.002733119	0.002733119
Acide 4-butoxy-butanoïque	17.59	0.006632934	/	0.006632934
1,3-Propanediol diacétate	17.81	0.060548086	/	0.060548086
4-Acétate (S)-(-)-1,2,4butanetriol	17.91	/	0.070141609	0.070141609
5-Méthylfurfural	18.51	0.178294969	0.229651534	0.203973251
Benzaldéhyde	18.88	0.004757478	0.007767565	0.006262522
Acide hexanoïque	20.96	2.169770916	2.711411786	2.440591351
1H-pyrrole-2-carbaldéhyde	21.77	0.00529843	/	0.00529843
Hexanoate d'éthyle	22.03	0.721605746	1.036511746	0.879058746
Acide hex-2-énoïque	23.01	0.095554443	0.120023375	0.107788909
Acétate d'hexyle	23.2	0.356341755	0.516492814	0.436417284
Acide 3-hydroxydodécanoïque	23.69	/	0.002477549	0.002477549
3-Hydroxy-4,4-diméthylloxolan-2-one	23.81	0.003291848	0.003638026	0.003464937
1-Méthylpyrrolidin-2-one	24.36	0.002516011	/	0.002516011
Acide dec-2-énoïque	24.4	/	0.001596151	0.001596151
Alcool benzylique	25.05	0.056427138	0.063967948	0.060197543
2-Phénylacétaldéhyde	25.54	0.008806553	/	0.008806553
Hex-2-énoate d'éthyle	25.82	0.059	0.038	0.049
2-Hydroxy-4-méthylpentanoate d'éthyle	27.67	0.028217256	0.035397301	0.031807278
1,4-Butanediol diacétate	28.45	0.009281033	/	0.009281033
Lactate d'isoamyle	28.79	0.014369182	0.012207502	0.013288342
Acide heptanoïque	29.01	0.005629016	/	0.005629016
Méthyl succinate d'éthyle	31.17	0.012021028	0.013167588	0.012594308
1,3-Dioxolane,4-[[[(2-methoxy-4-octandecenyl)oxy]méthyl]-2,2 diméthyle	31.44	0.002641822	0.19218639	0.097414106
α-Méthyl-α-[4-méthyl-3-pentenyl]oxiraneméthanol	31.65	0.007254983	/	0.007254983
Nonanal	32.46	0.017187794	/	0.017187794
Linalol	32.65	0.065286822	0.090233471	0.077760147
2-Phényléthan-1-ol	33.74	7.846181378	8.643746875	8.244964126
Butanoate-2-hydroxyméthyl d'éthyle	37.85	0.02176679	0.007429366	0.014598078
Succinate de monoéthyle	38.53	0.048277027	0.173729743	0.111003385
Butanedioate diéthyle	39.72	0.356355009	0.432835902	0.394595456
Acide octanoïque	42.02	4.307437542	5.440672809	4.874055175
3,6-Diméthyl-octan-2-one	42.83	/	0.015919758	0.015919758
Octanoate d'éthyle	43.6	1.224010618	1.689794456	1.456902537
2-Phénylacétate d'éthyle	50.14	0.23315412	0.316066844	0.274610482
Malate de diéthyle	50.6	0.839371784	0.870786829	0.855079306
(E) whisky lactone	53.57	0.048819298	0.187644215	0.118231757
Acide benzène-1,2-dicarboxylique	54.92	0.02083461	0.057072251	0.038953431
1-(2-Ethyle-4-méthyl-1,3,2-dioxaborolan-4-yl)éthanone	55.05	/	0.051622742	0.051622742
p-Menthane-1,2,3-triol	55.95	/	0.0086483	0.0086483
Acide 3-méthyl-décanoïque	56.63	0.003548126	/	0.003548126
(Z) whisky lactone	57.51	0.040880446	/	0.040880446
1,2-Diéthyl-1,2-cyclohexanediol	61.84	/	0.063538585	0.063538585

Nom du composé	RT (min) Jan	Concentration SAFE janvier	Concentration SAFE octobre	Concentration moyenne
4-(3-Hydroxy-2,2,6-triméthyl-7-oxa-bicyclo[4.1.0]hept-1-yl	62.29	/	0.015657818	0.015657818
Acide (E)-dec-3-énoïque	63.93	0.020711514		0.020711514
2-Hydroxy-3-méthyl diéthyle succinoate	64.86	0.098118567	0.172842533	0.13548055
Acide décanoïque	65.73	1.149803589	1.572443326	1.361123457
Vanilline	66.72	0.067293023	0.084020435	0.075656729
9-Décenoate d'éthyle	67.23	0.026327806	0.032994253	0.029661029
Décanoate d'éthyle	68.34	0.37662822	0.548768687	0.462698453
5-Oxopyrrolidine-2-carboxylate d'éthyle	69.54	0.117640412	0.133915432	0.125777922
2-t-Butyl-5-propyl-[1,3]dioxolan-4-one	70.25	/	0.018973692	0.018973692
Silver décanoate	70.6	0.000809883	0.022376157	0.01159302
Octanoate de pentyl	72.87	0.002843224	0.008954441	0.005898832
Acide 3-hydroxydodécanoïque	75.31	0.00730569	0.01685806	0.012081875
2,4-Di-tert-butylphenol	77.7	0.009609886	/	0.009609886
3-Hydroxytridécanoate d'éthyle	78.75	0.00653953	/	0.00653953
12,15-Octadecadiénoate de méthyle	79.81	0.005296199	/	0.005296199
Dodécanoate d'éthyle	82.5	0.017720846	/	0.017720846
Acide cis-13-eicosénoïque	87.09	0.005338576	0.012961615	0.009150095
3-(Octadecyloxy)-1,2-propanediol diacétate	88.49	0.003830368	/	0.003830368
7,9-Di-tert-butyl-1-oxaspiro(4,5)deca-6,9-diene-2,8-dione	97.04	0.069797546	/	0.069797546

IX. Annexe IX

Chromatogrammes de l'extrait de moût 2017 du domaine des Marnières



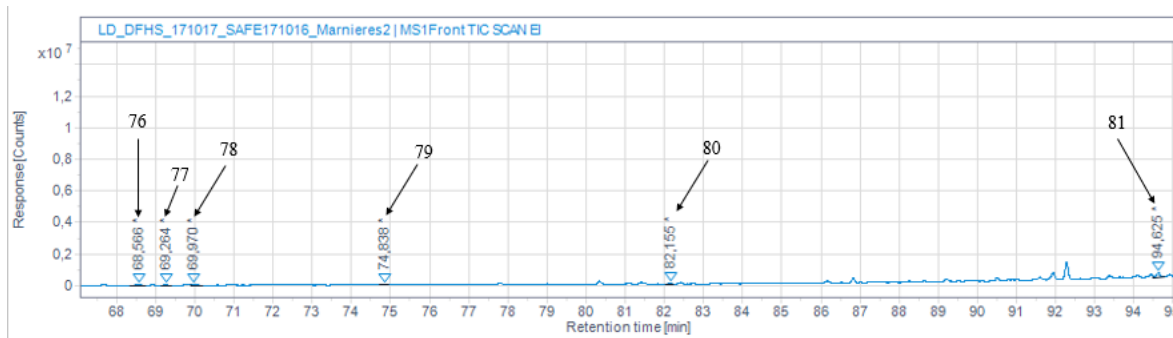


Figure IX-3. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de moût 2017 du domaine des Marnières – mode full scan. (76) Cyclohexene, 1,5,5-Trimethyl-6-acetylmethyl-, (77) 2,6,10-Trimethyltetradecane, (78) 1,2,3,6-Tetrahydrophtalimide, (79) 2,4-Ditert-butylphenol, (80) Acide cis-13-eicosénoïque, (81) 7,9-Di-tert-butyl-1-oxaspiro(4,5) Deca-6,9-diene-2,8-dione.

Chromatogrammes de l'extrait de vin 2015 du domaine des Marnières

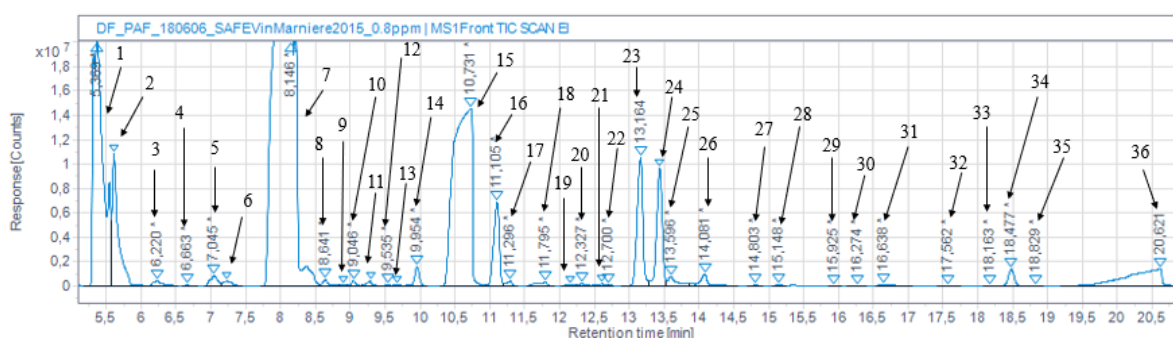


Figure IX-4. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2015 du domaine des Marnières – mode full scan. (1) Acétate d'éthyle, (2) 2-Méthyl propan-1-ol, (3) Butan-1-ol, (4) 2-Éthylloxetane, (5) Acétoïne, (6) Propanoate d'éthyle, (7) 3-Méthyl butan-1-ol, (8) Isobutyrate d'éthyle, (9) Pentan-1-ol, (10) 2-Méthylpropyl acétate, (11) Acide butanoïque, (12) Acide 3-nitropropanoïque, (13) Pyruvate d'éthyle, (14) Butanoate d'éthyle, (15) Lactate d'éthyle-(S)-, (16) Furfural, (17) Acide 3-méthylbutanoïque, (18) Acide 2-méthylbutanoïque, (19) 3-Méthylpentan-1-ol, (20) 3-Méthyl butanoate d'éthyle, (21) (E)Hex-3-en-1-ol, (22) (Z)Zex-3-en-1-ol, (23) Hexan-1-ol, (24) Acetate de 3-méthyl butyl, (25) Acetate de 2-méthyl butyl, (26) Acide 4-hydroxybutanoïque, (27) 1-Nonene, (28) 2-Acétylfuran, (29) Sec butyl nitrite, (30) Methyl-4-hydroxybutanoate, (31) 3-Hydroxybutanoate d'éthyle, (32) Acide 4-butoxybutanoïque, (33) 4-Acetate (S)-(-)-1,2,4-Butanetriol, (34) 5-Méthylfurfural, (35) Benzaldéhyde, (36) Acide hexanoïque.

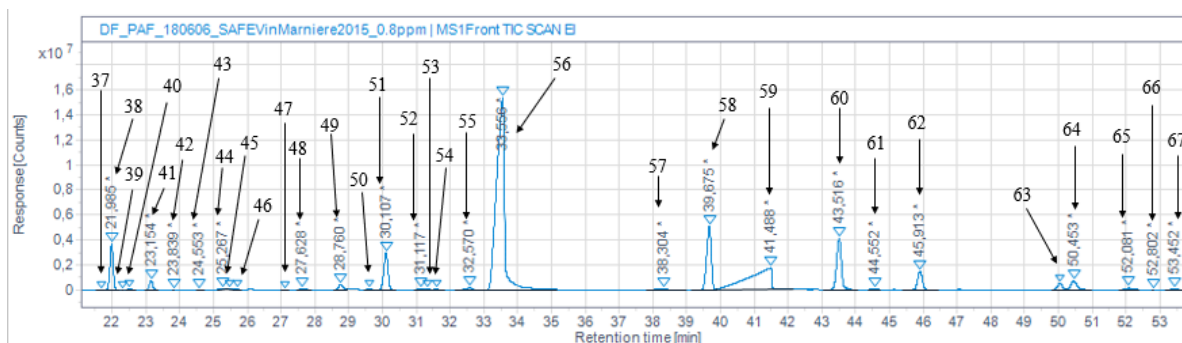


Figure IX-5. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2015 du domaine des Marnières – mode full scan. (37) 1H-pyrrole-2-carboxaldehyde, (38) Hexanoate d'éthyle, (39) Acide 11-cyclopentyl, (40) Acide hex-2-énoïque, (41) Acétate d'hexyle, (42) 4-Méthyl dec-1-ène, (43) Tetrahydro 2H-pyran-2-one, (44) Alcool benzylique, (45) 2-Phénylacétaldéhyde, (46) Hex-2-énoate d'éthyle, (47) Diethyl malonate, (48) Acide 2-hydroxy-4-méthylpentanoïque, (49) Lactate d'isoamyle, (50) 2-6 Diméthyldecane, (51) 2 Acétylthiophène, (52) Succinate d'éthyle, (53) 1,2:5,6 Di-O-isopropylidene- α -D-ribohexafuranos-3-ulose, (54) α -Méthyl- α -[4-méthyl-3-pentenyl]oxiranemethanol, (55) Linalol, (56) 2-Phénylétan-1-ol, (57) Méthyle succinate de monoéthyle, (58) Butanoate de diéthyle, (59) Acide octanoïque, (60) Octanoate d'éthyl, (61) Dodec-1-ène, (62) Dodécane, (63) 2-Phényl acétate d'éthyle, (64) Malate de diéthyle, (65) 5-Oxotetrahydrofuran-2-carboxylic acid, ethyl ester, (66) (z)-Dodec-5-en-4-olide, (67) (E) Whisky lactone.

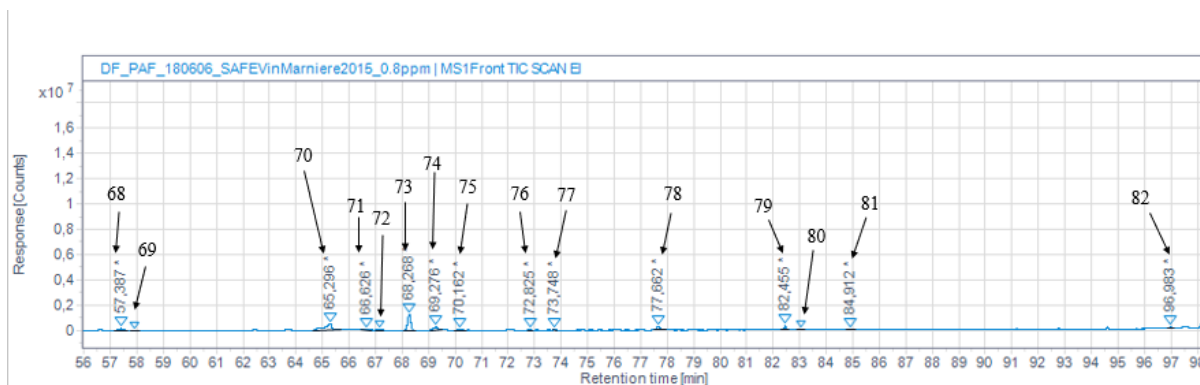


Figure IX-6. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2015 du domaine des Marnières – mode full scan. (68) (Z) Whisky lactone, (69) 1-(4-Hydroxy-3-methylphenyl) ethanone, (70) Acide décanoïque, (71) Vanilline, (72) 9-Decenoate d'éthyle, (73) Décanoate d'éthyle, (74) 5-Oxopyrrolidine-2-carboxylate d'éthyle, (75) 1-O-ethyl 4-O-(3-methylbutyl)butanedioate, (76) Octanoate de pentyl, (77) (E)-3-Phenylprop-2-enoate d'éthyle, (78) 2,4-Di-tert-butylphenol, (79) Dodécanoate d'éthyle, (80) Octadecane-1,2-diol, (81) 4-Hydroxy-3,5-dimethoxybenzaldehyde, (82) 7,9-Di-tert-butyl-1-oxaspiro(4,5)Deca-6,9-diene-2,8-dione.

Chromatogrammes de l'extrait de vin 2016 du domaine des Marnières

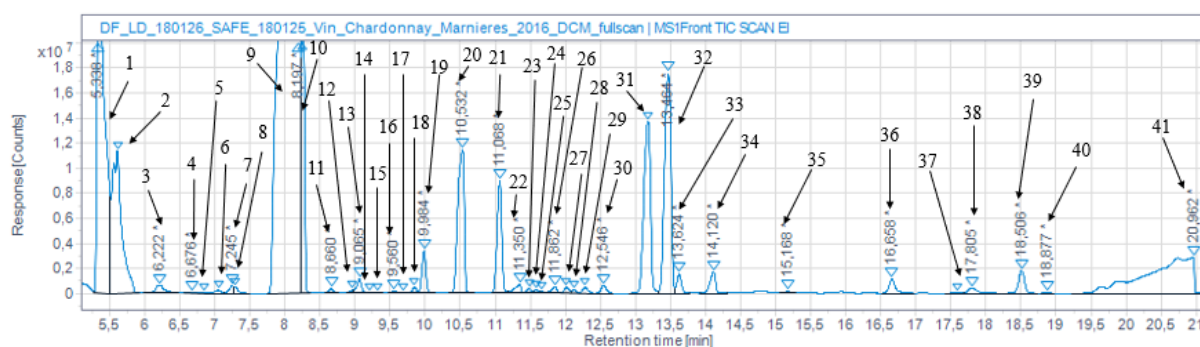


Figure IX-7. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2016 du domaine des Marnières – mode full scan. (1) Acétate d'éthyle, (2) 2-Méthyl propan-1-ol, (3) Butan-1-ol, (4) 4-Méthylheptan-3-one, (5) [Tert-butyl(dimethyl)silyl]trifluoromethanesulfonate, (6) 2-Méthylbutan-1-ol, (7) Acétoïne, (8) Propanoate d'éthyle, (9) Acétate de propyl, (10) 3-Méthylbutan-1-ol, (11) Isobutyrate d'éthyle, (12) 3,4-Dihydroxy-5-méthyl-dihydrofuran-2-one, (13) Acide butanoïque, (14) 1-Méthoxy-3-méthyl-3-hydroxybutane, (15) 2-Butyl-3-méthoxyloxirane, (16) Acide 3-nitropropionique, (17) Sec-butyl nitrite, (18) 2-Méthylpentan-3-ol, (19) Butanoate d'éthyle, (20) Lactate d'éthyle-(S), (21) Furan-2-carbaldehyde, (22) Acide 3-méthylbutanoïque, (23) 3-Ethoxypropan-1-ol, (24) 4-Méthylpentan-1-ol, (25) Trans-2-butanoate d'éthyle, (26) Acide 2-méthylbutanoïque, (27) 3-Méthylpentan-1-ol, (28) 2-Furanméthanol, (29) (E)-hex-3-en-1-ol, (30) (Z)-hex-3-en-1-ol, (31) Hexan-1-ol, (32) Acétate de 3-méthylbutyle, (33) Acétate de 2-méthylbutyle, (34) Acide 4-hydroxybutanoïque, (35) 2-Acétylfuran, (36) 3-Hydroxybutanoate d'éthyle, (37) Acide 4-butoxy-butanoïque, (38) 1,3-Propanediol diacétate, (39) 5-Méthylfurfural, (40) Benzaldéhyde, (41) Acide hexanoïque.

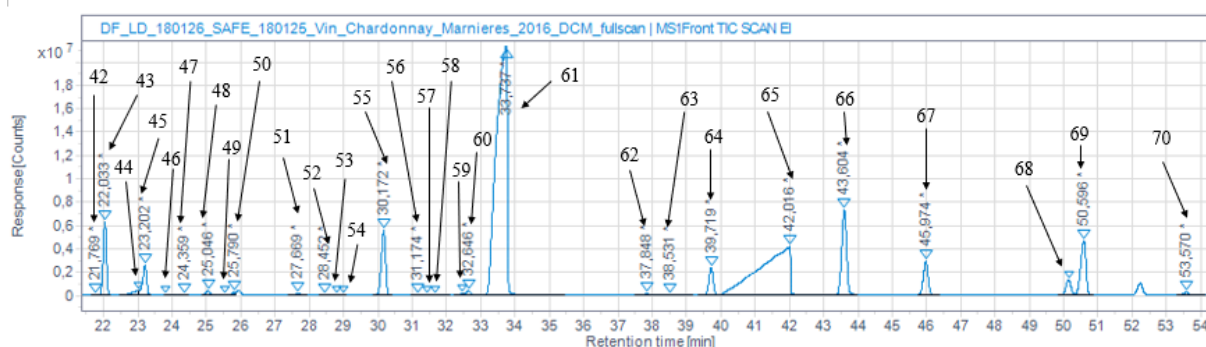


Figure IX-8. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2016 du domaine des Marnières – mode full scan. (42) 1H-pyrrole-2-carbaldéhyde, (43) Hexanoate d'éthyle, (44) Acide hex-2-énoïque, (45) Acétate d'hexyle, (46) 3-Hydroxy-4,4-diméthylxolan-2-one, (47) 1-Méthylpyrrolidin-2-one, (48) Alcool benzylique, (49) 2-Phénylacétaldéhyde, (50) hex-2-énoate, (51) 2-Hydroxy-4-méthylpentanoate d'éthyle, (52) 1,4-Butanediol diacétate, (53) Lactate d'isoamyle, (54) Acide heptanoïque, (55) 2-acetylthiophène, (56) Méthyl succinate d'éthyle, (57) 1,3-Dioxolane,4-[[[(2-methoxy-4-octadecenyl)oxy]methyl]-2,2 diméthyle, (58) α -Méthyl- α -[4-méthyl-3-pentenyl]oxiraneméthanol, (59) Nonanal, (60) Linalol, (61) 2-Phényléthan-1-ol, (62) Butanoate-2-hydroxyméthyl d'éthyle, (63) Succinate de monoéthyle, (64) Butanedioate diéthyle, (65) Acide octanoïque, (66) Octanoate d'éthyle, (67) Dodécane, (68) 2-Phénylacétate d'éthyle, (69) Malate de diéthyle, (70) (E) Whisky lactone.

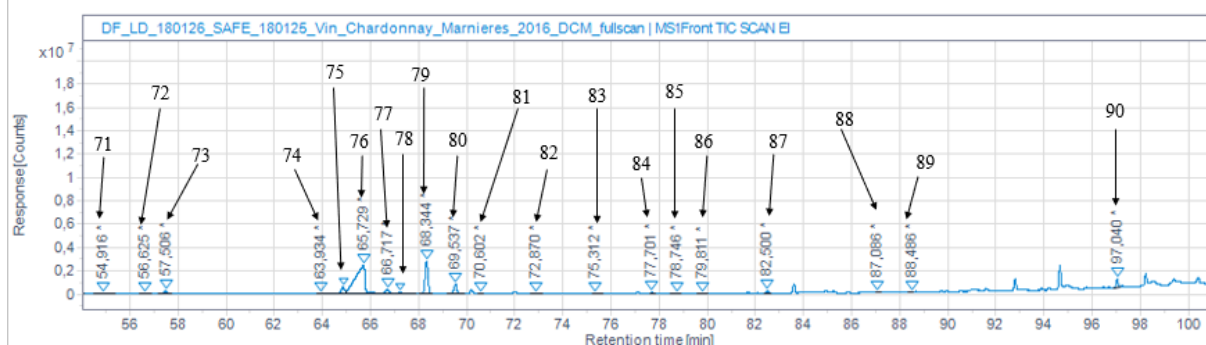


Figure IX-9. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2016 du domaine des Marnières – mode full scan. (71) Acide benzène-1,2-dicarboxylique, (72) Acide 3-méthyldécanoïque, (73) (Z) whisky lactone, (74) Acide (E)-dec-3-énoïque, (75) 2-Hydroxy-3-méthyl diéthyle succinoate, (76) Acide décanoïque, (77) Vanilline, (78) 9-Décénoate d'éthyle, (79) Décénoate d'éthyle, (80) 5-Oxopyrrolidine-2-carboxylate d'éthyle, (81) Silver décénoate, (82) Octanoate de pentyl, (83) Acide 3-hydroxydodécanoïque, (84) 2,4-Di-tert-butylphenol, (85) 3-Hydroxytridécanoate d'éthyle, (86) 12,15-Octadécadiénoate de méthyle, (87) Dodécénoate d'éthyle, (88) Acide cis-13-eicosénoïque, (89) 3-(Octadécyloxy)-1,2-propanediol diacétate, (90) 7,9-Di-tert-butyl-1-oxaspiro(4,5)deca-6,9-diene-2,8-dione.

Chromatogrammes de l'extrait de vin 2017 du domaine des Marnières

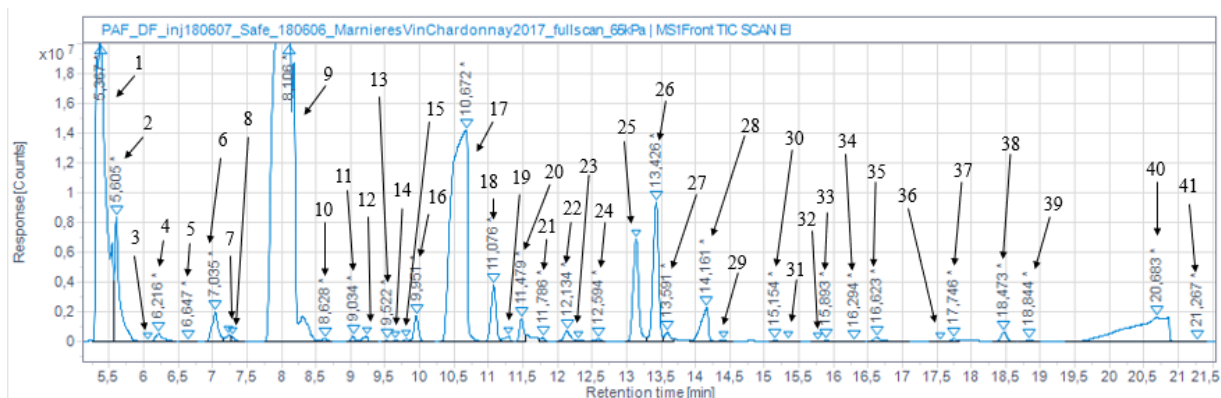


Figure IX-10. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2017 du domaine des Marnières – mode full scan. (1) Acétate d'éthyle, (2) 2-Méthyl propan-1-ol, (3) 3 Méthylbutanal, (4) Butan-1-ol, (5) 2-Ethylloxetane, (6) Acétoïne, (7) Propanoate d'éthyle, (8) Acétate de propyl, (9) 3-Méthyl butan-1-ol, (10) Isobutyrate d'éthyle, (11) 2 Méthylpropyl acétate, (12) Acide butanoïque, (13) Acide 3-nitropropionique, (14) Pyruvate d'éthyle, (15) Hexane-3,4-diol, (16) Butanoate d'éthyle, (17) Lactate d'éthyle-(S)-, (18) Furfural, (19) Acide 3-méthylbutanoïque, (20) 3 Ethoxy propan-1-ol, (21) Acide 2-méthylbutanoïque, (22) 2-Furanmethanol, (23) 2-(Propyn-2-oxy)cyclohexan-1-ol, (24) (Z)Hex-3-en-1-ol, (25) Hexan-1-ol, (26) Acetate de 3-méthyl butyl, (27) Acetate de 2-méthyl butyl, (28) Acide 4-hydroxybutanoïque, (29) 2 Methyl cyclopentan-1-one, (30) 2-Acétylfuran, (31) Propan-2-ol, (32) 1,1-Diethoxy-2-methylpropane, (33) 2,5-Hexanedione,3,4-dihydroxy-3,4-dimethyl, (34) Mmethyl 4-hydroxybutanoate, (35) 3-Hydroxybutanoate d'éthyle, (36) Acide 4-butoxybutanoïque, (37) 1,3-Propanediol diacetate, (38) 5-Methylfurfural, (39) Benzaldéhyde, (40) Acide hexanoïque, (41) Acétate de 3-ethoxypropyle.

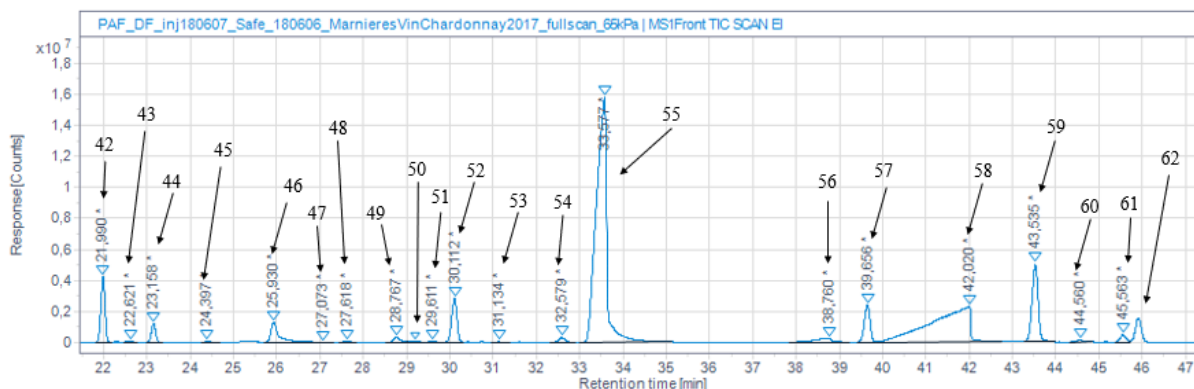


Figure IX-11. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2017 du domaine des Marnières – mode full scan. (42) Hexanoate d'éthyle, (43) Acide hex-2-énoïque, (44) Acétate d'hexyle, (45) 5-Ethényl 5 méthylloxolan-2-one, (46) 4-Acetoxybutanoate d'éthyle, (47) Diethyl malonate, (48) 2-Hydroxy-4-méthylpentanoate d'éthyle, (49) Lactate d'isoamyle, (50) 2 Acetylcyclopentan-1-one, (51) 2,4,6 Triméthyldécane, (52) 2-Acétylthiophène, (53) Méthyle succinate d'éthyle, (54) Linalol, (55) 2-Phénylétan-1-ol, (56) Succinate de monoéthyle, (57) Butanoate de diéthyle, (58) Acide octanoïque, (59) Octanoate d'éthyle, (60) Dodec-1-ène, (61) 2,3-Dihydro-1-benzofuran, (62) Dodécane.

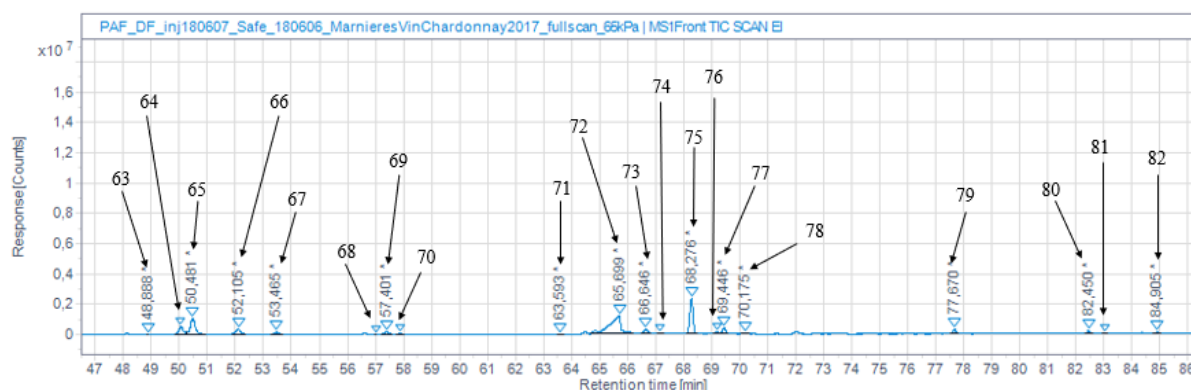


Figure IX-12. Chromatogramme GC-MS de l'extrait de vin 2017 du domaine des Marnières – mode full scan. (63) 2-Phénylacétate d'hexyle, (64) 2-Phénylacétate d'éthyle, (65) Malate de diéthyle, (66) 5-Oxotetrahydrofuran-2-carboxylate d'éthyle, (67) (E) Whisky lactone, (68) Acide 3-methyldécanoïque, (69) (Z) Whisky lactone, (70) 2-Methoxy-4 vinylphenol, (71) Eugénol, (72) Acide décanoïque, (73) Vanilline, (74) (Z)-Octadec-9-enoate de butyl, (75) Decanoate d'éthyle, (76) Hexadecan-1-ol, (77) 5-Oxopyrrolidine-2-carboxylate d'éthyle, (78) 2-t-Butyl-5-propyl [1,3] dioxolan-4-one, (79) 2,4-Di-tert-butylphenol, (80) Dodecanoate d'ethyl, (81) Acide cis-13-eicosenoïque, (82) 4-Hydroxy-3,5-dimethoxybenzaldehyde.

Références bibliographiques

- Adams, D. (2006). Phenolics and ripening in grape berries. *American Journal of Enology and Viticulture*, 57(3), 249-256.
- Alchihab, M., Destain, J., Aguedo, M., & Thonart, P. (2010). Production d'arômes de type lactone par des levures. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 14(4), 681-691.
- Bakker, J., Clarke, R. J. (2012). *Wine Flavour Chemistry*. (2^e éd.). Wiley-Blackwell
- Barral, M.T., Buján, E., Devesa, R., Iglesias, M.L., & -Velasco-Molina, M. (2007). Comparison of the structural stability of pasture and cultivated soils. *Sci. Total Environ.* 378, 174–178. doi:10.1016/j.scitotenv.2007.01.045
- Bauer, W. J., Badoud, R., & Löliger, J. (2010). *Science et technologie des aliments : Principes de chimie des constituants et de technologie des procédés*. PPUR Presses polytechniques et Universitaires Romandes.
- Baumes, R. L., Bayonove, C. L., Barillère, J.-M., Escudier, J. L., & Cordonnier, R. (1988). La macération pelliculaire dans la vinification en blanc. Incidence sur la composante volatile des moûts. *OENO One*, 22(3), 209. <https://doi.org/10.20870/oeno-one.1988.22.3.1733>
- Bazireau, M. (2016). Azote, chasser les carences dès la véraison. *La vigne*, 287.
- Bell, S.-J., & Henschke, P. A. (2005). Implications of nitrogen nutrition for grapes, fermentation and wine. *Australian Journal of Grape and Wine Research*, 11(3), 242-295. <https://doi.org/10.1111/j.1755-0238.2005.tb00028.x>
- Bidault, J.-M. (2002). La maîtrise du sulfitage des moûts et des vins. *Les cahiers itinéraires d'itv France*, 3, 01-20.
- Bodin, F., & Morlat, R. (2006). Characterization of viticultural terroirs using a simple field model based on soil depth I. Validation of the water supply regime, phenology and vine vigour, in the Anjou vineyard (France). *Plant and Soil*, 281(1-2), 37-54. <https://doi.org/10.1007/s11104-005-3768-0>
- Bonder, C. (2014). *Analyses et décisions en oenologie, guide pratique du laboratoire et de la cave*. Lavoisier, Tec & Doc.
- Boulton, R. B., Singleton, V. L., Bisson, L. F., Kunkee, & R. E. (1996). *Principles and Practices of Winemaking*. Aspen.

- Bourguignon, C. et L. (2015). Le sol et le terroir. In *Le sol, la terre et les champs*. (Sang de la terre, p. 187-212).
- Burin, V. M., Marchand, S., de Revel, G., & Bordignon-Luiz, M. T. (2013). Development and validation of method for heterocyclic compounds in wine: Optimization of HS-SPME conditions applying a response surface methodology. *Talanta*, 117, 87-93. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2013.08.037>
- Buyse, P., Aubinet, M. (2010). La respiration hétérotrophe dans les sols agricoles : description des facteurs importants et comparaison de modèles semi-mécanistes existants. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*, 707–717.
- Calay, V. (2017). Transition prairie-culture : un essai sur la mémoire du sol en région limoneuse brabançonne. Mémoire présenté pour l’obtention du titre de bioingénieur, non publié, Université Catholique de Louvain-la-Neuve.
- Carrau, F. M., Medina, K., Farina, L., Boido, E., Henschke, P. A., & Dellacassa, E. (2008). Production of fermentation aroma compounds by *Saccharomyces cerevisiae* wine yeasts: effects of yeast assimilable nitrogen on two model strains. *FEMS Yeast Research*, 8(7), 1196-1207. <https://doi.org/10.1111/j.1567-1364.2008.00412.x>
- Casamayor, P. (2005). *L'école de la dégustation. Le vin en 100 leçons*. Hachette.
- Celette, F. (2007). *Dynamique des fonctionnements hydrique et azoté dans une vigne enherbée sous le climat méditerranéen*. Thèse Doctorat, Ecole Nationale Supérieure Agronomique, Montpellier.
- Celik, I. (2005). Land-use effects on organic matter and physical properties of soil in a southern Mediterranean highland of Turkey. *Soil Tillage Res*, 83, 270–277. [doi:10.1016/j.still.2004.08.001](https://doi.org/10.1016/j.still.2004.08.001)
- Conde, C., Silva, P., Fontes, N., Dias, A., Tavares, R., Sousa, M. & Géros, H. (2007). Biochemical changes throughout grape berry developemnt and fuit and wine quality. *Food*, 1(1), 1-22.
- Chantelot, E. (2002). L’enherbement permanent : une technique permettant de créer une concurrence bénéfique. *Les Entretiens Viti-Vinicoles Rhône-Méditerranée*, 1-41.
- Chone X., van Leeuwen C., Chery Ph. & Ribereau-Gayon P. (2001). Terroir influence on water status and nitrogen status of non irrigated Cabernet-Sauvignon (*Vitis vinifera*): vegetative development, must and wine composition. *South African Journal of Enology and Viticulture*, 22(1), 8-15.
- Dagan, L., Schneider, R. (2012). Le sulfure de diméthyle: Quels moyens pour gérer ses teneurs dans les vins en bouteille? *Vigne-vin Sud-Ouest*, 07-10.
- Delanoë, D., Maillard, C., & Maisondieu, D. (2001). *Le vin de l'analyse à l'élaboration* (5^e éd.). Lavoisier, Tec & Doc.

- Delas, J. (2010). *Fertilisation de la vigne* (2^e éd.). Féret.
- Delmelle, P., Delvaux, B., Baret, P. & Defourny, P. (2018). *Cours d'introduction à l'ingénierie de la biosphère LBIR1230A*, UCL.
- Delvaux, B. (2018). *Cours de pédologie appliquée LBIRE2104*, UCL.
- Deloire, A. (2007). Le raisin, Fiche n°8 : Les éléments minéraux et l'azote. *Montpellier, SUPAGRO*, 1-5.
- Deloire, A., Vaudour, E., Carey, V., Bonnardod, V., & Van Leeuwen, C. (2005). Grapevine responses to terroir : a global approach. *Journal International des sciences de la vigne et du vin*, 39(4), 149-162.
- Dennis, E. G., Keyzers, R. A., Kalua, C. M., Maffei, S. M., Nicholson, E. L., & Boss, P. K. (2012). Grape contribution to wine aroma: production of hexyl acetate, octyl acetate, and benzyl acetate during yeast fermentation is dependent upon precursors in the must. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60, 2638–2646.
- Dubourdieu, D., & Tominaga, T. (2009). Polyfunctional Thiol Compounds. *Wine Chemistry and Biochemistry*, 275-293. https://doi.org/10.1007/978-0-387-74118-5_15
- Dufossé, L., Latrasse, A., & Spinnler, H.-E. (1994). Importance des lactones dans les arômes alimentaires : structure, distribution, propriétés sensorielles et biosynthèse. *Sciences des aliments*, 14, 17-50.
- Dufourcq, T., Charrier, F., Poupault, P., & Geffroy, O. (2010). *Fertilisation foliaire d'azote et d'azote-soufre au service du fruité des vins*. Colloque IFV Sud-Ouest.
- Engel, W., Bahr, W., & Schieberle, P. (1999). Solvent assisted flavour evaporation – a new and versatile technique for the careful and direct isolation of aroma compounds from complex food matrices. *European Food Research and Technology*, 209(3-4), 237-241. <https://doi.org/10.1007/s002170050486>
- Engelen, C. (2016). *Contribution à l'étude des terroirs de l'exploitation viticole Terra Cruda (Les Marches, Italie)*. Mémoire présenté pour l'obtention du titre de bioingénieur, non publié, Université Catholique de Louvain-la-Neuve.
- Escudero, A., Campo, E., Farina, L., Cacho, J., & Ferreira, V. (2007). Analytical characterization of the aroma of five premium red wines. Insights into the role of odor families and the concept of fruitiness of wines. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(11), 4501-4510.

- Fernandez, X., Kerverdo, S., Dunach, E. & Lizanni-Cuvelier, L. (2002). Les hétérocycles dans la chimie des arômes. *L'actualité chimique*, 256, 4-14.
- Ferrari, G. (2002). Influence de la composition azotée des moûts sur la qualité des vins et eaux-de-vie. Relation avec les arômes et les défauts. *Journal International des sciences de la vigne et du vin*, 36(1), 1-10.
- Flamini, R., De Luca, G. & Di Stefano, R. (2002). Changes in carbonyl compounds in Chardonnay and Cabernet Sauvignon wines as a consequence of malolactic fermentation. *Vitis*, 2, 107-112.
- Fornairon, C., Camarasa, C., Moutounet, M., & Salmon, J.-M. (2001). New trends on yeast autolysis and wine ageing on lees: A bibliographic review. *Journal International des sciences de la vigne et du vin*, 35(2), 57-78.
- Galet, P. (2001). *Dictionnaire encyclopédique des cépages*. Hachette.
- Garde, T., & Ancín, C. (2008). Effect of the addition of different quantities of amino acids to nitrogen-deficient must on the formation of esters, alcohols, and acids during wine alcoholic fermentation. *LWT - Food Science and Technology*, 41(3), 501-510. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2007.03.018>
- Gaudillère, J.-P., Chantelot, E., Soyer, J.-P., Molot, C., & Milin, S. (2003). L'azote des feuilles et des moûts, deux indicateurs complémentaires pour évaluer le statut azoté de la vigne. *Journal International des Sciences de la Vigne et du Vin*, 37(2), 91-101.
- Gavrilescu, C., & Bois, B. (2016). Chardonnay wines climate plasticity: A worldwide geographical approach. 39th World Congress of Vine and Win, *BIO Web of Conferences*, 7. <https://doi.org/10.1051/bioconf/20160701013>
- Gontier, L. (2013). Les engrais verts en viticulture. *IFV pôle Sud-Ouest-Lettre mensuelle*. 1-4.
- Gonzalez, R., & Morales, P. (2017). Wine secondary aroma: understanding yeast production of higher alcohols. *Microbial Biotechnology*, 10(6), 1449-1450 <https://doi.org/10.1111/1751-7915.12770>
- Gonzalez-Dugo, V., Durand, J.-L., & Gastal, F. (2010). Water deficit and nitrogen nutrition of crops. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 30(3), 529-544. <https://doi.org/10.1051/agro/2009059>
- Goutouly, J.-P. (2011). *L'azote chez la vigne : Dynamique des besoins, de l'assimilation, du stockage et de la redistribution vers les fruits*. Colloque IFV Sud-Ouest, Toulouse.
- Habran, A. (2015). *Effets de la nutrition azotée sur les baies de différentes combinaisons porte-greffe/greffon de Vigne : approches agronomique, métabolomique et transcriptomique*. Thèse

Doctorat, Université de Bordeaux.

- Hernández-Orte, P., Ibarz, M.J., Cacho, J. & Ferreira, V. (2005). Effect of the addition of ammonium and amino acids to musts of Airen variety on aromatic composition and sensory properties of the obtained wine. *Food Chemistry*, 89, 163–174.
- Hilbert, G., Soyer, J.-P., Molot, C., Giraudon, J., Milin, S., & Gaudillere, J.-P. (2003). Effects of nitrogen supply on must quality and anthocyanin accumulation in berries of cv. Merlot. *Vitis*, 42(2), 69-76.
- Hirschfelt, D. (1998). Soil fertility and vine nutrition. In *Cover Cropping in vineyard: A grower's handbook* (p. 61-68).
- Hugh, J., & Jancis, R. (2002). *L'atlas mondiale du vin* (5^e éd.). Flammarion.
- Huglin, P. (1978). Nouveau mode d'évaluation des possibilités héliothermiques d'un milieu viticole. *Comptes rendus de l'Académie de l'agriculture de France*, 64, 1117-1126.
- Jeuge-Maynard, I. (2010). *Le grand Larousse du vin*. Larousse.
- Keller, M. (2015). *The Science of Grapevines: Anatomy and Physiology*. Academic Press.
- Lallemand. (2015). Les multiples rôles de l'azote durant la fermentation alcoolique. *Paroles d'expert* n°8.
- Lambrechts, M., & Pretorius, I. (2000). Yeast and its importance to wine aroma-A review. *South Africa Journal of Enology and Viticulture*, 21, 97-127.
- Lavignac, G. (2001). *Cépages du Sud-Ouest, 2000 ans d'histoire/ Mémoires d'un ampélographe* (du Touergue/INRA). Rouergue.
- Lee, S.J., Noble, A.C. (2003). Characterization of odor-active compounds in Californian chardonnay wines using GC-olfactometry and GC-mass spectrometry. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(27),8036-8044.
- Lee, S., Seo, M., Riu, M., Cotta, J., Block, D., Dokoozlian, N., Ebeler, S. (2007). Vine microclimate and norisoprenoid concentration in Cabernet sauvignon grapes and wines. *American Journal of Enology and Viticulture*, 58, 291–301.
- Le Menn, N., Marchand, S., de Revel, G., Demarville, D., Laborde, D., & Marchal, R. (2017). N, S, O-heterocycles in aged champagne reserve wines and correlation with free amino acid concentrations. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 65(11), 2345-2356. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.6b04576>

- Legras, M. (2003). La chimie du vin. *Module d'autoformation, E.S.I.T.P.A Unité d'agronomie*, 1-68.
- Li, H., Wang, H., Tao, Y.S., Zhang, L. (2007). Impact odorants of Chardonnay dry white wine from Changli County (China). *European Food Research and Technology*, 221, 287-292.
- Lonvaud, A., Renauf, V., & Strehaiano, P. (2010). *Microbiologie du vin : bases fondamentales et applications*. Lavoisier.
- Lorenzini, F., & Dienes-Nagy, A. (2016). Azote assimilable des moûts : de quoi parle-t-on ? *Revue Suisse Viticulture, Arboriculture, Horticulture*, 48(5), 330-331.
- Louw, L., Tredoux, A. G. J., Van Rensburg, P., Kidd, M., Naes, T., Nieuwoudt, H. (2010). Fermentation-derived aroma compounds in varietal young wines from South Africa. *S. African Journal of Enology and Viticulture*, 31, 213–225.
- Machiels, D., & Istasse, L. (2002). La réaction de Maillard : importance et applications en chimie des aliments. *Annales de médecine vétérinaire*, 146, 347-352.
- Marais, J. (1983). Terpenes in the aroma of gapes and wines: A review. *South Africa Journal of Enology and Viticulture*, 4(2), 49-58.
- Marchand, M. (2005). La contamination des eaux continentales par les micropolluants organiques. *Revue des sciences de l'eau*, 2(2), 229-264.
- Masclaux, C., Daniel, F., Dechorgnat, J., Chardon, F., Gaufichon, L., & Suzuki, A. (2010). Nitrogen uptake, assimilation and remobilization in plants: challenges for sustainable and productive agriculture. *Annals of Botany*, 105(7), 1141-1157. <https://doi.org/10.1093/aob/mcq028>
- Moisseeff, M., & Casamayor, P. (2006). *Arômes du vin*. Hachette.
- Morakul, S. (2011). *Etude et modélisation de la composition du gaz fermentaire en conditions œnologiques : intérêt pour le contrôle de la fermentation*. Thèse Doctorat, Ecole Nationale Supérieure Agronomique, Montpellier.
- Morlat, R. (2010). *Traité de viticulture de terroir*. Lavoisier, Tec & Doc.
- Morlat, R., Barbeau, G., & Asselin, S. (2001). Facteurs naturels et humains des terroirs viticoles français : méthode d'étude et valorisation. *Études et Recherches sur les Systèmes Agraires et le Développement*, INRA Editions, 32, 111-127.
- Navarre, C., & Langlade, F. (2002). *L'œnologie* (5^e éd.). Lavoisier, Tec & Doc.
- Oliveira, C., Ferreira, A. C., De Freitas, V., & Silva, A. (2011). Oxidation mechanisms occurring in wines. *Food Research International*, 44(5), 1115-1126.

<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.03.050>

- Peyrot des Gachons, C., van Leeuwen, C., Tominage, T., Soyer, J.-P., Gaudillère, J.-P., Dubordieu, D. (2005). Influence of water and nitrogen deficit on fruit ripening and aroma potential of *Vitis vinifera* L cv Sauvignon blanc in field conditions. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 85(1), 73-85. <https://doi.org/10.1002/jsfa.1919>
- Pérez-Olivero, S., Pérez-Pont, M., Conde, J., & Pérez-Trujillo, J. (2014). Determination of lactones in wines by headspace solid-phase microextraction and gas chromatography coupled with mass spectrometry. *Journal of analytical methods in chemistry*, 14, 1-10. <http://dx.doi.org/10.1155/2014/863019>
- Provincia di Pesaro e Urbino. Sito istituzionale Provincia di Pesaro e Urbino. Consulté en avril 2018.
- Rapp, A. & Mandery, H. (1986). Wine aroma. *Experientia*, 42, 873-884
- Reynard, J., Zufferey, V., Nicol, G.-C., & Murisier, F. (2011). Soil parameters impact the vine-fruit-wine continuum by altering vine nitrogen status. *OENO One*, 45(4), 211. <https://doi.org/10.20870/oenone.2011.45.4.1502>
- Reynier, A. (2007). *Manuel de viticulture : guide technique de viticulture raisonnée* (10^e éd.). Paris: Lavoisier Tec & Doc.
- Robinson, A., Boss, P., Solomon, P., Trengove, R., Heymann, H., & Ebeler, S. (2014). Origins of grape and wine aroma. Part 1. Chemical components and viticultural impacts. *American Journal of Enology and Viticulture*, 65(1), 1-24.
- Roland, A., Schneider, R., Razungles, A., & Cavelier, F. (2011). Varietal thiols in wine: Discovery, analysis and applications. *Chemical Reviews*, 111(11), 7355-7376.
- Roubelakis-Angelakis, K. (2013). *Molecular biology & biotechnology of the grapevine*. Springer Science & Business Media.
- Sablayrolles, J. M., Mouret, J. R., Ortiz, A., & Lallemand, J. (2015). *Maitrise des intrants lors de la fermentation alcoolique*. Conférence.
- Saerens, S. M. G., Delvaux, F., Verstrepen, K., Van Dijck, P., Thevelein, J. M. (2008). Parameters affecting ethyl ester production by *Saccharomyces cerevisiae* during fermentation. *Applied and Environmental Microbiology*, 74, 454-461.
- San-Juan, F., Ferreira, J., Cacho, J., Escudero, A. (2011). Quality and aromatic sensory descriptors (mainly fresh and dry fruit character) of Spanish red wines can be predicted from their aroma-active chemical composition. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59(14), 7916-7924. <https://doi.org/10.1021/jf1048657>

- Sauvageot, F., Vivier, P. (1997). Effects of malolactic fermentation on sensory properties of four burgundy wines. *American Journal of Enology and Viticulture*, 48, 187–192.
- Scienza, A., Giorgianni, A., Tomasi, D., Gaiotti, F., Graziani, F., Mariani, L., Carnevali, P. (2015). *Atlante geológico dei vini d'Italia*. Giunti.
- Security and Civil Protection Department, M. R. S. (2009). Regional Meteorological Hydrological Information System. Consulté 18 juillet 2018, à l'adresse <http://84.38.48.145/sol/checkmain.php?lang=en>
- Serrano, E. (2001). Éléments de réflexions dans le choix des modes de viticulture et l'adaptation des cépages. *Itv France*, 01-07.
- Service Publique de Wallonie (SPW). (2012). Carte géologique de la wallonie. Consultée le 19 juillet 2018 à l'adresse suivante : <http://geologie.wallonie.be/home/acquisition-de-donnees/applications-en-ligne/carte-geologique.html>
- Snyman, P. (2006). The glucose: fructose ratio of wine grapes. *WineLand Media*.
- Soyer J.-P., Molot C., Bertrand A., Gazeau O., Lovelle B. & Delas, J. (1995). Influence de l'enherbement sur l'alimentation azotée de la vigne et sur la composition des moûts et des vins. *Œnologie 95, 5e Symposium International Œnologie*, Bordeaux, Ed. Lavoisier Tech et Doc, 81-84.
- Stines, A., Grubb, J., Gockowiak, H., Henschke, P., Høj, P., & van HEESWIJCK, R. (2000). Proline and arginine accumulation in developing berries of *Vitis vinifera* L. in Australian vineyards: Influence of vine cultivar, berry maturity and tissue type. *Australian Journal of Grape and Wine Research*, 6(2), 150-158. <https://doi.org/10.1111/j.1755-0238.2000.tb00174.x>
- Sumby, K., Gerbin, P., & Jiranek, V. (2010). Microbial modulation of aromatic esters in wine: Current knowledge and future prospects. *Food chemistry*, 121(1), 1-16.
- Sun, S., Che, C., Sun, T., Lv, Z., He, S., Gu, N., Shen, W., Chi, C. & Gao, Y. (2013). Evaluation of sequential inoculation of *Saccharomyces cerevisiae* and *Oenococcus oeni* strains on the chemical and aromatic profiles of cherry wines. *Food Chemistry*, 138(4), 2233-2241. <https://doi.org/10.1016/j.2021.12.032>
- Swiegers, J., Bartowsky, E., Henschke, P., & Pretorius, I. (2005). Yeast and bacterial modulation of wine aroma and flavour. *Australian Journal of Grape and Wine Research*, 11(2), 139-173. <https://doi.org/10.1111/j.1755-0238.2005.tb00285.x>
- Taillandier, P. (2011). *Besoins en azote des micro-organismes œnologiques*. Colloque IFV Sud-Ouest.

- Taillandier, P., & Bonnet, J. (2005). *Le vin composition et transformations chimiques*. Lavoisier, Tec & Doc.
- Terracuda. (2018). Terracuda. Azienda Vitivinicola in Fratterosa. 1-38.
- Torrea, D. & Henschke P.A. (2004) Ammonium supplementation of grape juice-effect on the aroma profile of a Chardonnay wine. *Technical Review* 150, 59–63.
- Towey, J. P., Waterhouse, A. L. (1996). Barrel-to-barrel variation of volatile oak extractives in barrel-fermented Chardonnay. *American Journal of Enology and Viticulture*, 47, 17–20.
- Torrea, D., Fraile, P., Garde, T., & Ancín, C. (2003). Production of volatile compounds in the fermentation of Chardonnay musts inoculated with two strains of *Saccharomyces cerevisiae* with different nitrogen demands. *Food Control*, 14(8), 565-571. [https://doi.org/10.1016/S0956-7135\(02\)00146-9](https://doi.org/10.1016/S0956-7135(02)00146-9)
- Tregoat, O., Van Leeuwen, C., Choné, X., & Gaudillère, J.-P. (2002). Etude du régime hydrique et de la nutrition azotée de la vigne par des indicateurs physiologiques-Influence sur le comportement de la vigne et la maturation du raisin. *Journal International des sciences de la vigne et du vin*, 36(3), 133-142.
- van Leeuwen, C. (2009). Soils and Terroir Expression in Wines. In *Soil and Culture* (p. 453-465). https://doi.org/10.1007/978-90-481-2960-7_28
- van Leeuwen, C., & Friant, P. (2011). *Les méthodes d'estimation de l'alimentation azotée de la vigne et des raisins au vignoble : Etat de l'art*. Colloque IFV-Sud-Ouest, Toulouse.
- van Leeuwen, C., Friant, P., Choné, X., Tregoat, O., Koundouras, S., & Dubourdieu, D. (2004). Influence of climate, soil, and cultivar on terroir. *American Journal of Enology and Viticulture*, 55(3), 207-217.
- van Leeuwen, C., Friant, P., Soyer, J.-P., Molot, C., Choné, X., & Dubourdieu, D. (2000). Measurement of total nitrogen and assimilable nitrogen in grape juice to assess vine nitrogen status. *OENO One*, 34(2), 75. <https://doi.org/10.20870/oenone.2000.34.2.1010>
- van Leeuwen, C., Gaudillère, J.-P., & Trégoat, O. (2001). The assessment of vine water uptake conditions by ¹³C/¹²C discrimination in grape sugar. *Journal International des Sciences de la Vigne et du Vin*, 35, 195-205. <https://doi.org/10.20870/oenone.2001.35.4.984>
- van Leeuwen, C., & Roby, J.-P. (2001). Choix du porte-greffe. *Vigne et vin*, 35, 61-66.
- van Leeuwen, C., & Seguin, G. (2006). The concept of terroir in viticulture. *Journal of Wine Research*, 17(1), 1-10. <https://doi.org/10.1080/09571260600633135>

- van Leeuwen, C., Trégoat, O., Choné, X., Jaeck, M. E., Rabusseau, S., & Gaudillère, J. P. (2003). Le suivi du régime hydrique de la vigne et son incidence sur la maturation du raisin. *Bull. OIV*, 76, 367-379.
- Vigne-vin Sud-Ouest. (2002). Comment choisir le bon porte-greffe ? *Guide régional sur la plantation des vignes*.
- Vigne-vin Sud-Ouest. (2002). Fertilisation de la vigne, fiche 3. Consulté le 18 juillet 2018, à l'adresse <http://www.vignevin.com/publications/brochurestechniques/fertilisation-de-la-vigne.html>
- Vigne-vin Sud-Ouest. (2002). La pulvérisation foliaire à la véraison. Consulté le 10 juin 2018, à l'adresse <http://www.vignevin.com/publications/brochurestechniques/fertilisation-de-la-vigne.html>
- Vilanova, M., Ugliano, M., Varela, C., Siebert, T., Pretorius, I. S., & Henschke, P. A. (2007). Assimilable nitrogen utilisation and production of volatile and non-volatile compounds in chemically defined medium by *Saccharomyces cerevisiae* wine yeasts. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 77(1), 145-157.
- Vilanova, M., Siebert, T. E., Varela, C., Pretorius, I. S., & Henschke, P. A. (2012). Effect of ammonium nitrogen supplementation of grape juice on wine volatiles and non-volatiles composition of the aromatic grape variety Albariño. *Food Chemistry*, 133(1), 124-131. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.12.082>
- Watts, V. A., & Butzke, C. E. (2003). Analysis of microvolatiles in brandy: relationship between methylketone concentration and Cognac age. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83(11), 1143-1149. <https://doi.org/10.1002/jsfa.1516>
- White, R. (2003). *Soils for Fine Wines*. Oxford University press.
- Yunoki, K., Hirose, S. & Ohnishi, M. (2007). Ethyl esterification of longchain unsaturated fatty acids derived from grape must by yeast during alcoholic fermentation. *Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry*, 71, 3105– 3109.
- Zapata, C., Deléens, E., Chaillou, S., & Magné, C. (2004). Partitioning and mobilization of starch and N reserves in grapevine (*Vitis vinifera* L.). *Journal of Plant Physiology*, 161(9), 1031-1040. <https://doi.org/10.1016/j.jplph.2003.11.009>

Etude du profil aromatique de vins de cépage Chardonnay en relation avec la contrainte azotée des sols viticoles

Présenté par Danaé Falesse

Résumé La qualité du vin est connue pour dépendre notamment du terroir regroupant les facteurs biologiques, environnementaux et humains. La réalisation de cette étude a été menée sur quatre parcelles réparties sur deux pays, la Belgique (parcelle du « vignoble A » et parcelle du domaine des Marnières plantées avec du Chardonnay et l'Italie (parcelles Gilberto et Pianelli plantées avec du Bianchello del Metauro, domaine de Terracuda). Ce travail s'intéresse au statut azoté du sol, à la composition aromatique d'un moût et de vins provenant du domaine des Marnières et au lien entre le statut azoté du sol et les teneurs en azote assimilable des moûts issus des quatre parcelles.

Tout d'abord, les résultats concernant le statut azoté du sol montrent que les paramètres physico-chimiques et biologiques tels que le pH, la teneur en matière organique, la teneur en azote total, la teneur en carbone total, la teneur en carbone organique et le rapport C/N devraient globalement permettre une minéralisation efficace de la matière organique. Toutefois, le pH des parcelles italiennes est relativement élevé et le rapport C/N de la parcelle Gilberto prédit une minéralisation qui risque d'être ralentie. Cependant, l'expérience de respirométrie, à travers les mesures de dégagement de CO₂, montre que ces différents paramètres ne sont pas limitants et permettent une bonne minéralisation de la matière organique du sol.

Ensuite, l'étude de la composition aromatique du moût 2017 et des vins de Chardonnay 2015, 2016 et 2017 du domaine des Marnières a permis d'identifier et de quantifier 19 molécules dont les concentrations sont au-dessus de leurs seuils de perception respectifs. Les résultats montrent également que le vin de l'année 2016, dont les conditions de fin de saison ont été particulièrement difficiles, se distingue des deux autres millésimes de différentes façons. Le pH et les concentrations en 3-méthylbutan-1-ol et en lactate d'éthyle-(S) sont plus faibles en 2016 alors que l'acidité totale, la teneur en acide L-malique et les concentrations en acétylacétone, en nonanal et en linalol sont plus élevées.

Finalement, ce travail a permis de distinguer les teneurs élevées en azote assimilable des moûts provenant des parcelles belges de celles particulièrement faibles des moûts provenant des parcelles italiennes. Malgré un réservoir en azote potentiellement minéralisable important (observable via la teneur élevée en matière organique), la minéralisation sur les parcelles italiennes semble ne pas être optimale. En effet, la pluviosité est très faible sur ce terroir italien, particulièrement en 2017, ce qui limite la minéralisation de la matière organique et réduit la teneur en azote assimilable des moûts italiens.