

Variabilités géographique, sylvicole et individuelle de la teneur en extractibles de chênes sessiles français (*Quercus petraea* Liebl.) : polyphénols, octalactones et phénols volatils

Guillaume Snakkers^{a,*}, Gérard Nepveu^b, Edith Guilley^b et Roger Cantagrel^a

^a Station Viticole du Bureau National Interprofessionnel du Cognac, 69 rue de Bellefonds, F-16100 Cognac, France

^b Équipe de Recherches sur la Qualité des Bois, Centre INRA de Nancy, F-54280 Champenoux, France

(Reçu le 15 avril 1999 ; accepté le 10 novembre 1999)

Résumé – Le matériel expérimental est constitué de 82 chênes sessiles (ou rouvres) issus de 48 parcelles de futaie ou taillis-sous-futaie réparties dans 5 zones géographiques françaises (Convention ONF-INRA 1992-1996 « Sylviculture et Qualité du bois de chêne (chêne rouvre) »). Pour chacun des arbres, deux extractions ont été réalisées sur les 15 premiers cerne du duramen de deux rayons opposés situés à 1,30 m de la base de l'arbre. La densité optique à 280 nm (qui pour le type d'extraction réalisé est très corrélée à la teneur en tannins), les méthyl-octalactones et des phénols volatils (dont l'eugénol) ont été dosés. Les effets « arbre dans la parcelle », « parcelle dans type peuplement × région », « type de peuplement × région », « région » et « type de peuplement » ont été testés par analyse de variance. Pour la majorité des composés, l'effet arbre est très significatif. Le type de peuplement est très influent sur la teneur en tannins, les arbres de futaie en possèdent moins que les arbres de taillis-sous-futaie. Les régions se différencient uniquement pour les teneurs en eugénol. Pour les méthyl-octalactones, on observe un peu plus de la forme trans pour les arbres de futaie et pas d'effet peuplement ou région pour la forme cis.

chêne sessile / *Quercus petraea* / variabilité / extractibles / gestion sylvicole / origine géographique

Summary – **Geographic, silvicultural and individual variabilities of extractive content for French sessile oaks (*Quercus petraea* Liebl.): polyphenols, octalactones and volatile phenols.** The experimental material consists of 82 sessile oaks sampled from 48 plots characterized by two types of silvicultural management: high forest and coppice with standard. These plots are located in five french regions: Allier, Loir-et-Cher, Orne-Sarthe, Lorraine and Alsace (ONF-INRA convention 1992-1996 "Sylviculture et Qualité du bois de chêne (chêne rouvre)"). For each tree, two extractions were made from the first 15 rings of the heart-wood of two opposite radii which were situated at 1.30 m from the bottom of the tree. Optic density at 280 nm (which is well correlated with tannin content for this type of extraction) and the concentrations of methyl-octalactones and volatile phenols (among which eugenol) were measured. Different effects were tested by variance analysis: "tree within plot", "plot within type of management × region", "type of management × region", "region" and "type of management". For the majority of compounds, tree effect is very significant. Significances for plot effect and for interaction of region with type of management are generally poor. The effect of "type of management" is very significant for tannins, trees of high forest having lower concentrations than trees of coppice with standard. Regions only differ by eugenol content. For methyl-octalactones, there is a little more of the trans racemic form for high forest and no type of management or region effect for the cis racemic form.

sessile oak / *Quercus petraea* / variability / extractives / silvicultural management / geographic origin

* Correspondance et tirés à part
Tél. 05 45 35 61 00 ; Fax. 05 45 82 86 54 ; e-mail : station@bnic.fr

1. INTRODUCTION

L'influence des origines géographique et botanique des chênes (Chêne sessile appelé aussi Chêne rouvre (*Quercus petraea*) et chêne pédonculé (*Quercus robur*)) sur la composition du bois en extractibles cédés aux boissons mises en fût a été étudiée par plusieurs auteurs.

Certaines expérimentations ont consisté à comparer deux origines : Limousin (*Quercus robur*, arbres provenant essentiellement de taillis-sous-futaie) et Tronçais (*Quercus petraea*, futaie). Les résultats obtenus concordent, les arbres de la forêt de Tronçais possèdent plus de composés aromatiques (méthyl-octalactones et eugénol) et moins de tannins [4, 8, 9].

Feuillat et al. [5] ont comparé des arbres des deux espèces (*Q. robur* et *Q. petraea*) issus de la forêt de Cîteaux et obtiennent des résultats similaires, plus de tannins et moins de composés aromatiques pour les chênes pédonculés (*Q. robur*).

Par ailleurs, Mosedale et Savill [10] et Mosedale et al. [11] ont réalisé des prélèvements sur des chênes issus d'essais « clones », d'essais « provenance » et d'essais « mixed-plantations ». L'effet « espèce » (*Q. petraea* et *Q. robur*) est significatif dans tous les essais, les chênes sessiles (*Q. petraea*) possédant plus de méthyl-octalactones et moins de tannins ou polyphénols. L'effet « site » (comparaison de deux essais similaires situés sur deux sites) diffère selon les cas :

- essais « provenance » : pas d'effet « site » ;
- essais « mixed-plantations » : effet « site » très significatif pour les teneurs en tannins ;
- essais « clones » (*Q. petraea*) : effet « site » très significatif pour la largeur de cerne mais pas pour les tannins (vescalagine et castalagine).

Les sites sont situés en Allemagne et en Angleterre.

L'ensemble de ces travaux permet difficilement de juger indépendamment l'influence de l'origine géographique (sols, climat...) de celle du type de traitement sylvicole ou de celle de l'espèce (*Q. petraea* et *Q. robur*).

Les échantillons suivis dans cette étude proviennent du programme défini dans la Convention ONF-INRA 1992-1996 « Sylviculture et Qualité du bois de chêne (chêne rouvre) ». L'objectif de ce travail était notamment de prévoir l'influence possible d'un traitement sylvicole dynamique sur la qualité des bois. Les travaux relatifs à cette Convention portaient sur certaines propriétés physiques du bois, dont sa couleur mais aussi sur les déformations au séchage des pièces de dimensions commerciales. Des détails sur l'objectif, les résultats, les publications, les rapports, les communications et les

perspectives de cette Convention (relayée en partie par le Projet européen « Oak-key » 1996-1999) sont décrits par Nepveu et Dhote [12].

Après ces travaux, des échantillons restant disponibles, il semblait intéressant de les utiliser pour l'étude de la variabilité géographique des teneurs en composés susceptibles d'être extraits par les boissons spiritueuses mises en fût. En effet, l'échantillonnage disponible permet de prendre en compte les facteurs « origine géographique » et « type de peuplement » dans le cas du seul chêne sessile (*Q. petraea*).

Les composés extractibles étudiés sont les méthyl-octalactones (odeur de bois, de noix de coco), les phénols volatils dont l'eugénol (clou de girofle) et les tannins par une mesure indirecte : la densité optique à 280 nm. Ces composés sont ceux les plus susceptibles de posséder un impact aromatique [1] aux concentrations rencontrées dans le bois de chêne non chauffé. Les conditions de séchage puis la chauffe lors de la fabrication des fûts modifient fortement la composition du bois en extractibles. Seule la coque est chauffée, les fonds ne le sont pas.

Les résultats obtenus concernent donc le bois non chauffé, ils sont susceptibles de concerner tous les produits mis en fût, même si le type d'extraction choisi correspond plus aux conditions rencontrées dans le cas du Cognac.

2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

2.1. Échantillonnage des arbres

Seuls des chênes sessiles ont été échantillonnés. Ils proviennent de cinq régions (tableau 1). Pour chaque région, un à deux arbres ont été choisis sur différentes parcelles situées dans plusieurs forêts. Les parcelles sont dissociées selon le type de traitement sylvicole : futaie ou taillis-sous-futaie.

À titre d'exemple les forêts échantillonnées sont pour la région « Allier » :

- forêt domaniale de Tronçais (10 arbres dans 5 parcelles) ;
- forêt de Gypsy (un arbre isolé) ;
- forêt de Lavault Ste Anne (5 arbres dans 4 parcelles) ;
- forêt de Grosbois (2 arbres dans 1 parcelle).

Le facteur « forêt » n'est pas pris en compte dans les analyses de variance car l'échantillonnage aurait été trop déséquilibré. Par exemple, toutes les parcelles de la forêt de Tronçais étaient de type « futaie » alors que les parcelles des autres forêts de cette même région appartenaient au type « taillis-sous-futaie ».

Les 82 arbres échantillonnés étaient âgés de 61 à 224 ans (moyenne : 153 ans) (figure 1), ils avaient des diamètres à une hauteur de 1,30 m compris entre 42 et 104 cm (moyenne : 62 cm) et des hauteurs totales comprises entre 17 et 40 m (moyenne : 28 m). La largeur moyenne de cerne à 1,30 m était comprise entre 1,26 et 3,90 mm (moyenne : 1.95 mm).

Les dates d'abattage et de tronçonnage sont répertoriées par région dans le tableau II. Lors du tronçonnage, pour chaque arbre, un billon de 20 cm de haut a été prélevé à 1,30 m de la base. Ces billons ont été découpés en 8 rayons radiaux qui ont été conservés à l'abri à l'air libre (figure 2).

2.2. Préparation des échantillons et extractions

Pour chaque arbre, nous disposions des rayons 2 et 6 (figure 2). Sur ces deux rayons, les 15 premiers cernes situés complètement dans le bois de cœur ont été débités. Ainsi, le bois prélevé possède le même âge compté depuis la limite aubier-duramen pour tous les arbres. Rappelons que les teneurs en tannins ellagiques sont maximum à la limite du duramen puis décroissent avec l'âge du bois en allant vers la moelle de l'arbre [8, 13, 14].

Les zones de prélèvement, relatives aux 15 premiers cernes du bois de cœur, ont d'abord été débitées avec un ciseau à bois. Dans un deuxième temps, la sciure a été obtenue à l'aide d'une mèche à bois. La sciure a été ensuite placée dans une étuve (40 °C) jusqu'à stabilisation du poids, observée entre le 4^e et le 5^e jour. Les extraits ont été réalisés par macération dans des flacons de 250 ml de 10 g de poudre séchée dans 200 ml d'une solution hydroalcoolique à 70 % vol. acidifiée avec de l'acide chlorhydrique dilué, pour un pH final égal à 4,1. Les macérations ont duré 18 jours. Les échantillons ont été répartis en 5 boîtes. Chaque jour les boîtes ont été agitées une heure sur un agitateur rotatif. Les extraits ont été filtrés sur coton de verre et ajustés à 200 ml.

2.3. Analyses

Les analyses des extraits ont porté sur :

- la *densité optique* à 280 nm qui, dans le cas de ce type d'extrait, est très bien corrélée aux polyphénols totaux [3] et donc aux tannins ellagiques [14] ;
- les *méthyl-octalactones* (*cis* et *trans* β -*méthyl- γ -octalactones*) extraites à l'isooctane puis dosées par chromatographie en phase gazeuse [2] ;

Tableau I. Effectifs d'arbres et de parcelles () par région et par type de peuplement.

Région	Futaie	Taillis	Total
Allier	10 (5)	8 (6)	18 (11)
Loir et Cher	4 (2)	8 (5)	12 (7)
Orne-Sarthe	8 (4)	8 (4)	16 (8)
Lorraine	9 (6)	9 (7)	18 (13)
Alsace	16 (8)	2 (1)	18 (9)
Total	47 (25)	35 (23)	82 (48)

() Nombre de parcelles : pour chaque parcelle, prélèvement de 1 à 2 arbres.

Tableau II. Dates d'abattage et de tronçonnage des arbres.

Région	Date d'abattage	Date de tronçonnage et de débit des rayons radiaux
Allier	01/1995 à 02/1995	06/1995 à 09/1995
Loir-et-Cher	02/1994	06/1994 à 09/1994
Orne et Sarthe	03/1994 à 04/1994	08/1994 à 10/1994
Alsace	03/1993 à 04/1993	06/1993
Lorraine		
– 6 arbres	10/1992 à 11/1992	10/1992 à 11/1992
– 12 arbres	03/1995 à 04/1995	06/1995 à 09/1995

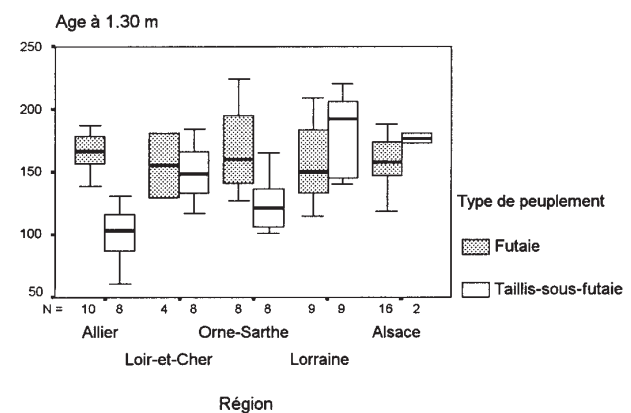


Figure 1. Age des chênes sessiles échantillonnés.

- les *phénols volatils* convertis en 2,4-dinitrophényl éthers à l'aide de 2,4-dinitro 1-fluorobenzène selon le principe décrit par Lehtonen [6]. Après extraction, les dérivés ont été analysés par chromatographie en phase

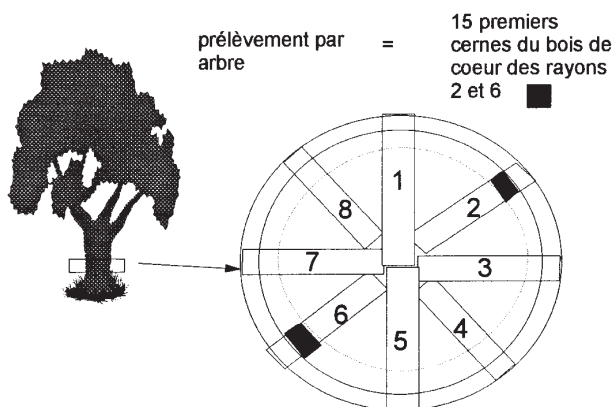


Figure 2. Prélèvements des échantillons sur un arbre. (F : Futaie ; TSF : Taillis-sous-futaie).

gazeuse et détectés par capture d'électrons. Les phénols ainsi dosés sont le phénol, le gaïacol, le para-crésol, le méta-crésol, l'ortho-crésol, le para-éthylphénol, le para-éthyl-gaïacol et l'eugénol.

2.4. Traitement des données

Les traitements statistiques ont été réalisés à l'aide du logiciel « SPSS ».

Dans un premier temps, un modèle d'analyse de variance hiérarchisé a permis de tester la signification des effets suivants :

- 1. type de peuplement (futaie ou taillis sous futaie) ;
- 2. région ;
- 3. Interaction entre région et type de peuplement ;
- 4. parcelle dans (région \times peuplement) ;
- 5. arbre dans parcelle.

Les effets « Type de peuplement », « région » et leur interaction ont été testés par rapport à l'effet « parcelle ». L'effet « parcelle » est testé par rapport à l'effet « arbre ». Cette analyse correspond aux questions suivantes :

- 1. les parcelles se regroupent-elles par type de peuplement ?
- 2. les parcelles se regroupent-elles par région ?
- 3. pour une même région et pour un même type de peuplement observe-t-on des différences entre parcelles ?

- 4. les deux prélèvements réalisés par arbre sont-ils homogènes et existe-t-il des différences entre arbres situés sur une même parcelle ?

Puis, tous les facteurs ont été considérés comme aléatoires et les variances associées ont été calculées. Ces variances ont été exprimées en pourcentage de la variance résiduelle. Cette variance résiduelle regroupe les variations dues à des différences au sein du même arbre entre les deux prélèvements, plus des variations induites par la préparation des extraits et par le dosage des composés.

Dans un deuxième temps, les facteurs les mieux à même d'expliquer et donc d'estimer la densité optique à 280 nm c'est-à-dire la teneur globale en tannins extractibles, ont été recherchés par régression.

3. RÉSULTATS

3.1. Analyse de variance

Les extraits contiennent moins de 0,5 $\mu\text{g/l}$ (seuil de détection) de méta-crésol, para-crésol et de para-éthyl-gaïacol.

Les résultats de l'analyse de variance pour les autres composés sont résumés dans le *tableau III*. Le *tableau IV* résume les estimations des variances pour les différents facteurs. Les moyennes par région et par type de peuplement sont répertoriées dans le *tableau V*. Ces moyennes sont calculées en donnant le même poids à chaque cellule « région \times type de peuplement ».

L'effet « arbre » est significatif pour tous les composés, excepté pour le phénol et le gaïacol (*tableau III*). Cet effet est très marqué pour les méthyl-octalactones (*figure 3*) (F supérieurs à 30) et pour l'eugénol ($F = 15,30$). La variabilité entre arbres est de loin la plus importante pour les méthyl-octalactones et pour l'eugénol (*tableau IV*).

L'effet « parcelle » étudié ici regroupe les différences entre parcelles non attribuables au type de peuplement ou à la région d'origine. Cet effet « parcelle » n'est significatif pour aucun des extractibles pris en compte. Il n'est significatif que pour la largeur moyenne des 15 cernes prélevés (*tableau III*). Ce résultat s'explique par le fait que les variances relatives au facteur « parcelle » sont faibles comparées à celles relatives au facteur « arbre » (*tableau IV*).

L'interaction région avec le type de peuplement n'est significative pour aucun des composés étudiés (*tableau III*).

L'effet « région » n'est significatif que pour l'eugénol (*tableau III* et *figure 6*). Pour les autres composés, les

Tableau III. Résultats de l'analyse de variance.

Paramètres mesurés		Arbre (34 ddl)	Parcelle (42 ddl)	Interaction Région × Type de peuplement (4 ddl)	Type de peuplement (1 ddl)	Région (4 ddl)
Largeur de cerne (mm)	F	1,67	3,19	2,86	30,49	1,72
	Sig.	0,031	0,000	0,036	0,000	0,165
Densité optique 280 nm	F	6,08	1,55	0,94	29,65	1,25
	Sig.	0,000	0,098	0,453	0,000	0,308
Trans méthyl-octalactone (mg/l)	F	45,28	1,38	0,43	4,85	0,24
	Sig.	0,000	0,171	0,783	0,034	0,914
Cis méthyl-octalactone (mg/l)	F	34,00	1,22	0,64	0,85	0,68
	Sig.	0,000	0,276	0,639	0,363	0,607
Rapport (Cis/Trans)	F	28,87	1,12	0,02	4,33	0,52
	Sig.	0,000	0,371	0,999	0,044	0,719
Somme (Cis+Trans)	F	26,53	1,22	0,62	0,00	0,96
	Sig.	0,000	0,280	0,648	0,969	0,438
Phénol (µg/l)	F	1,43	1,37	0,47	1,44	1,32
	Sig.	0,095	0,176	0,755	0,237	0,281
Gaïacol (µg/l)	F	1,18	1,53	0,32	4,16	0,68
	Sig.	0,268	0,105	0,861	0,048	0,607
Para-éthyl phénol (µg/l)	F	1,63	0,95	0,78	0,17	1,06
	Sig.	0,037	0,559	0,543	0,682	0,389
Eugénol (µg/l)	F	15,30	0,79	1,50	1,70	3,93
	Sig.	0,000	0,756	0,222	0,201	0,009

Légende :

ddl : Degré de liberté.

F : Statistique de Fisher.

Sig. : Signification (= probabilité que le facteur étudié soit sans effet).

Tableau IV. Variations exprimées en pourcentage de la variance résiduelle.

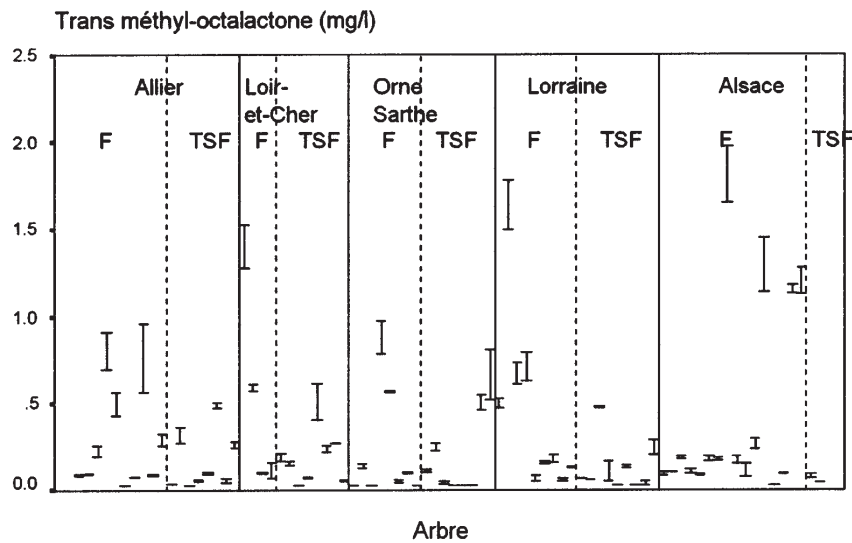
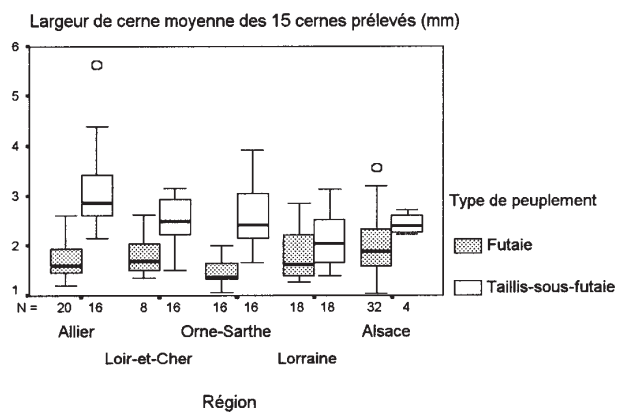
Paramètres mesurés	Résiduelle	Arbre	Parcelle	Interaction région × type de peuplement	Type de peuplement	Région
Largeur de cerne (mm)	100	34	109	73	225	0
Densité optique à 280 nm	100	254	100	0	413	11
Trans méthyl-octalactone (mg/l)	100	2214	517	0	421	0
Cis méthyl-octalactone (mg/l)	100	1650	229	0	13	13
Rapport (Cis/Trans)	100	1393	103	0	213	68
Somme (Cis+Trans) (mg/l)	100	1276	174	0	0	43
Phénol (µg/l)	100	22	16	0	3	6
Gaïacol (µg/l)	100	9	19	0	11	3
Para-éthyl phénol (µg/l)	100	32	0	0	0	2
Eugénol (µg/l)	100	715	0	47	4	100

variances associées au facteur région sont très faibles (*tableau IV*). Les teneurs en eugénol sont par ordre décroissant plus élevées pour les arbres prélevés dans le Loir-et-Cher (175,7 µg/l), en Allier (109,4 µg/l) suivi des trois autres régions (*tableau V*). Pour l'Alsace, les teneurs en eugénol sont relativement faibles, excepté pour un arbre (*figure 6*). Cet individu à lui seul influe notablement sur la moyenne de cette région.

L'effet «type de peuplement» est très significatif pour la largeur moyenne des 15 cernes prélevés, pour la teneur en extractibles ($F = 33,13$) et dans une moindre mesure pour les teneurs en trans méthyl-octalactone ($F = 4,49$) et en gaïacol ($F = 4,91$) (*tableau III* et *figures 4, 5, 8* et *9*). Pour la largeur moyenne des 15 cernes prélevés et pour les tannins (densité optique à 280 nm) la variance liée au «type de peuplement» est la plus élevée

Tableau V. Moyennes par région et par type de peuplement.

Paramètres mesurés	Allier	Loir-et-Cher	Région		Alsace	Type de peuplement	
			Orne Sarthe	Lorraine		Futaie	Taillis-sous-futaie
Largeur de cerne (mm)	2,44	2,15	2,02	1,98	2,21	1,76	2,56
Densité optique à 280 nm	82,09	83,19	81,20	76,48	62,06	62,89	91,12
Trans méthyl-octalactone (mg/l)	0,232	0,370	0,219	0,295	0,252	0,395	0,152
Cis méthyl-octalactone (mg/l)	0,720	1,261	1,070	1,033	1,025	0,930	1,114
Rapport (Cis/Trans)	7,31	8,06	11,40	9,49	11,90	7,08	12,18
Somme (Cis+Trans) (mg/l)	0,951	1,632	1,289	1,329	1,278	1,325	1,266
Phénol (µg/l)	6,10	6,05	6,24	6,79	5,92	6,39	6,05
Gaïacol (µg/l)	6,19	6,45	6,68	5,34	5,31	5,36	6,62
Para-éthyl phénol (µg/l)	0,552	0,634	0,772	0,672	0,614	0,654	0,644
Eugénol (µg/l)	109,4	175,7	61,8	65,5	90,2	114,4	86,6

**Figure 3.** Illustration de l'effet arbre pour la trans méthyl-octalactone.**Figure 4.** Illustration des effets « Région » et « Type de peuplement », pour la largeur moyenne des 15 cernes prélevés.

ce qui indique que le type de peuplement est un facteur très influent pour ces deux paramètres (*tableau IV*).

Les arbres de futaie comparativement aux arbres de taillis-sous-futaie présentent moins de tannins extractibles (densité optique à 280 nm de 62,89 contre 91,12), un peu moins de gaïacol (5,36 contre 6,62 µg/l), un peu plus de trans méthyl-octalactone (0,395 contre 0,152 mg/l) et des largeurs de cernes plus petites (1,76 contre 2,56 mm) (*tableau V*).

Les effets des facteurs « Type de peuplement » et « Région » sont illustrés par les *figures 4 à 9*.

3.2. Facteurs influençant la teneur en tannins

Les moyennes des deux prélèvements ont été calculées par arbre. Ces données sont utilisées pour tester les

Tableau VI. Facteurs influents pour la teneur en tannins extraçtibles (D.O. 280 nm).

Variables explicatives	R ²
Largeur moyenne des 15 cernes prélevés	0,181
Largeur de cerne moyenne à 1,30 m	0,282
Type de peuplement	0,410
Epaisseur des gros rayons ligneux	0,123
Pourcentage linéique des gros rayons ligneux	0,049
Age à 1,30 m	0,027
Type de peuplement et Largeur de cerne moyenne à 1,30 m	0,439

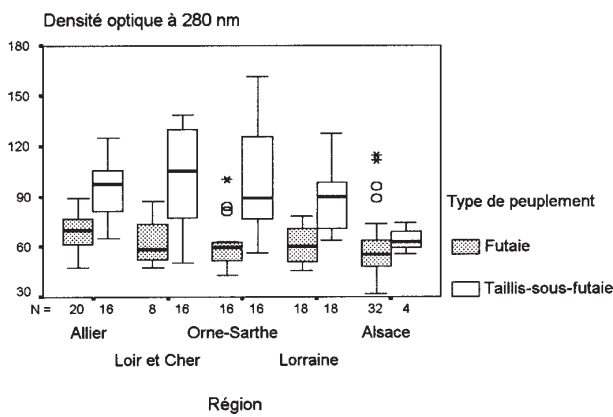


Figure 5. Illustration des effets « Région » et « Type de peuplement », pour la densité optique à 280 nm.

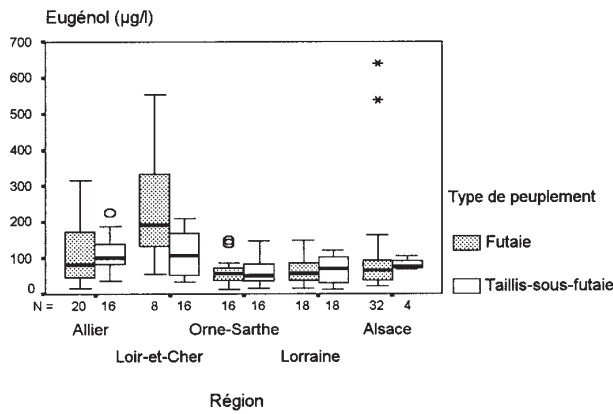


Figure 6. Illustration des effets « Région » et « Type de peuplement », pour l'eugénol.

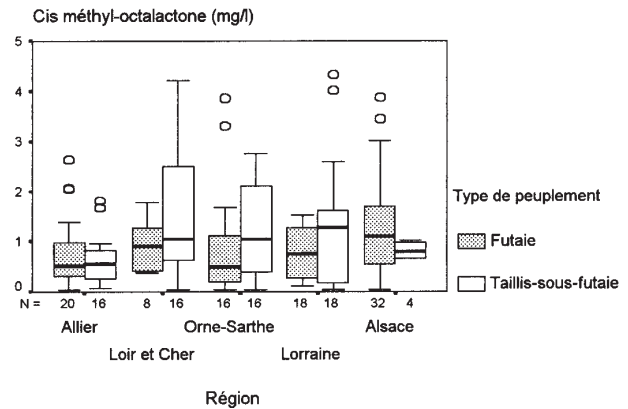


Figure 7. Illustration des effets « Région » et « Type de peuplement », pour la cis méthyl-octalactone.

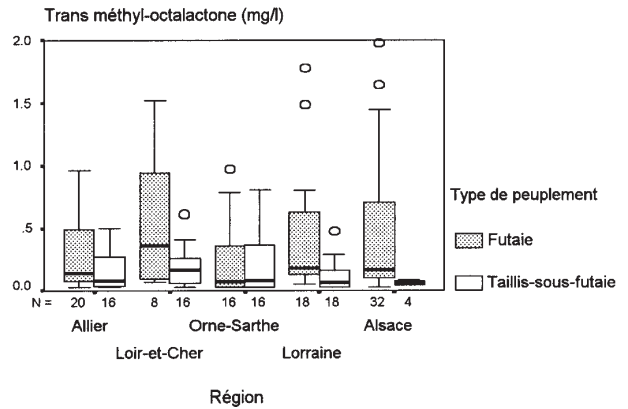


Figure 8. Illustration des effets « Région » et « Type de peuplement », pour la trans méthyl-octalactone.

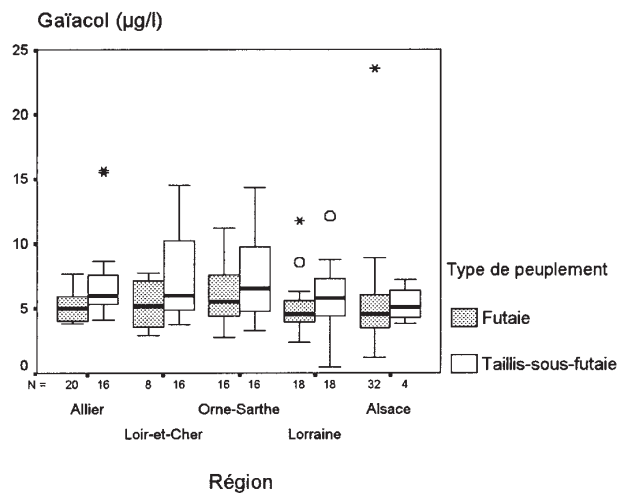


Figure 9. Illustration des effets « Région » et « Type de peuplement », pour le gaïacol.

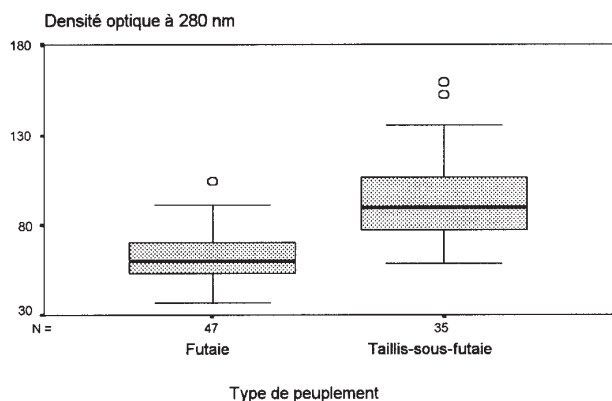


Figure 10. Densité optique à 280 nm par type de peuplement.

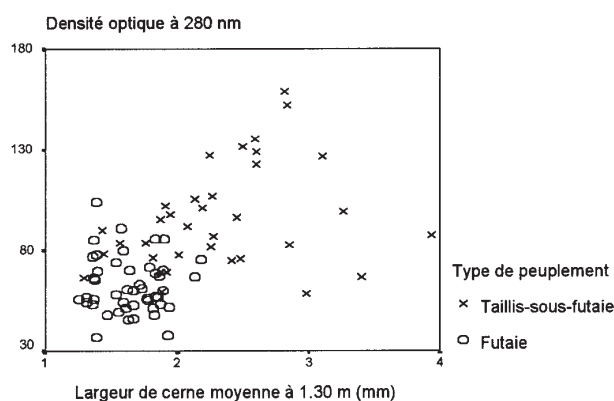


Figure 11. Densité optique à 280 nm en fonction de la largeur de cerne moyenne à 1,30 m.

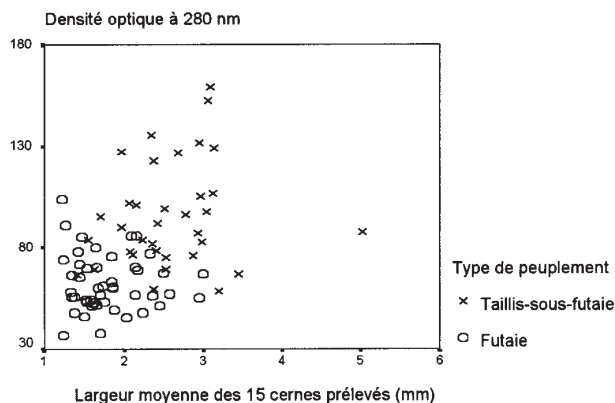


Figure 12. Densité optique à 280 nm en fonction de la largeur moyenne des 15 cernes prélevés.

facteurs les plus liés à la teneur en tannins extractibles (densité optique à 280 nm). Les résultats des régressions (tableau VI) indiquent que la variable qui explique le mieux la teneur en tannins extractibles est très nettement le type de peuplement (R^2 de 0,410) suivi par la largeur de cerne moyenne à 1,30 m (R^2 de 0,282) puis par la largeur moyenne des 15 cernes prélevés (R^2 de 0,181) (figures 10 à 12). La largeur de cerne à 1,30 m est la variable qui améliore le plus le modèle basé sur le type de peuplement seul. Cette amélioration reste toutefois très limitée puisque le R^2 ne passe que de 0,410 à 0,439 (tableau VI).

4. DISCUSSION

Les rapports cis / trans méthyl-octalactones trouvés ici sont très élevés comparés à ceux généralement observés sur des bois de tonnellerie de chêne européens ou dans les spiritueux ou vins mis dans des fûts de chênes européens. Les valeurs pour cette expérimentation se rapprochent plus de celles observées pour les bois d'origine américaine [7, 15]. Le type de séchage utilisé ici, à l'air libre mais sous abri, qui n'est pas comparable à celui utilisé pour les bois de tonnellerie, est peut-être à l'origine de ce résultat.

L'effet « arbre » à l'intérieur des parcelles constitue l'une des sources de la variabilité entre merrains issus d'une même parcelle. Cet effet « arbre » est de loin la source de variabilité principale pour les teneurs en méthyl-octalactones et en eugénol, ce résultat concorde avec ceux publiés [7, 10]. Le fait que, à l'instar de nombreuses autres propriétés du bois [12], l'effet arbre soit si important, indique que pour gagner vraiment sur les teneurs en ces composés par le biais de l'approvisionnement en bois il faudrait trouver des moyens de choisir les « bons » arbres à l'intérieur des parcelles. Procéder à un tel tri n'est pas envisageable d'un point de vue économique.

La deuxième source de variabilité entre merrains d'un même lot est liée à l'hétérogénéité au sein d'un même arbre. Cette hétérogénéité peut être organisée, par exemple, le gradient radial en tannins ellagiques cité au paragraphe 2.2. Ainsi, pour un arbre, les merrains prélevés près de la moelle possèdent moins de tannins que ceux prélevés à proximité de l'aubier. Cette dernière

source de variabilité ne peut être quantifiée ici. Elle est confondue avec l'hétérogénéité liée à la préparation des échantillons et aux dosages. Seule l'hétérogénéité circconférentielle est prise en compte, en effet les prélèvements ont tous été réalisés à la même hauteur (1,30 m) et à la même position radiale (les 15 premiers cerne du bois de cœur).

L'effet «Parcelle» étudié ici a peu d'intérêt pratique pour le choix des bois car il regroupe l'ensemble des facteurs qui varient entre parcelles autres que ceux étudiés c'est-à-dire le type de peuplement ou la région d'origine. Une forte variance associée à cet effet indiquerait l'existence de facteurs dignes d'intérêt pour le choix des parcelles (*tableau IV*). Ce n'est généralement pas le cas, excepté pour les teneurs en méthyl-octalactones pour lesquelles l'effet arbre reste de loin le plus déterminant. Dans le cas de la largeur moyenne des 15 cerne prélevés et de la teneur en tannins (DO 280 nm), on peut penser qu'une bonne part de l'effet parcelle est liée à la réduction en deux types de peuplement : futaie et taillis-sous-futaie.

Les informations relatives aux effets «type de peuplement» et «région» sont directement utilisables lors du choix des approvisionnements en bois.

Le résultat le plus remarquable, la différence de teneur en tannins extractibles entre les deux types de peuplement nous semble raisonnablement généralisable à l'ensemble du tronc et pas seulement aux 15 cerne prélevés. La teneur en tannins diminue du duramen vers le cœur de l'arbre avec l'âge du bois [8, 13, 14]. À circonférence égale, le bois situé au centre des billes est plus âgé pour les arbres de futaie car la largeur de cerne est plus petite. Ainsi, il paraît logique que les différences observées soient au moins conservées à âge de bois égal, voire amplifiées à distance constante du duramen.

Pour les autres composés, cette généralisation à l'ensemble du tronc des conclusions correspondant aux prélèvements des 15 premiers cerne est plus délicate car on ne sait pas si des gradients existent à l'intérieur de l'arbre.

On observe une corrélation positive entre la largeur de cerne et la teneur en tannins extractibles. Cette corrélation n'implique pas une relation de cause à effet. En effet, ces deux propriétés peuvent être toutes les deux des conséquences du type de peuplement. La teneur en tannins des prélèvements est par ordre décroissant davantage liée au type de peuplement, puis à la largeur de cerne moyenne pour l'arbre, puis enfin à la largeur des cerne prélevés. Ce résultat semble également indiquer que le type de peuplement, donc la physionomie de la parcelle, constitue dans le cadre de cette étude (chêne sessile) le meilleur indicateur de la teneur en tannins.

Le type de peuplement contribue largement aux différences de largeur de cerne et de teneur en tannins observées entre chênes du Limousin (*Quercus robur*, arbre provenant essentiellement de taillis-sous-futaie) et ceux de la forêt de Tronçais (*Quercus petraea*, futaie) [4, 7, 9]. Toutefois, le type de peuplement affecte peu les teneurs en méthyl-octalactones. Mosedale et Savil [10] ont montré pour ces composés une différence entre les deux espèces de chênes. Ainsi, les différences observées pour ces composés entre arbres du Limousin et de l'Allier sont vraisemblablement liées à l'espèce.

Concernant l'eugénol, il semble difficile de se limiter au type de peuplement ou à l'espèce car d'après cette étude il existe des différences régionales pour le chêne sessile.

Dans la pratique, si les chênes sessiles de taillis-sous-futaie sont commercialisés sous l'étiquette «Limousin» et ceux de futaie sous l'étiquette «Tronçais», alors on retrouve les tendances généralement admises entre ces deux types :

- arbres de taillis-sous-futaie affectés au type «Limousin» (plus de tannins, grain plus lâche);
- arbres de futaie affectés au type «Tronçais» (moins de tannins, grain plus serré).

Par contre, les teneurs en méthyl-octalactones seraient peu différentes et celles en eugénol homogènes.

5. CONCLUSION

Dans le cas des chênes rouvres (*Quercus petraea*), les teneurs en tannins sont en grande partie déterminées par le type de peuplement : ces teneurs sont moindres pour les arbres de futaie comparativement aux arbres de taillis-sous-futaie. Des différences moins marquées existent entre ces deux types de peuplement pour la trans méthyl-octalactone (plus pour les arbres de futaie) et le gâicol (moins pour les arbres de futaie). Le type de peuplement apparaît donc comme un facteur important pour les teneurs en extractibles des bois. Il expliquerait notamment pour une part non négligeable les différences observées de largeur de cerne et de teneur en tannins entre chênes du Limousin (*Quercus robur*, arbre provenant essentiellement de taillis-sous-futaie) et ceux de la forêt de Tronçais (*Quercus petraea*, futaie).

Pour les composés dosés, seul l'eugénol présente des teneurs différentes selon l'origine géographique. Les arbres les plus riches en eugénol proviennent du Loir et Cher et de l'Allier. Les teneurs sont plus faibles pour les trois autres régions Alsace, Orne-Sarthe et Lorraine.

Même si les composés étudiés possèdent un impact important sur les spiritueux ou les vins mis en fûts, le

choix des lots d'arbres n'est pas le seul paramètre déterminant. D'autres étapes conditionnent la qualité finale des produits mis en fût : la maturation des merrains, la chauffe des fûts et la technique de vieillissement. La chauffe notamment, est une étape très importante qui peut permettre de corriger certaines caractéristiques des bois utilisés.

Remerciements : La partie échantillonnage de ce travail a été financée par l'Office National des Forêts dans le cadre d'une Convention 1992-1996 avec l'INRA intitulée «Sylviculture et qualité du bois de chêne». Cette étude a également été soutenue par l'Union Européenne au travers du projet OAK-KEY «New silvicultural alternatives in young oak high forests. Consequences on high quality timber production (1996-1999)».

Les extractions et les dosages de ce travail ont été financées par l'ONIVIN.

Nous remercions Pierre Gelhaye et Josiane Chaumet pour la préparation du matériel de notre étude.

RÉFÉRENCES

- [1] Boidron J.-N., Chatonnet P., Pons M., Influence du bois sur certaines substances odorantes des vins, *Connaissance Vigne et Vin* 22, 4 (1988) 275-294.
- [2] Cantagrel R., Application de l'analyse multidimensionnelle à la caractérisation des Cognacs par rapport aux autres eaux-de-vie de vin et alcools de vin, XIX Congrès International de la Vigne et du Vin, 24-28 novembre 1986, Chili.
- [3] Cantagrel R., Snakkers G., Nepveu G., Keller R., Quelques caractéristiques des merrains en fin de maturation en Charentes – Variabilité rencontrée, différences entre tonnellerie, corrélations entre caractéristiques, *Revue des Œnologues* 84 (1997) 7-13.
- [4] Chatonnet P., Influence des procédés de tonnellerie et des conditions d'élevage sur la composition et la qualité des vins élevés en fûts de chêne, Thèse No. 338, 1995, Université de Bordeaux II, UFR Institut d'Œnologie.
- [5] Feuillat F., Moio L., Guichard E., Marinov M., Fournier N., Puech J.-L., Variation in the concentration of ellagitannins and cis- and trans- β -méthyl- γ -octalactone extracted from oak wood (*Quercus robur* L., *Quercus petraea* Liebl.) under model wine cask conditions, *Am. J. Enol. Vitic.* 48, 4 (1997) 509-515.
- [6] Lehtonen M., Gas chromatographic determination of phenols as 2,4-dinitro phenyl ethers using glass capillary columns and ECD, *J. Chromatogr.* 202 (1980).
- [7] Masson G., Guichard E., Fournier N., Puech J.-L., Stereoisomers of β -méthyl- γ -octalactone. II Contents in the wood of french (*Quercus robur* and *Quercus petraea*) and american (*Quercus alba*) oaks. *Am. J. Enol. Vitic.* 46, 4 (1995) 424-428.
- [8] Masson G., Moutounet M., Puech J.L., Ellagitannin content of oak wood as a function of species and of sampling position in the tree, *Am. J. Enol. Vitic.* 46, 2 (1995) 262-268.
- [9] Mosedale J.R., Ford A., Variation of the flavour and extractives of european oak wood from two french forests, *J. Sci. Food Agric.* 70 (1996) 273-287.
- [10] Mosedale J.R., Savill P.S., Variation of heartwood phenolics and oak lactones between the species and phenological types of *Quercus petraea* and *Q. robur*, *Forestry* 69, 1 (1996) 47-55.
- [11] Mosedale J.R., Charrier B., Janin G., Genetic control of wood colour, density and heartwood ellagitannin concentration in european oak (*Quercus petraea* and *Q. robur*), *Forestry* 69, 2 (1996) 111-124.
- [12] Nepveu G., Dhote J.-F., Rapport final de la Convention ONF-INRA 1992-1996 «Sylviculture et qualité du bois de chêne (chêne rouvre)», 1998 (Document de l'Équipe de Recherches sur la Qualité des Bois, centre INRA de Nancy 1998/1) p. 68.
- [13] Peng S., Scalbert A., Monties B., Insoluble ellagitannins in *Castanea sativa* and *Quercus petraea* woods, *Phytochemistry* 30, 3 (1991) 775-778.
- [14] Scalbert A., Lapierre C., Ellagitannins et lignines du cœur de chêne structure et évolution au cours du vieillissement du bois, *Revue des Œnologues* 71 (1994) 9-12.
- [15] Towey J., Extraction des composés volatils du bois de chêne français, américain et hongrois dans le Chardonnay fermenté et élevé en fûts, *Revue des Œnologues* 84 (1997) 25-29.