Connaissance de la Vigne et du Vin, 1978, **12,** N° 2, 111-120.

INFLUENCE DU DEBOURBAGE DES MOUTS ET DU SULFITAGE SUR LES TENEURS EN SUBSTANCES VOLATILES DES VINS ET DES EAUX-DE-VIE

II. — ETUDE DES EAUX-DE-VIE

C. MARLY-BRUGEROLLE, C. SARRE et A. BERTRAND

Institut d'Œnologie, Université de Bordeaux II
351, cours de la Libération, 33405 Talence (France)

INTRODUCTION

Afin d'étudier l'influence du débourbage de moût sur les teneurs en substances volatiles des vins et des eaux-de-vie, six échantillons ont été réalisés à partir d'un moût unique d'Ugni-blanc, correspondant à un témoin non débourbé et 5 échantillons débourbés, soit à 0 °C soit à 20 °C, en présence de quantités variables d'anhydride sulfureux ; ces vins ont été analysés et les résultats ont fait l'objet d'une précédente communication (BERTRAND et *al.*, 1978).

Chaque échantillon a ensuite été divisé en trois parties :

— 1°) vin soutiré non sulfité,

— 2°) vin soutiré sulfité à 6 g par hl,

— 3°) vin contenant les lies de l'ensemble des 3 fractions.

Les 18 vins ainsi obtenus ont été soumis à la distillation, selon la méthode charentaise, 2 mois après le soutirage.

Dans un premier temps nous avons étudié le fractionnement des substances au cours de la distillation par l'analyse chromatographique du brouillis et des vinasses de la première distillation, c'est-à-dire celle du vin, puis des têtes, du cœur et des flegmes de la « bonne chauffe ».

Nous avons ensuite recherché l'influence du débourbage des moûts puis celle du sulfitage du vin sur les teneurs en substances volatiles des eaux-de-vie.

Enfin, nous avons comparé la composition chimique des eaux-de-vie en fonction de la présence ou non de lies et de bourbes dans le vin soumis à la distillation.

MATERIEL ET METHODES

— 1°) **Distillation des vins :** Les distillations des vins ont été effectuées dans un alambic en cuivre, de type charentais, dont la chaudière a une capacité totale de 10 litres. Cet alambic de laboratoire, a été conçu pour effectuer une rectification du vin analogue à celle des alambics utilisés couramment.

Neuf litres de vin, préalablement homogénéisé s'il contient des bourbes ou des lies, sont introduits dans la chaudière. Le chauffage est réglé de manière à ce que le distillat commence à s'écouler au bout de 30 minutes (mise au courant). Les premiers centilitres sont écartés car ils contiennent le plus souvent des produits de queue de la distillation précédente. Puis, l'intensité de la flamme est réduite de manière à ce que la distillation dure environ 6 heures.

On obtient ainsi 2,5 litres de distillat : le « brouillis », celui-ci contient environ 28 p. 100 d'éthanol, le liquide restant dans la chaudière constitue les « vinasses ».

A la fin de la distillation la chaudière est vidée, puis parfaitement nettoyée.

— 2°) **Distillation du brouillis :** Pour effectuer la « bonne chauffe », 2 litres de brouillis sont introduits dans la chaudière d'un alambic plus petit que le précédent. La mise au courant a lieu au bout de 30 minutes, on recueille séparément les 20 premiers millilitres du liquide qui s'écoulent, constituant les « têtes ».

La distillation dure 5 heures. Le chauffage est réduit en fin de chauffe pour éviter les goûts de « cuits ». La coupe a lieu de manière à ce que l'eau-de-vie ainsi recueillie, constituant le « cœur », d'un volume d'environ 500 ml, contienne entre 69 et 71 p. 100 d'éthanol.

La partie du brouillis restant dans la chaudière constitue les « flegmes ».

— 3°) **Analyses chromatographiques :** Les méthodes d'analyses chromatographiques sont les mêmes que celles utilisées pour les vins, BERTRAND et *al.* (1978). Les alcools supérieurs, l'acétate d'éthyle, le méthanol, l'éthanal et l'acétal ont été dosés par injection directe de l'eau-de-vie, additionnée d'étalon interne, dans le chromatographe.

Les esters ont été dosés après extraction de 100 ml d'eau-de-vie, diluée au demi, par 3 fois 6 ml du mélange éther éthylique-hexane, (2 — 1, v/v). La dilution est nécessaire pour éviter une dissolution totale des solvants dans l'eau-de-vie. La solution de référence contenant tous les esters en concentration connue est la même que pour les vins mais sa teneur en éthanol est de 35 p. 100 au lieu de 10 p. 100.

RESULTATS

I. FRACTIONNEMENT DES SUBSTANCES VOLATILES AU COURS DE LA DISTILLATION.

Les alcools et les esters ont été dosés dans les différentes fractions et la distillation d'un seul vin (vin sulfité obtenu à partir du moût débourbé à température ordinaire en présence de 5 g d'anhydride sulfureux par hl), (tableaux I et II).

TABLEAU I

Comparaison des teneurs en alcools du vin * et des fractions de la distillation correspondantes
(Les résultats sont exprimés en mg par litre)

	Vin	Distillation du vin		« Bonne chauffe »		
		Brouillis	Vinasses	Têtes	Cœur	Flegmes
Méthanol	50	149	3	91	314	80
Butanol-2	—	—	—	—	—	—
Propanol-1	12	50	3	43	152	10
Méthyl-2 propanol-1	38	137	1	94	421	8
Butanol-1	—	—	—	—	—	—
Méthyl-2 butanol-1	24	89	—	48	273	9
Méthyl-3 butanol-1	140	512	11	261	1514	40
Phényl-2 éthanol	26	34	27	64	8	36
Hexanol-1	1	2	—	2	10	—
Somme des alcools supérieurs	241	824	42	512	2378	103

* Vin sulfité à la dose de 6 g de SO_2 par hl, issu de moût débourbé à 20 °C en présence de 5 g de SO_2 par hl.

(—) Quantité non dosable.

Pour la première distillation nous avons dosé les substances volatiles contenues dans le vin avant distillation, dans le brouillis ainsi que dans les vinasses restant dans la chaudière. Pour la « bonne chauffe » nous avons analysé « les têtes », le « cœur » ainsi que les « flegmes » restant dans la chaudière après la coupe.

Compte tenu du fait que le volume des vinasses est deux fois et demi plus élevé que celui du brouillis, les résultats montrent que le méthanol est entraîné à 95 p. 100 au cours de la première distillation. Les propor-

tions sont approximativement les mêmes pour les principaux alcools supérieurs. Cependant on constate que seulement le tiers du phényl-2 éthanol distille.

Au cours de la « bonne chauffe » les têtes représentent 1 p. 100 du volume du brouillis, le cœur 30 p. 100 et les flegmes 69 p. 100. Ceci permet de calculer qu'environ les 2/3 du méthanol du brouillis se retrouvent dans le « cœur ».

Les principaux alcools supérieurs passent à 94 p. 100 dans ce cœur. Mais à l'inverse 90 p. 100 du phényl-2 éthanol reste dans les flegmes de la distillation.

TABLEAU II

Comparaison des teneurs en esters du vin * et des fractions de la distillation correspondantes
(Les résultats sont exprimés en mg par litre)

	Vin	Distillation du vin		« Bonne chauffe »		
		Brouillis	Vinasses	Têtes	Cœur	Flegmes
Acétate d'éthyle	28,0	66,0	2,0	180,0	216,0	2,2
Acétate de méthyl-3 butyle	3,4	9,0	—	8,0	4,0	—
Acétate d'hexyle	0,1	0,3	—	—	0,3	—
Acétate de phényl-2 éthyle	0,2	0,8	0,4	2,0	1,5	—
Hexanoate d'éthyle	0,9	3,6	—	20,6	10,0	1,0
Octanoate d'éthyle	1,1	13,0	0,4	181,0	48,9	3,6
Décanoate d'éthyle	0,3	5,0	—	268,0	25,0	1,9
Succinate de diéthyle	—	1,0	—	—	0,8	—
Dodécanoate d'éthyle	0,1	0,5	—	138,0	13,5	0,5
Tétradécanoate d'éthyle	—	—	—	46,0	3,0	—
Somme des esters supérieurs	6,1	33,2	0,8	663,6	107,0	7,0

* Vin sulfité à la dose de 6 g de SO_2 par hl, issu de moût débourbé à 20 °C en présence de 5 g de SO_2 par hl.

(—) Quantité non dosable.

En ce qui concerne les esters, l'acétate d'éthyle du vin passe à 93 p. 100 dans le brouillis et au cours de la bonne chauffe, une proportion dépassant à peine 2 p. 100 reste dans les flegmes.

Pour les autres esters, les résultats montrent que 2 p. 100 environ restent dans les vinasses au cours de la distillation du vin. Au cours de la bonne chauffe, 15 p. 100 des esters supérieurs se retrouvent dans les têtes. Il faut cependant remarquer que la distillation qui a été mise en œuvre n'est évidemment pas aussi reproductible qu'une distillation normale selon la méthode charentaise ; ainsi, pour la distillation du brouillis d'un autre vin, seulement 5 p. 100 des esters supérieurs se retrouvaient dans les têtes.

Ce sont les esters de poids moléculaire les plus élevés, donc les moins solubles dans l'eau, qui sont en concentration les plus élevées dans les têtes, (LAFON et *al.*, 1973).

Enfin, 11 p. 100 des esters supérieurs restent dans les flegmes.

Il faut remarquer que les concentrations en octanoate et décanoate d'éthyle augmentent dans l'eau-de-vie de manière considérable par rapport au vin, à titre d'exemple la concentration des eaux-de-vie en octanoate d'éthyle est trois fois plus importante que celle prévue par simple réduction du volume au cours de la distillation Ces esters proviennent des cellules de levures (SPONHOLZ et *al.*, 1974).

II. INFLUENCE DU DEBOURBAGE DU MOUT SUR LES COMPOSES VOLATILS DES EAUX-DE-VIE.

Les analyses complètes concernant les aldéhydes, les alcools et les esters ont été effectuées sur les 18 eaux-de-vie. A titre d'exemple, les résultats concernant 5 eaux-de-vie ont été reportés dans les tableaux III et IV.

— 1°) **L'éthanal :**

Dans le distillat, l'éthanal est en grande partie combiné avec l'éthanol sous forme d'acétal (18 p. 100 de l'éthanal en moyenne, était à l'état libre au moment où nous avons fait les analyses chromatographiques)

Dans les échantillons que nous avons analysés plus de la moitié de l'éthanal combiné à l'anhydride sulfureux utilisé pour le débourbage du moût se retrouve dans les eaux-de-vie. L'anhydride sulfureux rajouté au vin pour sa conservation n'a pas entraîné d'augmentation de la teneur en éthanal des eaux-de-vie.

— 2°) **Les alcools :**

De même que pour les vins, dans les eaux-de-vie, d'une part, le propanol-1 a des teneurs voisines dans tous les échantillons et d'autre part, les échantillons non débourbés présentent des teneurs en méthyl-2

TABLEAU III

Influence du débourbage des moûts sur les teneurs en alcools dans les eaux-de-vie provenant de la distillation des vins sulfités *

(Les résultats sont exprimés en mg par litre, sauf indication contraire)

Dose de SO_2 ajoutée au débourbage (g par hl)	Moût non débourbé	Moût débourbé à 20 °C		Moût débourbé à 0 °C	
	0	5	10	0	5
Ethanol (p. 100)	69,8	69,8	69,5	70,0	69,8
Ethanal	6	22	37	5	27
Acétal	168	371	531	60	440
Méthanol	323	311	311	294	307
Butanol-2	—	—	—	—	—
Propanol-1	135	152	131	146	152
Méthyl-2 propanol-1	691	421	266	383	352
Méthyl-2 butanol-1	449	273	206	227	225
Méthyl-3 butanol-1	1965	1514	1176	1137	1292
Phényl-2 éthanol	14	8	10	9	9
Hexanol-1	4	4	4	2	3
Somme des alcools supérieurs	3258	2372	1795	1904	2038

(—) Quantités non dosables.
* Vins sulfités à la dose de 6 g de SO_2 par hl.

TABLEAU IV

Influence du débourbage des moûts sur les teneurs en esters dans les eaux-de-vie provenant de la distillation des vins sulfités *

(Les résultats sont exprimés en mg par litre)

Dose de SO_2 ajoutée au débourbage (g par hl)	Moût non débourbé	Moût débourbé à 20 °C		Moût débourbé à 0 °C	
	0	5	10	0	5
Acétate d'éthyle	161	216	311	213	312
Acétate de méthyl-3 butyle	2,5	4,0	6,0	4,0	3,0
Acétate d'hexyle	0,1	0,3	0,4	0,7	0,6
Acétate de phényl-2 éthyle	0,6	1,5	1,0	2,2	1,4
Hexanoate d'éthyle	3,9	10,0	12,7	8,3	8,9
Octanoate d'éthyle	16,7	48,9	45,3	9,6	34,4
Décanoate d'éthyle	14,3	25,0	30,3	2,2	17,0
Succinate de diéthyle	1,0	0,8	0,7	0,9	1,0
Dodécanoate d'éthyle	1,0	13,5	2,5	1,5	9,5
Tétradécanoate d'éthyle	—	3	1	—	—
Somme des esters supérieurs	40,1	107	99,9	71,3	76,3

(—) Quantités non dosables.
* Vins sulfités à la dose de 6 g de SO_2 par hl.

propanol-1, méthyl-2 butanol-1 méthyl-3 butanol-1 et phényl-2 éthanol, 50 p. 100 plus élevées que celles des échantillons débourbés.

— 3°) **Les esters :**

L'acétate d'éthyle a une concentration plus faible dans les échantillons non débourbés, la proportion est la même que pour les vins.

Les teneurs en esters supérieurs dans les échantillons débourbés sont deux fois plus importantes que dans l'échantillon non débourbé. Des observations analogues avaient été faites sur le vin.

III. ROLE DU SULFITAGE DES VINS.

Les récipients contenant le vin sont restés en vidange pendant deux mois et, bien que l'air ait été remplacé par du gaz carbonique, des levures en voile se sont développées à la surface des vins non sulfités.

TABLEAU V

Influence du sulfitage des vins et de la présence des bourbes et des lies sur les teneurs en alcools supérieurs et esters des eaux-de-vie

(Les résultats sont exprimés en mg par litre, les chiffres représentent la moyenne des déterminations pour les échantillons)

	Alcools supérieurs totaux	Acétate d'éthyle	Esters supérieurs totaux
Vins soutiré non sulfité			
Non débourbé	3279	150,0	9,0
Débourbé	2036	181,6	55,4
Vin soutiré sulfité à 6 g par hl			
Non débourbé	3258	161,0	40,1
Débourbé	2049	267,8	81,4
Vin contenant les lies de l'ensemble			
Non débourbé	3458	184,0	122,5
Débourbé	2002	216,8	95,2

Le sulfitage des vins semble n'avoir aucune incidence sur la teneur en alcools supérieurs des eaux-de-vie (tableau V). A l'inverse, on enregistre une diminution très nette des teneurs en esters des eaux-de-vie des vins non sulfités par rapport à celles des vins sulfités. Cette diminution est de 32 p. 100 pour les échantillons débourbés elle est encore

plus sensible pour les échantillons non débourbés. Nous attribuons ces variations au développement de la fleur (SPETTOLI, 1971).

IV. ROLE DES LIES ET DES BOURBES.

Il faut rappeler qu'après fermentation les deux tiers du vin ont été soutirés, le tiers restant contient donc 3 fois plus de lies et éventuellement de bourbes que la normale, nous avons tenu compte de ce facteur dans nos calculs.

Les eaux-de-vie provenant de la distillation des échantillons contenant des lies ont des teneurs en alcools supérieurs totaux identiques aux autres. L'eau-de-vie correspondant à l'échantillon non débourbé qui contient donc des lies mais également des bourbes a une teneur en alcools supérieurs un peu plus élevée que celle des eaux-de-vie correspondant au vin soutiré. On peut donc conclure que la distillation des bourbes entraîne une augmentation de la concentration en alcools supérieurs de l'ordre de 2 p. 100.

En ce qui concerne les esters, les variations des teneurs en acétate d'éthyle ne permettent pas de tirer des conclusions quant au rôle des lies et des bourbes.

Par contre, les teneurs en esters supérieurs sont nettement plus importantes dans les eaux-de-vie des vins contenant les lies que dans celles des vins soutirés ; ces augmentations varient de 6 p. 100 selon que les échantillons sont sulfités ou non sulfités. Enfin, les teneurs en esters supérieurs les plus élevées (122,5 mg par litre, dont 82 mg par litre de décanoate d'éthyle) se trouvent dans l'eau-de-vie de l'échantillon non débourbé distillé avec les bourbes et les lies ; or, l'analyse avait montré qu'au stade du vin, cet échantillon présentait exactement la même teneur en esters supérieurs totaux que les autres vins non débourbés mais soutirés (deux fois moins que les échantillons débourbés).

Même si l'on tient compte du rôle des lies, il faut donc admettre que la distillation des bourbes entraîne une augmentation de la teneur en décanoate d'éthyle de l'ordre de 30 p. 100.

CONCLUSION

L'analyse des différentes fractions de la distillation des vins, selon la méthode charentaise, a montré qu'environ 90 p. 100 des substances volatiles du vin se retrouvent dans les eaux-de-vie (60 p. 100 pour le méthanol). Cependant, seulement 3 p. 100 du phényl-2 éthanol du vin passe dans l'eau-de-vie.

Plus de 50 p. 100 de l'éthanal bloqué par le SO_2 rajouté au moût pour le débourbage est présent dans les eaux-de-vie mais en grande partie sous

forme d'acétal. Enfin, la distillation a pour effet de tripler la teneur de certains esters supérieurs.

La présence des bourbes au cours de la fermentation entraîne une augmentation de tous les alcools supérieurs, à l'exception du propanol-1, de l'ordre de 50 p. 100.

A l'inverse, les eaux-de-vie correspondant aux échantillons débourbés sont plus riches en esters supérieurs surtout en octanoate et en décanoate d'éthyle.

Les levures en voile responsables de la fleur ont pour effet de diminuer les teneurs en esters, cet inconvénient peut-être évité par sulfitage du vin pour sa conservation.

La présence des lies dans le vin soumis à distillation entraîne une augmentation des concentrations en esters supérieurs des eaux-de-vie, mais ne modifie pas les teneurs en alcools supérieurs.

Enfin, la distillation des bourbes a pour effet d'accroître nettement les taux d'esters supérieurs dans les eaux-de-vie ainsi que ceux des alcools supérieurs, dans une moindre proportion.

REMERCIEMENTS

Nous remercions MM. GAYBELLILE et MARCHE, pour nous avoir permis d'effectuer les microdistillations à la Stations Viticole de Cognac.

Manuscrit reçu le 28 mars 1978.

RÉSUMÉ

Il a été procédé à la distillation de différents vins issus d'un même moût, à l'aide d'un alambic de laboratoire, selon la méthode charentaise.

L'analyse par C.P.G. des différentes fractions de la distillation montre que la plupart des substances volatiles du vin se retrouvent à 90 p. 100 dans les eaux-de-vie. La fleur entraîne une diminution des teneurs en esters. La distillation des lies et des bourbes augmente les taux des esters supérieurs.

SUMMARY

The distillation of different wines coming from the same must was carried out, with the help of a laboratory still, according to the Charente method.

The analysis by C.P.G. of the different fractions of distillation shows that most of the volatile substances in wine are also found in spirits to a degree of 90 %. The flower produces a decrease in the amount of ether-salt. The distillation of the lees and the mud increases the amount of superior ether-salts.

ZUSAMMENFASSUNG

Die Distillation verschiedener, aus dem gleichen Most hergestellter Weine wurde gemäss der Charentaiser Methode mittels einem Laborbrenner vorgenommen.

Die Analyse durch C.P.G. verschiedener Distillationsfraktionen zeigt, dass die meisten flüchtigen Substanzen des Weines sich zu 90 % im Weinbrand wiederfinden. Die Blume zieht eine Verminderung der Estergehalte nach sich. Die Distillation des Hefesatzes und des Mostschlamms erhöht den Anteil an höheren Estern.

RESUMEN

Se procedió a la destilación de diferentes vinos nacido de un mismo mosto, con la ayuda de un alambique de laboratorio, según el método (charentaise).

El analisis por C.P.G. de diferentes fracciones de la destilación muestra que la mayoria de las substancias valátiles del vino a 90 P. 100 se encuentran en el aguardiente. La flor lleva consigo una disminución de dosis en cuerpos quimicos (Eters-sels. La destilación de hez y de cieno aunmentan la cantidad de cuerpos quimicos superiores.

RIASSUNTO

Si é proceduto alla distilizzazione di diversi vini derivati da uno stesso mosto, con l'aiuto di un alambicco di laboratorio, secondo il metodo della Charente.

L'analisi per C.P.G. delle diversi fasi della distillzzazione mostra che la maggior parte delle sostanze evaporabili del vino si trovano a 90 p. 100 nelle acqueviti. Il fiore comporta una diminuzione del contenuto in etere e sali. La distillizzazione delle feccie e delle impurità aumenta i tassi degli eteri-sali superiori.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BERTRAND A., MARLY-BRUGEROLLE C. et SARRE C., 1978. Influence du débourbage des moûts et du sulfitage sur les teneurs en substances volatiles des vins et des eaux-de-vie. I. Etude des vins. *Connaissance Vigne Vin,* **12**, n° 1, 35-48.

LAFON J. COUILLAUD P. et GAYBELLILE F., 1973. Le Cognac, Ed. J.B. Baillière, Paris.

SPETTOLI P., 1971. Azione di Candida mycoderma, su alcuni constituente fessi e volatile du vini, *Industria Agraria,* **10**, 381-387.

SPONHOLZ W.R., DITTRICH H.H. et STRECKER M., 1974. Die Gärungs Neben productbildung einiger für die Weinbereitung Wichtiger Mejen Zbl. Bakt Abt.H., **129,** (7), 610-616.