

Propriétés des merrains affinés dans une solution d'enzymes naturels et destinés à la tonnellerie

Benoit Jourez^{a*}, Stéphane Charron^b et Jean-Philippe Quin^c

^a Centre de Recherche de la Nature, des Forêts et du Bois, Direction de Technologie du Bois, Av. Maréchal Juin, 23, 5030 Gembloux, Belgique

^b Faculté Universitaire des Sciences Agronomiques de Gembloux, Unité de Gestion et Économie forestières, Passage des déportés, 2, 5030 Gembloux, Belgique

^c Ets. R. Stiennon, Service R&D, Rue des Ateliers, 7, 7850 Enghien, Belgique

(Reçu le 24 septembre 2001 ; accepté le 11 avril 2002)

Résumé – Une accélération de l'affinage des merrains de chêne est possible par un traitement dans une solution d'enzymes naturels. Son effet sur les caractéristiques physiques, mécaniques et sur le potentiel d'absorption d'une solution hydro-alcoolique par le bois nécessitait cependant d'être testé. Des éprouvettes normalisées ont été extraites de 150 merrains, sélectionnés dans trois tonnellerie réparties sur le territoire français, sur base du critère de largeur des cerne usité en tonnellerie. Les facteurs de classification : tonnellerie, classe de largeur des cerne et traitement ont été utilisés dans l'analyse statistique. Le facteur tonnellerie influence le module d'élasticité et la contrainte de rupture en flexion statique mais pas les autres caractéristiques physiques et mécaniques du bois. L'amélioration des propriétés du bois est étroitement liée à l'augmentation des largeurs des cerne des éprouvettes. Le traitement enzymatique n'affecte pas significativement les caractéristiques physiques et mécaniques du bois de chêne, à l'exception de la dureté et, dans une moindre mesure, du potentiel d'absorption, ou une influence négative est observée. Compte tenu du très faible impact sur les caractéristiques du bois de chêne (*Quercus* sp.) destiné à la tonnellerie et des apports positifs du traitement enzymatique sur l'affinage des merrains, ce traitement pourrait constituer une alternative pour éviter un stockage de longue durée des merrains.

chêne / merrain / enzyme / caractéristiques physiques / caractéristiques mécaniques

Abstract – Properties of shooks ageing by a treatment in a solution of natural enzymes. A speeding up of the ageing of shooks is possible by a treatment with a solution of natural enzymes. However its repercussion on physical, mechanical characteristics of wood and on its absorption potential of an hydro-alcoholic solution must be tested. Normalized samples have been extracted from 150 shooks selected on a ring width criteria from three cooperages located on different supplying area in France. The three factors cooperage, ring width class and treatment are used for statistical analysis. The cooperage factor, reflection of the supply area of each of them, affect the young modulus and the modulus of rupture in static bending but not the other characteristics. The improvement of the wood properties is closely linked to the ring width increase of the samples. The enzymatic treatment has no significant effect on physical and mechanical characteristics of oak wood, except on the hardness and, to a lesser extent, on the absorption potential. Considering the absence of negative effect on characteristics of shooks and the positive contribution of enzymatic treatment on their ageing, this treatment could bring a very interesting economical alternative permitting to avoid long lasting storage of the shooks before assembly.

oak / shook / enzyme / physical characteristic / mechanical characteristic

1. INTRODUCTION

Dans l'élevage des vins, les échanges entre le bois et le vin ont une importance capitale. L'usage d'un contenant en bois a une origine historique. Ce sont les Celtes qui ont inventé ces récipients qui se sont imposés d'eux-mêmes par leurs qualités intrinsèques (capacité, légèreté, solidité) face à l'amphore romaine. Le chêne s'est rapidement imposé pour la vinification. Sa facilité de débit au fendage et de cintrage au feu, à la vapeur ou à l'eau chaude, son excellente porosité aux gaz couplée à son imperméabilité aux liquides, son aptitude à

la formation, lors de la chauffe, de molécules aromatiques marquant positivement le vin, ainsi que sa durabilité naturelle élevée, l'ont désigné comme essence de référence en tonnellerie [11, 21]. Si la barrique n'a pas été remplacée par des contenants inertes tels que les cuves en matière plastique ou en inox, c'est que les œnologues se sont aperçus que le chêne grâce à ses tanins et ses arômes était susceptible d'enrichir le vin, l'adoucir et l'aider à vieillir.

Les tanins du bois de chêne sont des ellagitannins et des gallotanins [12]. Présents dans le duramen de chêne, ils peuvent être hydrolysés par voie enzymatique, solubilisés tout

* Correspondance et tirés à part

Tél. : 081 62 64 41 ; fax : 081 61 57 27 ; e-mail : B.jourez@mrw.wallonie.be

au long de l'élevage du vin en fût neuf [20] et intervenir sur le processus de maturation du vin par contrôle de l'oxygénation. En effet, facilement oxydables, ils jouent le rôle de tampon en captant l'oxygène excédentaire qui pourrait entrer en contact avec le vin [10]. Ce rôle de tampon ainsi que la porosité du bois de chêne permettent une oxygénation lente et régulière du contenu, qui génère des réactions d'oxydation « in vino » qui permettront notamment aux vins rouges, de garantir la stabilité de cette couleur au cours du vieillissement et de gagner en limpidité et en « moelleux » [17].

Il faut noter toutefois que le bois de chêne n'est pas utilisé directement après débitage dans la fabrication des fûts. Il est impératif que ce bois subisse un séchage naturel et une maturation à l'air libre d'une durée de 12 à 36 mois afin de subir les transformations enzymatiques permettant d'acquérir les propriétés organoleptiques recherchées dans l'élevage des vins. Ces modifications sont dues à la fois au lessivage des tanins excédentaires par les pluies [17], aux variations de température et au développement d'une flore fongique à la surface des merrains. Ces champignons (essentiellement *Aureobasidium pullulans*, *Trichoderma harzianum* et *konigii*) [20] altèrent les composés du bois (lignine, cellulose, tanins, ...) en sécrétant des enzymes qui opèrent, notamment, une dépolymérisation de la lignine, générant ou augmentant la teneur du bois en composés phénoliques aromatiques tels que la vanilline, les whisky lactones et l'eugénol [5, 12, 13, 15]. Ces transformations complexes sont nécessaires avant la mise en contact du vin avec le bois.

Une découverte toute récente semble devoir révolutionner le monde de la tonnellerie : une société belge, les Établissements R. STIERNON, spécialisée dans l'élaboration et la commercialisation de produits chimiques, vient de déposer un brevet pour un nouveau processus de traitement du bois destiné à la fabrication de tonneaux. Un traitement des merrains par une solution concentrée d'enzymes totalement naturels provoque un affinage (maturation) accéléré du bois de chêne. Le procédé, qui utilise les mêmes enzymes que ceux libérés par les champignons qui colonisent le bois lors du séchage naturel, ramène la durée d'immobilisation des merrains de 12–36 mois à 1 mois, grâce à un séchage artificiel consécutif au traitement.

Il est important de préciser que des bois traités suivant cette méthode ont été analysés et que des fûts fabriqués avec ces bois ont déjà servi pour l'élevage de vin. Ces barriques ont été utilisées dans des tests comparatifs avec des barriques fabriquées à partir de bois ayant subi l'étape du séchage naturel. Les résultats des dégustations menées en aveugle montrent, pour des conditions d'élevage identiques, que les barriques réalisées avec des bois traités suivant le procédé Stiernon délivrent des vins d'une qualité équivalente voire supérieure aux barriques traditionnelles.

L'impact industriel et commercial d'un tel procédé est évident. Premièrement, la réduction de la durée de maturation du bois permet de diminuer le capital immobilisé sur parc et de gérer plus efficacement les stocks. Deuxièmement, la qualité globale du bois après séchage est améliorée et rendue plus homogène par le traitement. Troisièmement, la qualité des bois n'est plus dépendante des conditions climatiques et est ainsi mieux maîtrisée. De plus, en faisant intervenir un

séchage artificiel, l'humidité finale des merrains est mieux contrôlée et les pertes dues aux éclatements et aux fentes de dessiccation disparaissent presque totalement.

Si les premiers résultats semblent très prometteurs d'un point de vue organoleptique, il est néanmoins indispensable de vérifier dans quelle mesure le traitement enzymatique du bois de chêne est susceptible d'affecter certaines de ses propriétés ce qui nuirait à son utilisation en tonnellerie ainsi qu'à son potentiel d'absorption. Le but de l'étude vise à vérifier, sur base d'un large échantillon de merrains prélevés dans des tonnelleres / merranderes françaises, l'effet du traitement d'une part, sur les propriétés physiques (masse volumique, infradensité) et mécaniques (dureté, module d'élasticité, contrainte de rupture en flexion statique), à partir d'éprouvettes normalisées, conformément aux normes NBN 225 [1] et NF B 51-016 [2] et, d'autre part sur le potentiel d'absorption du bois. Compte tenu des exigences de la qualité des merrains (fil droit, absence d'aubier, de nœud, de défaut), ceux-ci s'apparentent aux caractéristiques du bois sans défaut.

2. MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.1. Matériel expérimental

Un échantillon de 150 merrains a été prélevé dans trois tonnelleres françaises différentes, présentant des situations géographiques distinctes : la Bourgogne, la Nièvre et les Vosges. Elles se situent à l'intersection de deux grandes régions d'approvisionnement en chêne merrain : le Centre et les Vosges. Il ne faut pas voir là une volonté de réaliser un échantillonnage qui se voudrait représentatif de la production française de merrains (ce qui serait d'ailleurs très compliqué à mettre en œuvre), mais plutôt un souci de varier les sources d'approvisionnement.

Dans la première tonnellerie, sur base des listes d'approvisionnement du parc à grumes, il a été établi que les 50 merrains sélectionnés sont exclusivement originaires de la région vosgienne. Dans la deuxième, les 50 merrains sont originaires des Vosges et du Centre et dans la troisième, les 50 merrains proviennent des Vosges, du Centre et de la Bourgogne. Dans les trois sites, les merrains ont été sélectionnés en avril 2000, dans au moins 12 piles, les piles contenant des merrains provenant de plusieurs arbres différents. De manière à échantillonner un matériel le plus frais possible, n'ayant pas encore subi de modifications suite à un séchage naturel, la sélection a porté sur des merrains débités au cours des trois semaines précédentes.

Dans chaque tonnellerie, les merrains ont été échantillonnés dans les piles sur base d'un critère de largeur des cernes. Trois classes de largeur des cernes ont été établies, pour respecter les différentes qualités de bois, conformément au classement traditionnel en tonnellerie, à savoir le classement en « grain fin, moyen et grossier ». La largeur moyenne des cernes d'un merrain est calculée en divisant la largeur du merrain par le nombre de cernes. Par tonnellerie, 15 merrains présentant une largeur moyenne des cernes inférieure à 2 mm, 20 présentant une largeur moyenne des cernes comprise entre 2 et 3 mm, ainsi que 15 merrains dont la largeur moyenne des cernes était supérieure à 3 mm, ont été échantillonnés. Lors du remesurage des largeurs de cernes au laboratoire, la répartition entre les trois classes a été quelque peu modifiée.

Aucune distinction n'a été faite en fonction de l'espèce de chêne, l'échantillonnage ne permettant pas (sans une étude approfondie) de déterminer l'espèce avec certitude (*Quercus petraea* Liebl. ou *Quercus robur* L.).

Les éprouvettes destinées aux différents essais ont été découpées de façon systématique dans chaque merrain conformément à la figure 1. Le merrain est d'abord écourté et débité longitudinalement

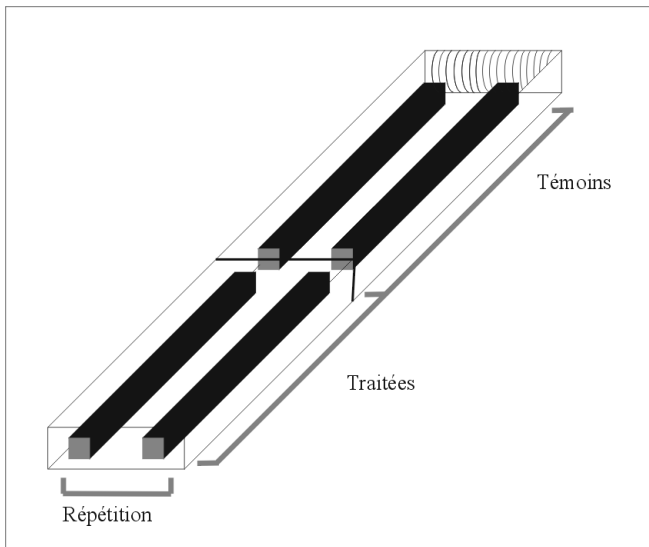


Figure 1. Schéma du prélèvement des éprouvettes standardisées pour les essais physiques, mécaniques et pour la détermination du potentiel d'absorption.

en deux barreaux de 80 centimètres de long. Une paire d'éprouvette est prélevée dans chaque barreau constituant ainsi une répétition. Au total, 300 paires ont été soumises aux essais. Une paire est constituée d'une éprouvette témoin (non traitée) et d'une éprouvette traitée, prélevées dans le prolongement l'une de l'autre. Les éprouvettes ont été débitées aux dimensions de $26 \times 26 \times 400$ mm ; celles devant subir le traitement ont été séchées et conditionnées à un taux d'humidité d'équilibre de 25 % avant d'être ramenées aux dimensions de $22 \times 22 \times 400$ mm. Le traitement consiste en un trempage de 48 heures dans une solution enzymatique nommée Maturase 95 L[®] (1 gramme de concentré d'enzymes par litre d'eau, 24 éprouvettes pour 10 litres d'eau) chauffée à 40 °C et dont le pH est ajusté à 5,5 avant traitement. Les éprouvettes ont été maintenues complètement immergées grâce à des lests. Après traitement, elles ont été séchées (séchage artificiel en étuve : température < 40 °C) jusqu'à 12 % d'humidité environ ; elles ont été ensuite placées en chambre à ambiance contrôlée ($20 \pm 2^\circ$ centigrade et 65 ± 5 % d'humidité relative) pour être stabilisées à cette humidité. Les éprouvettes ont ensuite été rabotées sur deux faces perpendiculaires et ramenées aux dimensions de $20 \times 20 \times 360$ mm, conformément à la norme NBN 225 [1].

Les éprouvettes non traitées ont été séchées naturellement (sous abri ventilé) jusqu'environ 12 %, puis ont ensuite été placées en chambre climatisée. Après stabilisation de l'humidité, les éprouvettes ont été ramenées aux dimensions d'essai [1, 2].

2.2. Essais technologiques

2.2.1. La largeur des cernes

La largeur moyenne des cernes a été calculée pour chaque paire d'éprouvettes (témoin / traitée) en divisant la largeur moyenne du barreau par le nombre total de cernes comptés à ses deux extrémités.

2.2.2. La masse volumique à 12 % d'humidité

La masse volumique (ρ) est définie par le rapport existant entre la masse et le volume correspondant ; elle est exprimée en kilogrammes par mètre cube (kg m^{-3}). La masse volumique a été calculée par pesée

et mesure des dimensions des éprouvettes destinées à la détermination du module d'élasticité.

$$\rho = \frac{m}{l \times b \times h} 10^6$$

dans laquelle : m = masse de l'éprouvette (g) ; l = longueur de l'éprouvette (mm) ; b = largeur de l'éprouvette (mm) ; h = hauteur de l'éprouvette (mm).

2.2.3. L'infra-densité

L'infra-densité (ID), exprimée en kg m^{-3} est définie comme le rapport entre la masse anhydre et le volume saturé. Dans le cadre de cette étude, l'infra-densité ne présente qu'un intérêt limité aux comparaisons avec les données bibliographiques, sa détermination a donc été estimée à partir de l'équation de régression liant la masse volumique des éprouvettes de module d'élasticité et un échantillon de 60 blochets ($20 \times 20 \times 20$ mm) dont la mesure de l'infra-densité a été réalisée au voluméomètre à mercure, en appliquant la formule suivante :

$$ID = \frac{m_0}{V_s}$$

dans laquelle : m_0 = masse anhydre blochet (g) ; V_s = volume blochet intégralement saturé en eau (cm^3).

L'équation de régression entre la masse volumique et l'infra-densité correspondante est la suivante :

$$ID = (0,7228 \times \rho) + 0,0409$$

où : ID = infra-densité (kg m^{-3}) ; ρ = masse volumique (kg m^{-3}).

Le coefficient de détermination de l'équation précédente étant de 0,928, significatif pour $\alpha = 0,001$, l'équation ci-dessus permet donc d'estimer l'infra-densité à partir des valeurs de la masse volumique de manière très satisfaisante.

2.2.4. Dureté de flanc

La dureté exprime la résistance qu'offre un bois à la pénétration d'un corps dur. La dureté Chalais-Meudon est un nombre sans dimension égal à l'inverse de la flèche de pénétration (1/t) de la génératrice d'un cylindre d'acier de 15 mm de rayon imprimé sous une charge statique constante de 1000 N par centimètre de largeur d'éprouvette. La flèche de pénétration (t) est calculée par l'intermédiaire de la largeur de l'empreinte par la formule suivante [1] :

$$t = 15 - \frac{1}{2} \sqrt{900 - a^2}$$

dans laquelle : t = profondeur de l'empreinte (mm) ; a = moyenne de trois largeurs de l'empreinte du cylindre dans le bois (mm).

Dans le cas des éprouvettes traitées, l'empreinte a été réalisée sur la face non rabotée après traitement de manière à garder intacte la proportion affectée par le traitement.

Ce paramètre est à prendre en compte car, en tonnellerie, le bois est soumis à ce type de contraintes, notamment lors de la pose des cercles ou de la manipulation des tonneaux.

2.2.5. Le module d'élasticité en flexion statique

La méthode, décrite par la norme française NF B 51-016 [2], permet de déterminer le module d'élasticité dans la zone de flexion pure en déformation élastique, sous une charge progressive croissante. Le module d'élasticité (E) est exprimé en mégapascals (MPa) et se déduit de la formule :

$$E = \frac{3Pm^2(1-a)}{8fbh^3}$$

où : P = charge totale appliquée, en Newtons (N), égale à la moyenne des différences entre les charges maximales et minimales appliquées au cours des trois cycles ; l = distance entre les axes des appuis cylindriques (mm) ; a = distance entre les axes des têtes de chargement (mm) ; m = distance entre les axes des cylindres du support de l'instrument de mesure de la flèche (mm) ; b = largeur de l'éprouvette au milieu de sa longueur (mm) ; h = hauteur de l'éprouvette au milieu de sa longueur (mm) ; f = flèche de l'éprouvette dans la zone de flexion pure égale à la moyenne des différences entre les flèches maximale et minimale relevées au cours des trois cycles (mm).

Cette mesure exprime la résistance du bois à une déformation en flexion, ce qui permet d'estimer la déformation qu'il subira sous une charge donnée. Plus le module est élevé, plus la rigidité du bois est grande. Ce paramètre est à prendre en compte dans cette étude compte tenu de son incidence directe sur la capacité du bois à résister à l'opération de cintrage.

2.2.6. Contrainte de rupture en flexion statique

La contrainte de rupture en flexion statique (f_m) est mesurée conformément à la norme belge NBN 225 [1]. Elle représente la tension maximale que le bois peut momentanément supporter avant la rupture. Elle est exprimée en MPa et se déduit de l'équation :

$$f_m = \frac{3F_{\max} l}{2bh^2}$$

dans laquelle : F_{\max} = charge de rupture (N) ; l = distance entre les axes des appuis (mm) ; b = largeur de l'éprouvette (mm) ; h = hauteur de l'éprouvette (mm).

Comme pour l'essai précédent, ce paramètre est à prendre en compte dans cette étude en raison de son incidence directe sur la capacité du bois à résister à l'opération de cintrage.

2.2.7. Le potentiel d'absorption du bois

Le potentiel d'absorption (Pa) peut être défini comme la capacité du bois à absorber un liquide lorsqu'il se trouve immergé dans celui-ci. Des blochets de 100 × 20 × 20 mm issus des éprouvettes et dont les faces transversales ont été préalablement imperméabilisées à l'aide d'un vernis (Tivosan), ont été immergées dans une solution hydro-alcoolique à 10 %. Les mesures consistent en deux pesées, avant immersion et après 7 jours passés dans la solution alcoolique. Le but de cette mesure est de vérifier que le traitement n'affecte pas négativement l'absorption du vin par le bois.

Le potentiel d'absorption est exprimé en pourcentage de la masse initiale par l'équation :

$$P_a = \frac{m_f - m_i}{m_i} \times 100$$

dans laquelle : m_i = masse initiale (g) ; m_f = masse finale (g).

2.2.8. Humidité

L'humidité (H) des éprouvettes est la masse d'eau contenue dans le bois exprimée en pourcentage de la masse anhydre. Elle a été mesurée sur des blochets découpés immédiatement après l'essai de rupture en flexion statique. Elle représente l'humidité réelle calculée par pesée de l'échantillon après essai et après déshydratation à 103 ± 2 °C jusqu'à masse constante. Cette mesure permet de vérifier l'homogénéité du conditionnement des éprouvettes au moment des essais.

$$H = \frac{m_h - m_o}{m_o} \times 100$$

dans laquelle : m_h = masse du blochet au moment de l'essai (g) ; m_o = masse anhydre du blochet (g).

2.3. Méthode d'analyse statistique

L'analyse statistique des données relatives à ces essais a été réalisée au moyen du logiciel Minitab (version 12.3). En raison de la variabilité du nombre d'éprouvettes disponibles par classe de largeur des cernes, il a fallu recourir au modèle linéaire généralisé qui s'applique aux cas d'analyse de la variance non orthogonale. Le plan d'échantillonnage adopté correspond à un modèle croisé à 3 niveaux de classification (AV_3) : tonnellerie (3 sources d'approvisionnement), largeur des cernes (3 classes), traitement (oui / non) [8].

3. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

3.1. Valeurs des caractéristiques observées

L'humidité des éprouvettes d'essai (cf. 2.2.8) a montré l'homogénéité du conditionnement à 12 % dans le respect des limites prévues par la norme NBN 225 [1].

De l'analyse des statistiques descriptives relatives aux différentes caractéristiques étudiées, sans distinction des trois facteurs considérés, il ressort que :

- La largeur moyenne des cernes est de 2,5 mm avec des valeurs extrêmes allant de 0,7 à 6,6 mm ;
- La masse volumique à 12 % d'humidité vaut en moyenne 680 kg m⁻³ avec des valeurs extrêmes allant de 510 à 860 kg m⁻³ ;
- L'infra-densité moyenne est de 535 kg m⁻³ et comprise entre les valeurs extrêmes : 410 et 660 kg m⁻³ ;
- Le module d'élasticité statique est en moyenne de 11200 MPa avec des valeurs extrêmes allant de 5600 à 20000 MPa ;
- La contrainte de rupture en flexion statique est en moyenne de 110,5 MPa avec des valeurs extrêmes allant de 55,5 à 172 MPa ;
- La dureté affiche une valeur moyenne de 2,78 avec des valeurs extrêmes allant de 1,39 à 5,32 ;
- Le potentiel d'absorption est de 26,4 % avec des extrêmes de 17,2 et 36,3 %.

Les valeurs moyennes et leurs variabilités observées sur l'ensemble de l'échantillonnage concordent avec celles mentionnées dans la littérature pour le chêne français, sans distinction entre le chêne sessile (*Quercus petraea* Liebl.) et le chêne pédonculé (*Quercus robur* L.) [3–6, 14, 15, 19]. La largeur des cernes et l'infra-densité présentent une variabilité importante mais considérée comme normale pour le bois de chêne [5, 14, 16].

Le tableau 1 présente les résultats (valeur moyenne et écart-type) de l'analyse de la variance à trois critères de classification (AV_3) pour les différentes caractéristiques étudiées. Compte tenu de la méthode de détermination de la largeur des cernes, les éprouvettes traitées et témoins présentent un âge identique au sein de chaque couple. Les valeurs moyennes de largeur des cernes au sein des trois tonnellerie et à l'intérieur de chacune des trois classes de largeur des cernes correspondent aux objectifs fixés par l'étude. La répartition du nombre d'éprouvettes au sein des trois classes de largeur des cernes

Tableau I. Moyenne et écart-type (*en italique*) des différentes propriétés étudiées, par tonnellerie, par classe de largeur des cernes (LC) et par traitement.

Classe de largeur des cernes	LC < 2 mm		2 mm < LC < 3 mm		LC > 3 mm	
	Traité	Témoin	Traité	Témoin	Traité	Témoin
Tonnellerie 1						
Nombre d'éprouvettes	39		37		24	
Largeur des cernes (mm)	1,57 ± 0,28		2,38 ± 0,26		4,19 ± 1,07	
Masse volumique (kg m ⁻³)	609 ± 0,06	644 ± 0,08	691 ± 0,05	683 ± 0,06	765 ± 0,06	756 ± 0,06
Infra-densité (kg m ⁻³)	481 ± 0,04	506 ± 0,06	540 ± 0,04	535 ± 0,04	593 ± 0,04	588 ± 0,05
Module d'élasticité (MPa)	8900 ± 2059	9100 ± 2128	10500 ± 2599	10800 ± 2857	12700 ± 2271	13100 ± 2437
Contrainte de rupture en flexion statique (MPa)	90 ± 17,01	94 ± 18,52	105 ± 19,87	106,5 ± 21,31	124 ± 20,09	128,5 ± 18,62
Dureté	2,15 ± 0,45	2,43 ± 0,48	2,72 ± 0,50	2,88 ± 0,55	3,25 ± 0,61	3,60 ± 0,57
Potentiel d'absorption (%)	26,7 ± 3,09	28,4 ± 3,12	26,3 ± 2,99	27,6 ± 2,93	24,5 ± 2,28	25,8 ± 2,98
Tonnellerie 2						
Nombre d'éprouvettes	36		39		25	
Largeur des cernes (mm)	1,70 ± 0,18		2,43 ± 0,30		3,83 ± 0,66	
Masse volumique (kg m ⁻³)	660 ± 0,03	659 ± 0,04	678 ± 0,05	683 ± 0,05	735 ± 0,06	731 ± 0,07
Infra-densité (kg m ⁻³)	518 ± 0,02	517 ± 0,03	531 ± 0,04	535 ± 0,03	572 ± 0,04	570 ± 0,05
Module d'élasticité (MPa)	11000 ± 1720	11000 ± 1530	10600 ± 2415	10700 ± 2434	11800 ± 2911	11800 ± 2421
Contrainte de rupture en flexion statique (MPa)	108,5 ± 13,96	110 ± 12,86	106 ± 17,19	108 ± 147,74	120,5 ± 23,85	121 ± 20,01
Dureté	2,34 ± 0,39	2,65 ± 0,52	2,64 ± 0,45	2,83 ± 0,50	3,28 ± 0,65	3,53 ± 0,69
Potentiel d'absorption (%)	25,1 ± 1,89	26,8 ± 2,21	25,8 ± 1,68	27,8 ± 2,78	25,7 ± 3,76	26,5 ± 2,67
Tonnellerie 3						
Nombre d'éprouvettes	36		43		21	
Largeur des cernes (mm)	1,43 ± 0,36		2,47 ± 0,30		3,98 ± 0,86	
Masse volumique (kg m ⁻³)	645 ± 0,06	650 ± 0,06	701 ± 0,07	703 ± 0,07	693 ± 0,06	699 ± 0,06
Infra-densité (kg m ⁻³)	507 ± 0,05	511 ± 0,04	548 ± 0,05	549 ± 0,05	542 ± 0,04	546 ± 0,04
Module d'élasticité (MPa)	11400 ± 3214	11400 ± 2806	12000 ± 2516	12300 ± 2587	12700 ± 2843	13100 ± 3170
Contrainte de rupture en flexion statique (MPa)	108 ± 23,57	109,5 ± 21,77	116 ± 19,19	119 ± 19,65	120 ± 16,55	124 ± 18,14
Dureté	2,50 ± 0,57	2,68 ± 0,55	2,85 ± 0,6	3,02 ± 0,70	2,79 ± 0,50	2,87 ± 0,41
Potentiel d'absorption (%)	25,0 ± 3,26	26,4 ± 3,18	25,7 ± 2,93	26,2 ± 3,22	25,5 ± 3,04	28,3 ± 2,74

montre une « sur-représentation » de la classe 1 (LC < 2 mm) et une sous-représentation de la classe 3 (LC > 3 mm), par référence aux nombres de 15, 20, 15 fixés par les objectifs dans respectivement chacune des classes. Cette sous-représentation indique la difficulté à échantillonner des merrains appartenant à la classe 3 de largeur des cernes, en raison de leur plus faible représentation sur les parcs à grume des tonnelleres. Il faut également noter la plus grande variabilité de la largeur des cernes au sein de la classe 3.

La comparaison des valeurs moyennes des caractéristiques (module d'élasticité, contrainte de rupture en flexion statique, dureté, potentiel d'absorption) entre les éprouvettes traitées et les témoins au sein des trois tonnelleres et dans les trois classes de largeurs des cernes, montre des valeurs égales ou supérieures pour les éprouvettes témoins.

De manière à mieux comprendre la variabilité des différentes caractéristiques étudiées, il convient d'analyser l'influence des facteurs tonnellerie, classe de largeur des cernes et traitement, indépendamment l'un de l'autre, puis leurs interactions sur l'ensemble des caractéristiques étudiées.

3.2. Variabilité des propriétés étudiées en fonction des différents facteurs

Les résultats de l'analyse de la variance croisée à trois critères de classification (AV₃) pour les différentes propriétés envisagées sont résumés dans le *tableau II*.

3.2.1. Interprétation de la variabilité entre les tonnelleres

L'analyse statistique (AV₃) révèle un effet tonnellerie très hautement significatif, pour le module d'élasticité et la contrainte de rupture en flexion statique et non significatif pour les autres caractéristiques. Cantagrel [5] et Nepveu et Keller [15] ont, quant à eux, observé une influence très hautement significative du facteur tonnellerie sur l'ensemble des caractéristiques envisagées (largeur des cernes, masse volumique, infra-densité, module d'élasticité). Dans la présente étude, l'absence d'effet significatif du facteur tonnellerie sur la largeur des cernes s'explique par la méthode d'échantillonnage en tonnellerie

Tableau II. Valeur de P associée au test F de l'analyse de la variance à trois critères de classification : tonnellerie, classe de largeur des cernes, traitement, pour les différentes propriétés étudiées (nombre d'éprouvettes = 600).

Paramètres mesurés	Tonnellerie	Classe LC	Traitement	Tonnellerie × Classe LC	Tonnellerie × Traitement	Classe LC × Traitement	Tonnellerie × Classe LC x traitement
Largeur des cernes (mm)	0,232	0,000		0,000			
Masse volumique (kg m ⁻³)	0,227	0,000	0,468	0,000	0,875	0,398	0,338
Infra-densité (kg m ⁻³)	0,226	0,000	0,470	0,000	0,869	0,401	0,338
Module d'élasticité (MPa)	0,000	0,000	0,428	0,000	0,889	0,868	0,999
Contrainte de rupture en flexion statique (MPa)	0,000	0,000	0,120	0,000	0,891	0,977	0,983
Dureté	0,254	0,000	0,000	0,000	0,475	0,731	0,902
Potentiel d'absorption (%)	0,437	0,224	0,000	0,000	0,965	0,764	0,221

P = probabilité attachée à l'effet, les probabilités conduisant à un effet très hautement significatif sont en caractères gras.

Tableau III. Moyenne, écart-type (*en italique*) et valeur de P associée au test F des différentes propriétés étudiées en fonction des tonnelleries.

Paramètres mesurés	Tonnellerie 1	Tonnellerie 2	Tonnellerie 3	Valeur de P
Nombre d'éprouvettes	200	200	200	
Largeur des cernes (mm)	2,50 ± 1,16	2,52 ± 0,91	2,42 ± 0,07	0,584
Masse volumique (kg m ⁻³)	681 ± 0,08	686 ± 0,06	681 ± 0,07	0,713
Infra-densité (kg m ⁻³)	533 ± 0,06	537 ± 0,04	533 ± 0,05	0,713
Module d'élasticité (MPa)	10500 ± 2808	11100 ± 2261	12000 ± 2848	0,000
Contrainte de rupture en flexion statique (MPa)	105 ± 23,24	109 ± 18,14	115 ± 20,74	0,000
Dureté	2,75 ± 0,69	2,82 ± 0,64	2,79 ± 0,61	0,585
Potentiel d'absorption (%)	26,7 ± 3,14	26,3 ± 2,62	26,0 ± 3,19	0,062

P = probabilité attachée à l'effet, les probabilités conduisant à un effet très hautement significatif sont en caractères gras.

basée spécifiquement sur le critère classes de largeur des cernes. Du point de vue de la masse volumique, la méthode de sélection des éprouvettes semble relativement performante en raison de la grande similitude des valeurs mesurées dans chaque tonnellerie.

Le *tableau III* présente les moyennes, les écart-types et les résultats de l'analyse de la variance à un facteur (tonnellerie). La prise en compte de ce seul facteur pour le module d'élasticité et la contrainte de rupture en flexion statique permet, grâce au test de Newman et Keuls, de différencier la tonnellerie 3 des deux autres. Une des hypothèses émises pour expliquer la supériorité de ces deux propriétés mécaniques dans la tonnellerie 3 par rapport aux deux autres ($\approx 7\%$) pourrait être la présence de chênes merrains provenant de la région de Bourgogne dans ses approvisionnements.

L'existence d'un effet « tonnellerie » sur le module d'élasticité et la contrainte de rupture en flexion statique, sans que les tonnelleries ne se distinguent sur la base de la largeur des cernes et de la masse volumique, pourrait s'expliquer par une proportion variable des deux espèces de chêne (chêne sessile - chêne pédonculé) en fonction des zones d'approvisionnement des trois tonnelleries [5, 15]. Une hypothèse analogue a été avancée par Sauvageot et al. [18] qui supposent que l'effet « grain » des merrains sur l'arôme boisé des vins serait la

conséquence d'une différence de représentation de ces deux espèces de chêne dans les approvisionnements. Il est à noter que dans chaque tonnellerie, la sélection des merrains a porté sur des pièces fraîchement débitées, ils n'ont donc pas eu l'occasion de subir les conditions de maturation propres à chaque tonnellerie.

3.2.2. Interprétation de la variabilité entre les classes de largeur des cernes

L'analyse de la variance croisée à trois critères de classification (AV_3) a détecté une influence très hautement significative du facteur classe de largeur des cernes sur les caractéristiques physiques et mécaniques du bois (*tableau II*). La corrélation positive entre la largeur des cernes et les propriétés du bois, énoncée par de nombreux auteurs [14, 16], permet d'expliquer l'effet des classes de largeur des cernes.

La réalisation d'un test de Newman et Keuls nécessite un ré-échantillonnage des données de manière à obtenir un nombre constant d'éprouvettes dans les trois classes. Il est ainsi apparu que chaque classe se distingue des deux autres de manière très hautement significative avec une augmentation des propriétés physiques et mécaniques de la classe 1 (LC < 1 mm) à la classe 3 (LC > 3 mm).

Tableau IV. Moyenne, écart-type (*en italique*) et valeur de *P* associée au test F des différentes propriétés étudiées en fonction des classes de largeur des cernes.

Paramètres mesurés	Classe LC 1	Classe LC 2	Classe LC 3	Valeur de <i>P</i>
Nombre d'éprouvettes	220	238	140	
Largeur des cernes (mm)	1,57 ± 0,30	2,43 ± 0,28	4,00 ± 0,88	0,000
Masse volumique (kg m ⁻³)	644 ± 0,06	690 ± 0,06	731 ± 0,06	0,000
Infra-densité (kg m ⁻³)	506 ± 0,04	540 ± 0,04	570 ± 0,05	0,000
Module d'élasticité (MPa)	10400 ± 2518	11200 ± 2642	12500 ± 2687	0,000
Contrainte de rupture en flexion statique (MPa)	105 ± 19,96	110 ± 19,77	123 ± 19,67	0,000
Dureté	2,45 ± 0,52	2,83 ± 0,58	3,24 ± 0,65	0,000
Potentiel d'absorption (%)	26,4 ± 3,04	26,5 ± 2,89	26,0 ± 3,12	0,224

P = probabilité attachée à l'effet, les probabilités conduisant à un effet très hautement significatif sont en caractères gras.

Tableau V. Moyenne, écart-type (*en italique*) et valeur de *P* associée au test F des différentes propriétés étudiées en fonction du traitement.

Paramètres mesurés	Traité	Non Traité	Valeur de <i>P</i>
Nombre d'éprouvettes	300	300	
Largeur des cernes (mm)	2,48 ± 1,05	2,48 ± 1,05	
Masse volumique (kg m ⁻³)	681 ± 0,07	685 ± 0,07	0,432
Infra-densité (kg m ⁻³)	533 ± 0,05	536 ± 0,05	0,433
Module d'élasticité (MPa)	11100 ± 2719	11300 ± 2720	0,485
Contrainte de rupture en flexion statique (MPa)	109 ± 21,25	111 ± 21,08	0,161
Dureté	2,68 ± 0,63	2,89 ± 0,65	0,000
Potentiel d'absorption (%)	26,7 ± 2,84	27,1 ± 3,00	0,000

P = probabilité attachée à l'effet, les probabilités conduisant à un effet très hautement significatif sont en caractères gras.

L'analyse de la variance ne révèle pas d'effet significatif de la classe de largeur des cernes sur le potentiel d'absorption d'une solution alcoolique par le bois (*tableau II*). La vitesse de croissance n'a donc pas d'effet sur le pourcentage de reprise du bois lorsque celui-ci est en contact avec une solution alcoolique pendant sept jours. Autrement dit, les bois à grain grossier (croissance rapide) ne se caractérisent pas par un pouvoir d'absorption plus faible. Ce résultat concorde avec l'étude de Feuillat [9], qui avait observé l'absence de corrélation significative entre la largeur des cernes et la profondeur de pénétration des liquides dans le bois.

Les moyennes et les résultats de l'analyse de la variance à un facteur (classe de largeur des cernes) sont résumés dans le *tableau IV*. Il existe une bonne cohérence entre les valeurs moyennes de largeurs des cernes, de masses volumiques et des caractéristiques du bois : plus la vitesse de croissance augmente, plus la masse volumique est élevée et plus les propriétés mécaniques sont élevées. Ces relations ont déjà été décrites à plusieurs reprises pour le chêne français [5, 7, 10, 16].

3.2.3. Interprétation de l'effet traitement

Le traitement n'affecte pas significativement les caractéristiques du bois, à l'exception de la dureté et du potentiel d'absorption pour lesquels une influence très hautement significative a été détectée (*tableau II*). Il faut néanmoins relativiser ce résultat, car le nombre élevé d'observations

(300 éprouvettes traitées et 300 témoins) peut faire apparaître une faible différence comme significative.

Le *tableau V* présente les moyennes, les écart-types et les résultats de l'analyse de la variance à un facteur (traitement). L'examen quantitatif des valeurs moyennes montre la dureté plus élevée des éprouvettes témoins par rapport aux éprouvettes traitées ($\approx 7\%$). L'effet des enzymes, par leur action de dépolymérisation de la lignine, semble influencer sur la dureté. Pour comprendre l'impact du traitement sur la dureté, il convient de se référer à l'essai proprement dit. L'effort de dureté s'exerce essentiellement au niveau de la surface du bois et est donc proportionnellement plus influencé par le traitement enzymatique que les autres essais. Pour ces derniers, l'effort s'exerce sur la section entière de l'éprouvette, par conséquent, la faible proportion affectée par le traitement n'engendrera guère d'effet. Cependant, l'influence du traitement enzymatique sur la dureté ne doit pas, a priori, engendrer de problèmes lors de la fabrication des tonneaux, notamment lors de la pose des cercles ou de la manipulation des barriques.

Les éprouvettes témoins présentent un potentiel d'absorption 1,5 % supérieur par rapport aux éprouvettes traitées (*tableau V*). Il est cependant permis de penser que cette différence, minime, même si elle est statistiquement significative, ne doit avoir qu'un effet très limité dans les échanges bois - vin.

L'absence d'effet du traitement sur le module d'élasticité et la contrainte de rupture en flexion statique (*tableau V*) semble indiquer l'absence d'une quelconque influence du traitement enzymatique sur les possibilités de cintrage du bois.

3.2.4. Interprétation des interactions entre les facteurs considérés

L'analyse de la variance à trois critères de classification (AV_3) a mis en évidence, pour l'ensemble des caractéristiques étudiées, une interaction très hautement significative uniquement entre les facteurs tonnellerie et classe de largeur des cernes (*tableau II*). Au sein de chaque classe de largeur des cernes, la réalisation d'une analyse de la variance à un facteur (tonnellerie), en considérant la largeur des cernes comme une covariable, met en évidence, pour les propriétés étudiées, un classement inter-tonnelleries variable suivant la classe de largeur des cernes considérée. Ce résultat témoigne de l'hétérogénéité de l'approvisionnement des trois tonnellerie, qui ne peut être maîtrisée dans le cadre de cette étude.

L'absence d'interaction significative avec le facteur traitement indique que ce dernier n'influence pas les caractéristiques physiques et mécaniques du bois de manière différente suivant la tonnellerie et/ou la classe de largeur des cernes considérée.

4. CONCLUSION

Cette analyse a révélé, pour l'ensemble des caractéristiques envisagées, une influence très hautement significative de la tonnellerie considérée sur le module d'élasticité et la contrainte de rupture en flexion statique. Pour expliquer ce phénomène, une des hypothèses avancée est l'existence d'un effet de l'approvisionnement dû à des proportions chêne sessile - chêne pédonculé différentes suivant les tonnellerie.

L'impact reconnu de la largeur des cernes sur les propriétés du bois est vérifié par l'influence très hautement significative des classes de largeur des cernes sur les caractéristiques physiques et mécaniques du bois, à l'exception du potentiel d'absorption.

Le traitement enzymatique n'affecte pas significativement les propriétés du bois, à l'exception de la dureté et, dans une moindre mesure, du potentiel d'absorption pour lesquels une influence très hautement significative a été détectée. Les différences observées entre les éprouvettes traitées et les témoins restent néanmoins faibles, il est donc permis de penser qu'elles seront sans conséquence pratique sur le procédé de fabrication des tonneaux.

Il ressort de cette étude que la largeur des cernes et les zones d'approvisionnement affectent davantage les propriétés physiques et mécaniques du matériau que le traitement enzymatique.

Compte tenu de l'absence d'effet négatif du traitement enzymatique sur les propriétés du bois de chêne destiné à la tonnellerie et des apports positifs pour l'affinage des merrains et pour la maturation du vin, ce traitement devrait se généraliser dans l'avenir. Les économies substantielles engendrées par la réduction des immobilisations du capital pendant le séchage naturel des merrains sont des arguments pertinents dans le secteur de la tonnellerie.

Remerciements : Les auteurs adressent leurs plus vifs remerciements au personnel du Centre de Recherche de la Nature, des Forêts et du Bois et tout particulièrement à Mesdames S. Sliwinski et J. Dehanne, et à Monsieur R. Buchet, pour l'aide très appréciable

apportée tout au long de ce travail, ainsi qu'à Monsieur J. Hébert pour son aide et ses critiques constructives.

RÉFÉRENCES

- [1] Anonyme, Norme belge n° NBN 225. Bois - Méthodes d'essai de qualification du bois, Bruxelles, 1956.
- [2] Anonyme, Norme française n° NF-B 51-016. Bois Essais de flexion statique. Détermination du module d'élasticité statique en flexion statique de petites éprouvettes sans défauts, 1987.
- [3] Benoît Y., Le guide des essences de bois. Centre Technique du Bois et de l'Ameublement, Eyrolles, Paris, 1997.
- [4] Bary-Lenger A., Pierson J., Poncelet J., Transformation Utilisation et Industries du Bois en Europe, Du Perron, Allier-Liège, Belgique, 1990.
- [5] Cantagrel R., Snackers 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.
- [6] Collardet J., Besset J., Les bois commerciaux et leurs utilisations. Tome I : Les résineux (conifères), H. Vial et C.T.B.A., Dourdan, France, 1992.
- [7] Courtoisier F., Étude des relations entre stations et qualité du bois de chêne en forêt de Bride et de St Jean, Rapport de stage ENITEF, Station de Recherches sur la Qualité des Bois, INRA-CRF, Nancy-Champenoux, 1976.
- [8] Dagnelie P., Théorie et méthodes statistiques. Applications agronomiques, Presses agronomiques de Gembloux, Vol. 2, 2^e éd., 1994.
- [9] Feuillat F., Variabilité de quelques propriétés du bois de tonnellerie (*Q. robur* L., *Q. petraea* Liebl.) susceptibles d'influencer la qualité des vins, J. Sci. Tech. Tonnellerie (1991) 40-49.
- [10] Feuillat F., Contribution à l'étude des phénomènes d'échanges Bois / Vin / Atmosphère à l'aide d'un « fût » modèle, Thèse de Doctorat, ENGREF, 1996.
- [11] Mosedale J.R., Effects of oak wood on the maturation of alcoholic beverages with particular reference to whisky, Forestry 68 (1995) 203-230.
- [12] Mosedale J.R., Charrier B., Crouch N., Janin G., Savill P.S., Variation in the composition and content of ellagitanins in the heartwood of European oaks (*Quercus robur* and *Q. petraea*). A comparison of two french forests and variation with heartwood age, Ann. Sci. For. 53 (1996) 1005-1018.
- [13] Mosedale J.R., Savill P.S., Variation of heartwood phenolics and oak lactones between the species and phenological types of *Quercus petraea* Liebl. and *Q. robur* L., Forestry 69 (1996) 47-55.
- [14] Nepveu G., Variabilité, in: Jodin Le bois, matériau d'ingénierie, Arborol, Nancy (1994) 128-182.
- [15] Nepveu G., Keller R., Variabilité entre tonnellerie de certaines propriétés des merrains de chêne (Chêne rouvre et Chêne pédonculé), INRA, Nancy-Champenoux, 1995.
- [16] Polge H., Keller R., Qualité du bois et largeur d'accroissements en forêts de Tronçais, Ann. Sci. For. 30 (1973) 91-125.
- [17] Pontallier P., Influence du chêne dans l'élevage des vins rouges, Rev. For. Fr. 18 (1991) 35-37.
- [18] Sauvageot F., Tessier C., Feuillat F., Variabilité (espèce, forêt, arbre, largeur de cernes et âge) de l'odeur du chêne français de tonnellerie (*Quercus robur* L., *Quercus petraea* Liebl.) étudiée par flairage de copeaux, Ann. For. Sci. 59 (2002) 171-184.
- [19] Sell J., Kropf F., Propriétés et caractéristiques des essences de bois, Lignum, Le Mont, 1990.
- [20] Vivas N., Amrani-Joutei K., Glories Y., Doneche B., Brechenmacher C., Développement de microorganismes dans le bois de cœur de chêne (*Quercus petraea* Liebl.) au cours du séchage naturel à l'air libre, Ann. Sci. For. 54 (1997) 563-571.
- [21] Vivas N., Manuel de tonnellerie à l'usage des utilisateurs de futaille, Féret, Bordeaux, 1998.