



n°48 - JANVIER 2004

La grappe d'Autan

SOMMAIRE

EDITO

DOSSIER

CONNAISSANCE DU POTENTIEL
AROMATIQUE DES RAISINS DE
MIDI-PYR, N, ES

1^ÈRE PARTIE : DOSAGE D'UN
TRACEUR DE QUALIT,

UN EXEMPLE, L'OBMP
RESPONSABLE DE L'AROME
POIVRON VERT

..... page 2

VOS RENDEZ-VOUS

..... page 4

Chercheur expérimentateur à l'ITV

Les métiers d'ingénieur technicien sont à l'ITV d'une très grande richesse :

* intellectuelle, par l'ouverture aux techniques nouvelles, au monde universitaire, à la recherche fondamentale pour mieux comprendre le fonctionnement de nos cépages, leur adéquation à nos terroirs. Expliquer scientifiquement ce que le savoir faire des vignerons a permis comme progrès, le transposer pour en faire bénéficier l'ensemble de la filière : voilà un challenge où la passion ne fait que l'emporter,

* humaine, par les contacts et les échanges avec les vignerons passionnés, observateurs de leurs terroirs, avec des chercheurs - parfois dans leur «bulle», mais ô combien pointus et au faite de leur science, avec des techniciens de développement soucieux d'un progrès communautaire.

Ce métier ne s'envisage que par le partage du savoir et du savoir faire. Il anime à bras le corps toute l'équipe Midi-Pyrénéenne, dans un seul souci : faire progresser nos vins régionaux. Mais, il s'entache d'une lourdeur incommensurable quand il ne s'agit que de chercher du financement à longueur de journées, solliciter l'administration en permanence, motiver les vignerons pour capitaliser sur la connaissance et pas uniquement sur la promotion !!

Après plus de 15 ans à l'ITV Midi-Pyrénées, humble artisan d'une structuration régionale de la filière technique, où le terme «partenariat» a toute sa valeur - chambres d'agriculture, syndicats, laboratoires, universités, organismes de développement, administrations, responsables viticoles - avec un outil V'innopôle plus que jamais ouvert à la région, avec une réelle implication personnelle, amicale et respectueuse de nos différences, le quotidien de «chercheur de financements» a érodé ma motivation. Je quitte donc l'ITV Midi-Pyrénées fin mars 2004 pour rejoindre le monde de la production.

Je remercie sincèrement tous les organismes, toutes les personnes qui m'ont accompagné, tous devenus «amis», avec la ferme volonté de continuer à travailler pour le développement de notre région.

J'adresse mes meilleurs voeux de réussite à **Marc Raynal**, mon successeur, avec l'assurance de tout notre soutien.

Jean-Luc Favarel,
Directeur de la Station Régionale

Brèves... Brèves...**Le CRAO****Un centre de proximité
au service de la
profession viticole**

A la suite de leur premier partenariat, l'Institut National Polytechnique de Toulouse (INPT) et la Station Régionale ITV Midi-Pyrénées, ont décidé de continuer les travaux de recherche entrepris dans le cadre d'un centre de recherche et de prestations.

Une cellule analytique dédiée à l'oenologie a été créée, dans le cadre du nouveau service d'activités industrielles et commerciales de l'INP : INPACT.

Le Centre de Ressources Analytiques dédié à l'oenologie (CRAO) a donc vu le jour le 1er janvier 2003. Il est hébergé au sein du Laboratoire de Génie Chimique situé dans la zone de Basso Cambo à Toulouse. L'activité de ce centre comprend : une partie «**Recherche**» (identification et mises au point de dosages de traceurs aromatiques) et une partie «**Prestations**» (dosage de l'IBMP, arôme poivron vert). La création de ce centre a fait l'objet d'une demande de subventions européennes (Feder), de financements privés qui assureront son fonctionnement jusqu'en décembre 2004. Après cette échéance, le CRAO proposera d'autres dosages à la profession pour pouvoir poursuivre son activité.

Contacts : C. Haunold - INPT
05.62.24.21.24.
Cécile Prouteau : 05.34.61.52.83.

**Connaissance du potentiel aromatique des
raisins de Midi-Pyrénées****Approche analytique à mettre en oeuvre****1ère partie : dosage d'un traceur de qualité****Un exemple : l'IBMP responsable de
l'arôme poivron vert**

La qualité aromatique des vins est au coeur des préoccupations des professionnels de la vigne. Pour étoffer ses connaissances, ITV France et la Station régionale ITV Midi-Pyrénées ont entamé une collaboration avec des laboratoires de recherche en Chimie Analytique. En effet, l'analyse fine des différents composés du raisin et du vin, permet de confirmer et d'étayer les connaissances issues des dégustations.

L'essence de cette collaboration profession-laboratoire est de mettre au point des méthodes d'analyses capables de repérer, identifier et quantifier **des molécules caractéristiques du cépage, appelées les arômes**. L'objectif est d'améliorer la qualité des vins, et d'optimiser la culture de la vigne et de la vinification. Les arômes sont considérés comme des traceurs qualitatifs lorsque leurs concentrations influent sur les caractéristiques organoleptiques et/ou sont dépendantes de l'environnement, des pratiques culturelles et oenologiques.

Par rapport aux autres composants, ils sont présent à l'état de traces. Leur analyse dans le vin est donc gênée par l'effet de matrice. Pour les analyser, il faut au préalable **isoler** et **concentrer** ces molécules. L'étude des arômes se déroule ensuite en trois phases : **repérer** et nommer les odeurs, **identifier** les molécules responsables, enfin les **doser**.

L'acquisition récente de données générales sur les arômes des vins régionaux a été présentée dans la Grappe d'Autan n°35, et les relations entre les paramètres viticoles et oenologiques sur la perception aromatique dans la Grappe d'Autan n°40.

Notre propos sera d'exposer la méthodologie de travail pour l'analyse fine d'un arôme.

Pour illustrer cette méthode, nous avons choisi de présenter le cas des baies de raisins de Fer Servadou. L'étude analytique entreprise sur le Fer Servadou a été dirigée sur deux marqueurs de qualité, un négatif (l'arôme poivron vert) et un positif (l'arôme cassis). Dans ce premier article, nous nous intéresserons à la 3-isobutyl-2-méthoxy-pyrazine (IBMP). Cette molécule est bien connue pour son arôme de poivron vert.

Préparation de l'échantillon

Les échantillons (baies de raisins) sont prélevés selon la technique des 200 baies dans les parcelles sélectionnées par les viticulteurs. Ils sont ensuite transférés en glacière jusqu'au laboratoire d'analyses fines (CRAO, Toulouse cf. encadré). Les raisins ne peuvent pas être analysés tels quels. Il est nécessaire de les préparer dans le but d'obtenir du jus de raisin, matrice plus simple à analyser. Cette préparation se divise en plusieurs étapes :

- * un mixage à l'aide d'un broyeur
- * une centrifugation afin de séparer les particules solides du jus
- * une filtration sur laine de verre pour obtenir un jus limpide et se débarrasser des dernières particules plus fines

A la fin de ce processus, nous obtenons du jus de raisin limpide qui va être transvasé dans un flacon serti en vue du dosage.

Extraction de la molécule cible

Pour analyser l'IBMP, il va falloir l'extraire. Pour cela, nous utilisons la «micro extraction sur phase solide» (SPME). L'extraction se fait à l'aide d'une fibre en silice fondue imprégnée d'un polymère en polydiméthylsiloxane-divinylbenzène (cf. figure 1). Cette technique d'extraction allie de nombreux avantages : quantité d'échantillon minimale, simplicité de mise en oeuvre, pas d'utilisation de solvants, gain de temps, automatisation possible. L'optimisation des conditions d'extraction se fait facilement et rapidement, par l'emploi des plans d'expériences (19 essais). La fibre est exposée dans la phase gazeuse surmontant l'échantillon de vin (extraction dite en «Espace de tête», opposée à «l'immersion directe»). L'analyse en espace de tête est privilégiée pour les composés non polaires et très volatils, ainsi que pour l'analyse de matrices complexes (les protéines se déposent de manière irréversible sur la fibre). Ce mode de prélèvement est donc tout indiqué pour extraire les arômes. Il préserve la fibre et rallonge sa durée de vie, qui est d'environ d'une centaine d'analyses. Les molécules viennent s'adsorber sur la fibre selon leur affinité (polarité, taille). Une fois l'étape d'adsorption terminée, la fibre est introduite directement dans l'injecteur du chromatographe. Les composés fixés sont alors désorbés sous l'effet de la chaleur. Le chromatographe est un appareil d'analyse qui permet de séparer les constituants de l'échantillon et de les détecter proportionnellement à la quantité présente dans l'échantillon.

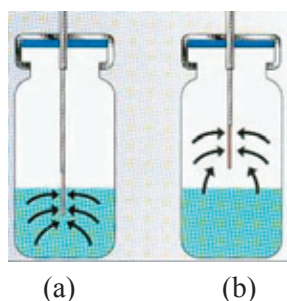


Figure n°1 : Modes de mise en oeuvre de la SPME (a) Immersion directe (b) Espace de tête

Dosage de la molécule

Nous utilisons un étalon interne pour doser la molécule. Cela consiste à introduire dans l'échantillon un composé référence proche de la molécule à doser. Cette méthode permet de s'affranchir des imprécisions liées aux variations dues à l'extraction. Pour doser l'IBMP, nous utilisons la 3-isopropyl-2-éthoxypyrazine (IPEP), une molécule très voisine de l'IBMP qui n'est pas présente dans les vins. Dans un premier temps, les composés adsorbés sur la fibre vont être introduits via un injecteur dans une colonne chromatographique (située dans le chromatographe). Dans cette colonne, ils sont séparés essentiellement en fonction de leur taille. En sortie de colonne, les molécules sont détectées à l'aide d'un spectromètre de masse. Ce détecteur fournit une empreinte de la molécule ce qui permet de les identifier à coup sûr (cf. figure n°2).

Brèves... Brèves...

Voyage d'études en Grèce.... la neige à Athènes !

Notre périple dans le Péloponnèse s'est déroulé du 18 au 25 janvier 2004. 40 personnes (viticulteurs, oenologues, chercheurs, directeurs d'école, et autres...) ont pu déguster les vins issus des cépages Grecs, tels que Aghiorgitiko, Mavro-daphni, Roditis, etc... dans les différentes exploitations de la région de Néméa, Olympie et Egion.

De plus, lors de la réception à l'Ambassade de France à Athènes, en présence de M. l'Ambassadeur et des représentants de la viticulture grecque, nous avons également découvert les vins d'autres régions de Grèce (Thessalonie, les îles, etc...).

La Grappe n°49 sera consacrée au reportage technique et touristique de ce voyage.

Site web de la Station régionale ITV Midi-Pyrénées

Nous vous informons que vous pouvez consulter le site de la Station régionale ITV Midi-Pyrénées en tapant : www.itvfrance.com puis cliquer ensuite sur «sites régionaux».

N'hésitez pas à nous faire part de vos observations.

Contact : Liliane Fonvieille



Figure n°2 : (a) Injecteur automatique SPME (Combipal, CTC) (b) Chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur par spectrométrie de masse (PolarisQ, Thermofinnigan)

La méthode de dosage ainsi mise en oeuvre est suffisamment sensible (limite de quantification = 5 ng/L*), puisqu'elle est très en-dessous de la limite de perception de l'IBMP dans le vin (15 ng/L). Cette méthode de dosage a une répétabilité cohérente avec les attentes de l'ITV (CV ~ 8% pour $n_{\text{essais}} = 10$ sur un échantillon dopé à 5 ng/L).

Résultats

Au cours de la campagne 2003, le laboratoire a réalisé 125 analyses en routine sur des raisins pour différents clients : la station régionale ITV Midi-Pyrénées, les caves coopératives et les syndicats viticoles. L'utilisation d'un passeur automatique nous a permis d'avoir une cadence de 18 échantillons par jour. La campagne d'analyses s'est ainsi déroulée, sur une période cumulée d'une semaine et demie. De la même manière, le dosage des vins est en cours.

* 5 ng/L = 0.000 000 005 g/L

.../...



la grappe d'autan

Bulletin bimestriel
de la Station régionale
Midi-pyrénées du Centre
Technique Interprofessionnel
de la Vigne et du Vin
(ITV France)

52, place Jean Moulin - BP73
81603 GAILLAC Cedex
Tél. 05 63 41 01 54
Fax 05 63 41 01 88

Directeur de la publication
Jean-François Roussillon

Rédacteur en chef
Jean-Luc Favarel

Secrétaire de Rédaction
Liliane Fonvieille

VOS RENDEZ-VOUS

Dégustations guide HACHETTE 2005

9 février 2004 - 9 H 30

Jurançon sec, Jurançon

1er mars 2004 - 9 H 30

Madiran, Pacherenc du Vic-Bilh

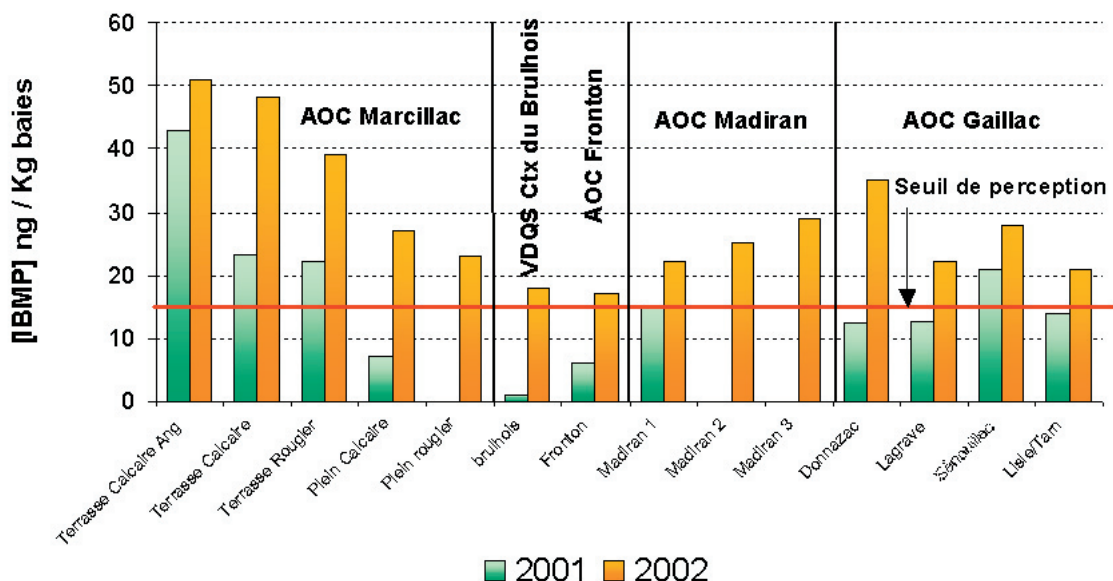
8 mars 2004 - 9 H 30

Cahors

29 mars 2004 - 9 H (toute la journée)

Gaillac rouge et blanc

Action réalisée avec le soutien de l'ANDA - Ce bulletin ne peut être multiplié que dans son intégralité



Graphie n°1 : Comparaison des teneurs en IBMP déterminées à la récolte dans différents terroirs de Midi-Pyrénées
Essais Station régionale ITV Midi-Pyrénées 2001 - 2002

Les conditions météorologiques exceptionnelles du millésime 2003, avec une chaleur caniculaire a permis une dégradation précoce et rapide de l'IBMP dans les baies. Dès les premiers jours de septembre, les concentrations dosées sont inférieures à la limite de quantification (5 Ng/l) dont les notes végétales de poivron vert ne sont plus perceptibles (15 Ng/l). Pour illustrer cet article, les résultats qui vous sont présentés ci-dessus sont issus de la campagne 2001 et 2002.

Conclusion

Le dosage de l'IBMP mis au point a de nombreuses applications. Il est utilisé entre autres pour étudier l'évolution de ce traceur au cours de la maturité dans le Fer Servadou. Ces résultats permettent d'apprécier la maturité aromatique du cépage. Le dosage permet également de cartographier les différentes parcelles d'un terroir en fonction de la concentration en IBMP. L'étude de ce potentiel en fonction de l'implantation du cépage permet une sélection lors de la récolte.

Concernant la méthodologie en elle-même, elle peut être étendue aux dosages des thiols dans le Colombard, au dosage des éthyl-phénols lors de contaminations par *Brettanomyces* ou bien encore à celui de la géosmine responsable de goûts terreux dans les vins. Ces dosages restent à mettre au point avec comme cahier des charges, des cadences et des coûts compatibles avec les besoins des professionnels de la vigne et du vin. Le Centre de Ressources Analytiques dédié à l'oenologie (CRAO) est à votre disposition et votre écoute.

Contacts : Cécile Prouteau - CRAO - INPT
Tél. 05.34.61.52.83.

François Davaux - ITV France - Unité de Gaillac
Tél. 05.63.33.62.62.

A suivre : (parution juin 2004)

Connaissance du potentiel aromatique des raisins de Midi-Pyrénées. Approche analytique à mettre en oeuvre. 2^{ème} partie : Identification d'un traceur de qualité - Un exemple : le cassis dans les vins de Fer Servadou