

# Acquisitions scientifiques récentes sur le caractère poivré des vins du Sud-Ouest

Olivier GEFFROY<sup>1</sup>, Thierry DUFOURCQ<sup>2</sup>, Dorian CARCENAC<sup>1</sup>, Tracey SIEBERT<sup>3</sup>, Markus HERDERICH<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Institut Français de la Vigne et du Vin – Pôle Sud-Ouest, V'innopôle, BP22, 81310 LISLE SUR TARN – France

<sup>2</sup>Institut Français de la Vigne et du Vin – Pôle Sud-Ouest, Château de Mons, 32100 CAUSSENS – France

<sup>3</sup>Australian Wine Research Institute, PO Box 197, Glen Osmond SA 5064 – Australie

Email: [olivier.geffroy@vignevin.com](mailto:olivier.geffroy@vignevin.com)

**Résumé :** La rotundone est un composé aromatique très odorant, mis en évidence pour la première fois en 2008, dans les vins de Syrah N par une équipe de recherche australienne. Cette molécule d'impact encore peu étudiée et responsable d'intenses notes poivrées, a également été identifiée récemment dans les vins de Duras N. Parallèlement, des analyses réalisées sur plusieurs variétés représentées dans le Sud-Ouest ont également permis de mettre en évidence sa présence à des concentrations intéressantes dans les vins de Prunelard N, de Négrette N et de Gamay N. Comme d'autres composés aromatiques d'origine variétale, son accumulation dans les raisins pourrait être sous la dépendance de facteurs environnementaux et culturaux. L'IFV Sud-Ouest a étudié entre 2011 et 2012 en collaboration avec l'Australian Wine Research Institute (AWRI), l'influence de 5 dates de récolte et de 4 techniques viticoles (effeuillage, éclaircissage, irrigation, pulvérisation d'acide jasmonique exogène) sur le niveau en rotundone des vins de Duras N (AOP Gaillac). Le composé a été suivi dans des vins élaborés en conditions de microvinification contrôlées (erlenmeyer d'un litre) en réalisant 3 répétitions par modalité. Les résultats de cette étude montrent que la dynamique d'accumulation de ce composé est dépendante du millésime et que des teneurs supérieures sont atteintes dans les vins à partir de mi-véraison +44 jours. La pulvérisation d'acide jasmonique exogène et l'éclaircissage n'ont pas eu d'impact significatif sur la concentration en rotundone des vins expérimentaux. L'effeuillage a fortement pénalisé la teneur en rotundone dans les vins ce qui laisse supposer que sa synthèse est impactée par le niveau d'éclaircissement et/ou la température de surface des raisins. A l'opposé, les vins issus de la modalité irriguée présentent des teneurs supérieures en rotundone.

## Introduction

La rotundone (Figure 1) est un composé aromatique très odorant responsable d'intenses notes poivrées dans les vins. Elle a été mise en évidence pour la première fois en 2008 dans les vins de Syrah N par une équipe australienne (Wood et al., 2008, Siebert et al., 2008). Malgré son importance sensorielle – cette molécule est décrite par Ferreira (2012) comme l'un des 16 composés d'impact dans les vins – et sa mise en évidence dans un nombre croissant de cépages tels le Grüner Veltiner B, le Vespolina N, le Schioppettino N (Caputi et al., 2011), elle reste encore très peu étudiée et peu de laboratoires sont capables de la doser. Son seuil de perception a été établi dans l'eau à 8 ng/l et dans le vin rouge à 16 ng/l (Siebert et al., 2008). La rotundone a été détectée dans la pellicule des raisins mais n'a pas été retrouvée dans la pulpe et les pépins. Sa teneur augmente à partir de la véraison et au cours de la maturation pour atteindre son maximum à l'approche de la récolte. Les années fraîches et humides semblent être particulièrement favorables à son accumulation dans les raisins (Caputi et al., 2011). Son rôle chez la vigne n'a pas été identifié mais comme d'autres composés de la famille des sesquiterpènes, elle pourrait intervenir dans les mécanismes de défense naturelle notamment via la voie de l'acide jasmonique (D'Onofrio et al., 2009). L'IFV Sud-Ouest a mis récemment en évidence la présence de la rotundone dans les raisins de Duras N. Suite à cette découverte, une étude a été lancée en partenariat avec l'Australian Wine Research Institute (AWRI) afin i) de confirmer la dynamique d'accumulation de ce composé au cours de la maturation dans d'autres conditions pédoclimatiques, ii) d'étudier l'impact de pratiques viticoles (effeuillage, éclaircissage, irrigation) sur les niveaux de rotundone des vins iii) et d'appréhender les mécanismes de biosynthèse de la molécule par des pulvérisations d'acide jasmonique exogène.

Parallèlement, des analyses complémentaires ont été réalisées afin d'étudier la fréquence de cette molécule dans des vins issus de cépages représentés dans le Sud-Ouest (Figure 2). La rotundone est systématiquement retrouvée dans les vins de Duras N (AOP Gaillac) à des concentrations supérieures à son seuil de perception même lorsque le caractère épice/poivré n'est pas du tout perçu à la dégustation. Ces constatations font de ce cépage un candidat

fiable indépendamment du millésime, pour l'étude de la rotundone dans les vins rouges. En revanche, la molécule n'est pas mise en évidence dans les vins de Tannat N du piémont pyrénéen et de manière assez surprenante dans les vins de Syrah N (AOP Gaillac). Des niveaux de concentration très intéressants sont enregistrés dans les vins de Prunelard N (AOP Gaillac), de Négrette N (AOP Fronton) et de Gamay N (AOP Côtes d'Auvergne) ce qui est cohérent au vu de l'utilisation fréquente des descripteurs sensoriels épice ou poivré afin de décrire les arômes des vins issus de ces cépages. Concernant le Gamay N, la teneur la plus élevée est observée sur un vin élaboré en vinification traditionnelle. Il a été démontré que la rotundone était extraite au cours de la fermentation alcoolique sous l'effet solvant croissant de l'éthanol (Caputi et al. 2011). En restreignant fortement la macération en phase alcoolique qui reste essentiellement limitée à la fraction du moût constituée par le fond de cuve, la vinification par macération carbonique s'avère a priori peu favorable à l'obtention de concentrations importantes en rotundone dans les vins. De la même manière, les analyses réalisées sur des vins rosé et rouge de Pineau d'Aunis N, un cépage étranger au Sud-Ouest représenté au sein de l'appellation Coteaux du Vendômois sont très instructives. Même s'il s'agit d'une matière première et de millésimes différents, on observe que seule une faible proportion de la rotundone est retrouvée dans le vin rosé proportionnellement à celle observée sur le vin rouge. Compte tenu des concentrations mesurées dans les vins rouges de Duras, de Syrah, de Négrette ou de Gamay, ces constatations laissent supposer que la contribution sensorielle de la rotundone dans les vins rosés élaborés à partir de ces mêmes cépages doit rester faible. Ceci est d'autant plus vrai que les vins rosés sont préférentiellement consommés dans leur jeunesse lorsqu'ils présentent des teneurs très élevées en composés aromatiques d'origine variétale ou fermentaire, molécules qui contribuent à masquer les notes épice/poivrées. Compte tenu de la grande stabilité chimique de la rotundone, cette gamme aromatique apparaît à la dégustation plutôt au vieillissement, lorsque le rôle sensoriel des thiols variétaux, des esters fermentaires et des acétates d'alcool supérieur tend à diminuer.

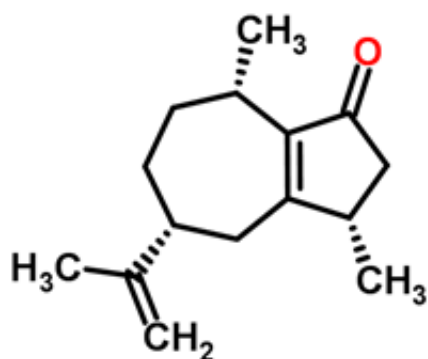


Figure 1 : structure chimique de la rotundone

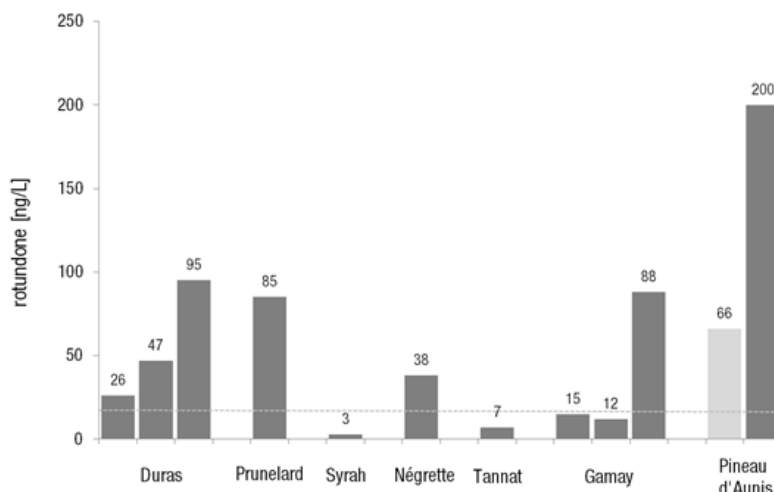


Figure 2 : Concentrations en rotundone dans des vins de cépages représentés dans le Sud-Ouest et de vins rosé (gris clair) et rouge (gris foncé) de Pineau d'Aunis. Le seuil de perception de la molécule est symbolisé en pointillé.

## Matériels et méthodes

**Dates de récolte et techniques viticoles :** Le vignoble d'étude, en espalier palissé associé à une taille en Guyot simple, est typique de la zone avec un écartement de 2.20 m x 1 m. L'inter-rang est enherbé sur 30% de sa surface et travaillé un inter-rang sur deux. Les essais ont été mis en œuvre en utilisant un bloc aléatoire complet. Les modalités ont été répétées trois fois sur des parcelles élémentaires composées de 12 pieds. La première date de récolte est intervenue à mi-véraison +30 jours (50% ver. +30), la deuxième à mi-véraison +37 (50% ver. +37), la troisième à mi-véraison +44 (50% ver. +44), la quatrième à mi-véraison +51 (50% ver. +51) et la dernière à mi-véraison +58 (50% ver. +58). Pour les techniques viticoles, 3 modalités ont été testées et comparées à un témoin. L'effeuillage a été réalisé à la mi-véraison sur les deux faces du rang. L'éclaircissage a été pratiqué à une intensité de 40% à la même période. L'irrigation a été initiée 10 jours avant la véraison à raison de 4 apports de 10 mm de manière hebdomadaire en utilisant un système par goutte à goutte. La modalité pulvérisation d'acide jasmonique (éliciteur), qui a été intégrée au dispositif, a été réalisée grâce à une solution d'acide jasmonique à 1 mmole/l complétée de Tween 20 (0.01%) et pulvérisée à 200L/ha, 10 jours après la véraison en direction de la zone des grappes.

**Microvinifications :** Compte tenu des difficultés liées à l'envoi d'échantillons de raisins frais en Australie pour cause de quarantaine, des vins ont été élaborés en conditions de microvinifications contrôlées en erlenmeyers d'un litre à partir de 800 g de baies prélevées sur les placettes élémentaires. Cette technique a maintenant fait largement ses preuves dans la recherche vitivinicole (Sampaio et al., 2007). La récolte a été réalisée le même jour pour l'ensemble des modalités de l'essai sur les techniques viticoles. A l'issue de la fermentation, les vins ont été centrifugés, embouteillés et sulfités à 8g/hl avant d'être expédiés par un transporteur express en Australie. Paramètres œnologiques, agronomiques et analyse de la rotundone Sur chaque parcelle élémentaire, 200 baies ont été prélevées et pesées à la récolte pour analyse des paramètres œnologiques classiques (Degré Potentiel, Acidité Totale, pH, acides tartrique et malique, anthocyanes, Polyphénols Totaux, azote assimilable) ainsi que pour l'analyse du  $\delta^{13}C$ . Ce dernier paramètre reflète le niveau de contrainte hydrique subi par le végétal au cours de la maturation (Gaudillère et al., 1999). Le rendement (kg de raisins/ pied) et la vigueur (en kg de bois / pied) ont également été mesurés. Les analyses de rotundone ont été réalisées par l'AWRI selon le protocole défini et utilisé dans leur laboratoire (Siebert et al., 2008).

**Traitement statistique :** Le traitement statistique du jeu de données a été réalisé par le logiciel Xlstat (Addinsoft, Paris). Le modèle retenu est une ANOVA à trois facteurs (millésime x bloc x modalité ou date ; n=30 ; degré de liberté de la variance résiduelle=8) avec interactions de 1er ordre suivi d'un test de comparaison de moyenne de Fisher. Il a été mis en œuvre sur les données analytiques et les paramètres agronomiques mesurés.

## Résultats et discussion

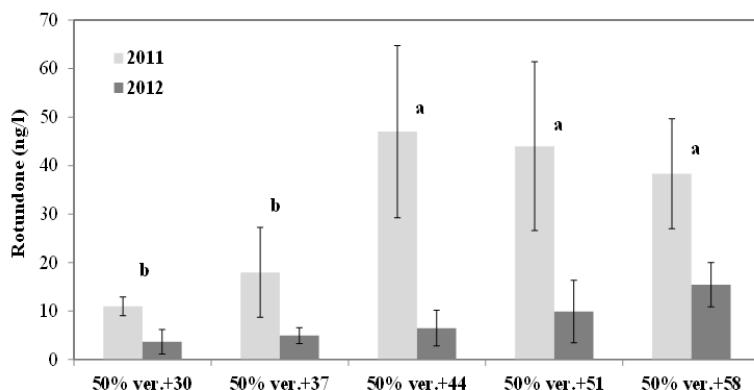
**2011 et 2012 : des millésimes caractérisés par des niveaux de contrainte hydrique distincts :** Le millésime 2011 se caractérise dans le Sud-Ouest de la France par un débourrement très précoce, par de faibles précipitations et des températures élevées pendant la première partie du cycle végétatif. Une avance de 3 semaines était observée à Gaillac à la floraison. Cependant, suite à de fortes précipitations survenues courant juillet, cette précocité a été réduite à 7 à 10 jours à la récolte. Le millésime 2012 a été quant à lui marqué par un important déficit pluviométrique hivernal et un niveau de réserve en eau du sol faible au moment du débourrement. Malgré des précipitations assez régulières tout au long de la période végétative de la vigne, ce déficit s'est fait ressentir jusqu'à la récolte et a été à l'origine sur la parcelle expérimentale d'une véraison « languissante », d'un blocage et d'une hétérogénéité de maturité. Les niveaux de potentiel hydrique foliaire de tige minimum et de  $\delta^{13}C$  présentés dans le tableau I témoignent de la variabilité des contraintes hydriques observée entre les deux millésimes. Quelques indices climatiques proposés par Tonietto et Carbonneau (2004) ont été calculés et sont présentés dans le même tableau.

### Des concentrations et des dynamiques d'accumulation qui diffèrent en fonction du millésime :

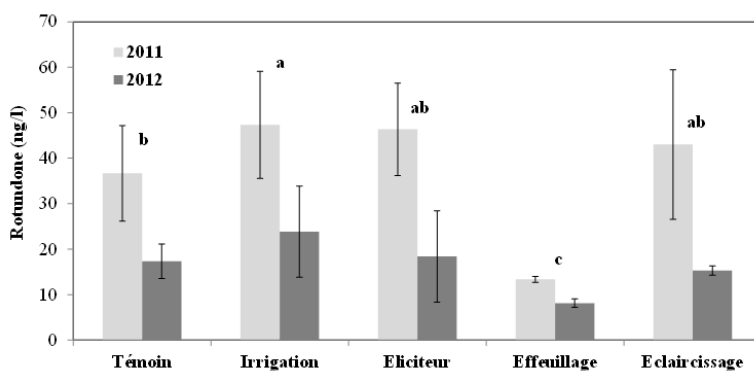
Les concentrations en rotundone mesurées dans les vins élaborés à 5 dates de maturité sont présentées Figure 2. Les niveaux relevés en 2011 sont 3 fois supérieurs à ceux observés en 2012. Selon les travaux de Caputi et al. (2011), les années fraîches et humides sont particulièrement favorables à l'accumulation de la rotundone dans les raisins. Or le millésime 2011 étant légèrement plus chaud mais légèrement moins en contrainte pour la vigne que 2012 sur la période véraison-récolte (tableau 1), il semblerait que la température soit par conséquent moins déterminante que le régime hydrique pour expliquer les variations inter-millésimes observées dans le cadre de notre étude. La dynamique d'accumulation de la molécule reflétée par les concentrations mesurées dans les vins expérimentaux, diffère en fonction des millésimes d'étude. En 2011, millésime

**Tableau I : Caractérisation des millésimes 2011 et 2012 à l'aide d'indices climatiques viticoles (v-r renvoie à la période véraison-récolte), des valeurs moyennes de  $\delta^{13}C$  et de potentiel hydrique foliaire de tige minimal (Phft<sub>min</sub>) mesurés sur la modalité témoin de la parcelle expérimentale**

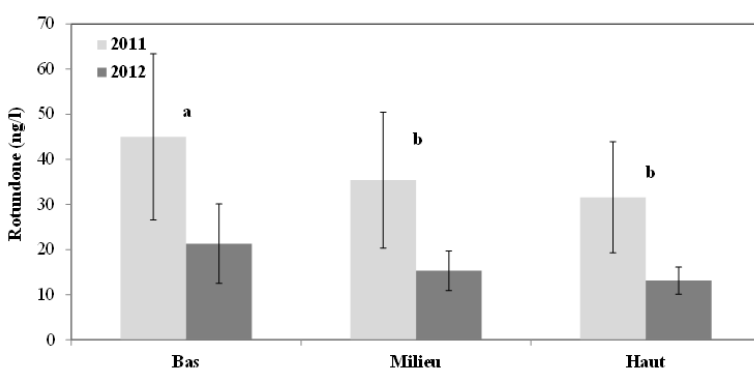
Millésime/ Paramètre	Indice Héliothermique de HUGLIN (IH)	Indice de fraîcheur des nuits (FNv-r)	T°C moy. de l'air (Tv-r)	T°C max. de l'air (Txv-r)	Amplitude thermique de l'air (Av-r)	Contrainte hydrique $\delta^{13}C$	Contrainte hydrique Phft <sub>min</sub> (MPa)
2011	2351 Tempéré chaud	14,74	21,01	28,61	13,87	-25,6 faible	-0,97 faible à modérée
2012	2205 Tempéré chaud	14,21	20,54	28,44	14,23	-23,5 faible à modérée	-1,17 modérée à sévère



**Figure 2 : Concentration en rotundone dans les vins élaborés à 5 dates de maturité. Moyenne de 3 répétitions. Les lettres indiquent des différences significatives par le test de Fisher au seuil de 5%.**



**Figure 3 : Incidence des techniques viticoles sur la concentration en rotundone des vins. Moyenne de 3 répétitions. Les lettres indiquent des différences significatives par le test de Fisher au seuil de 5%.**



**Figure 4 : Concentration en rotundone des vins des 3 blocs d'étude. Moyenne de 5 répétitions. Les lettres indiquent des différences significatives par le test de Fisher au seuil de 5%.**

moins en contrainte, l'accumulation de la molécule semble facilitée et le phénomène est soudain. Un maximum est atteint à 50% ver. +44 jours, puis les concentrations tendent à se stabiliser avant de baisser légèrement sur la dernière date. Ces résultats corroborent des observations déjà réalisés sur d'autres sesquiterpènes du raisin (Kalua et Boss, 2005). En 2012, millésime marqué par une un niveau significatif de contrainte hydrique pour les vignobles du Sud-Ouest, les concentrations augmentent de manière progressive et régulière comme observé en Italie (Caputi et al., 2011).

## Des concentrations en rotundone dans les vins pénalisées par l'effeuillage et améliorées par l'irrigation :

L'irrigation a entraîné des modifications de l'état hydrique de la vigne par rapport au témoin, confirmées par les potentiels hydriques de tige et par l'analyse  $\delta^{13}C$ , pour les deux millésimes (résultats non présentés). Les concentrations en rotundone mesurées dans les vins expérimentaux sont présentées Figure 3. Ces niveaux reflètent à la fois la richesse de la baie en ce composé - qui varie notamment en fonction du niveau de maturité - mais également son extraction de la pellicule en fermentation sous l'effet de l'éthanol. L'absence de différences significatives entre les degrés potentiels des modalités Témoin, Irrigation, Eliciteur et Effeillage (résultats non présentés) nous permet par conséquent de comparer directement les valeurs mesurées dans les vins. Une diminution significative de la teneur en rotundone sur la modalité effeuillée est observée par rapport au témoin (-69% en 2011 et -53% en 2012) ce qui laisse supposer que sa synthèse dans les raisins est sous la dépendance du niveau d'éclaircissement et/ou de la température de surface des raisins. A l'opposé, les vins issus de la modalité irriguée présentent des teneurs statistiquement supérieures en rotundone (+29% en 2011 et +38% en 2012). L'éclaircissage ayant permis d'améliorer la maturité des raisins et par conséquent la teneur finale des vins en éthanol, il est difficile de tirer une conclusion définitive sur cette pratique même si son incidence apparaît limitée. Pour la modalité éliciteur, pulvérisée à l'acide jasmonique, la tendance à la hausse observée en 2011 n'a pas été confirmée en 2012. A ce stade, il est délicat de tirer une conclusion définitive sur l'importance de l'acide jasmonique car l'efficacité de la pulvérisation dépend fortement des conditions d'application (concentration de la solution, période d'application, volume pulvérisé et pénétration à travers le feuillage).

## Des variations significatives de concentrations au sein d'une même parcelle :

Sur la parcelle d'étude des techniques viticoles, l'analyse de variance permet de mettre en évidence un effet bloc. Le bloc situé en bas de la parcelle expérimentale, présente des teneurs en rotundone significativement supérieures à celles des blocs localisés en milieu et en haut de pente (Figure 4). Ces observations contredisent des travaux réalisés en Italie (Caputi et al. 2011) qui font état de concentrations supérieures en rotundone sur des raisins prélevés sur le coteau par rapport à ceux de la plaine. Parmi les nombreuses mesures réalisées incluant des paramètres œnologiques classiques, les rendements à la récolte, le poids de bois de taille et le niveau de contrainte hydrique, seul le paramètre lié à l'alimentation hydrique ( $\delta^{13}C$ ) permet de discriminer statistiquement les blocs et d'expliquer la variabilité observée. Ces éléments viennent renforcer les observations réalisées précédemment sur la modalité irriguée.

## Conclusions et perspectives

Ces résultats fournissent aux producteurs de Duras N, de Syrah N, de Négrette N, de Gamay, de Prunelard N mais aussi de Pineau d'Aunis N et d'autres cépages où la molécule a été identifiée, de précieux éléments pour piloter le caractère poivré de leurs vins. Il a ainsi été mis en évidence que la dynamique d'accumulation de la rotundone était dépendante

des conditions climatiques du millésime et que des teneurs supérieures étaient atteintes dans les vins à partir de mi-véraison +44 jours. La pulvérisation d'acide jasmonique exogène et l'éclaircissage n'ont pas eu d'impact significatif sur la concentration en rotundone des vins expérimentaux. L'effeuillage a fortement pénalisé la teneur en rotundone ce qui laisse supposer que sa synthèse dans les raisins est impactée par le niveau d'éclairement et/ou la température de surface. A l'opposé, les vins issus de la modalité irriguée présentent des teneurs supérieures en rotundone. D'une manière plus générale, le niveau de contrainte hydrique de fin de saison à travers notamment les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$ , semble être un paramètre déterminant afin d'expliquer les variations inter-millésimes et intra-parcellaires observées. Ce paramètre, utilisé afin de cartographier la contrainte hydrique au sein d'une même parcelle, pourrait permettre en réalisant des récoltes sélectives d'élaborer des vins avec un niveau désiré de rotundone. Compte tenu des résultats encourageants obtenus en 2011 et 2012 sur Duras N, plusieurs nouveaux axes de travail ont été initiés en 2013. Ils concernent i) la richesse en rotundone des 4 clones agréés de Duras ii) l'utilisation de la concentration des vins en rotundone comme outil d'aide à la sélection de nouveaux clones de Duras iii) l'étude des facteurs viticoles influents la teneur des vins de Duras en rotundone sur un réseau de parcelles du Gaillacois iv) l'incidence de la technique du Passerillage Eclaircissage sur Souche (PES) sur le caractère poivré des vins de Duras.

## Remerciements

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du Contrat de Plan Etat-Région Midi-Pyrénées. Nous tenons à remercier les Docteurs Helen Kemp et Wolfram Meier-Augenstein du James Hutton Institute pour

les analyses de  $\delta^{13}\text{C}$ , Sébastien Preys de la société Ondalys pour les conseils statistiques ainsi que Sheridan Barter de l'AWRI pour le soutien technique lié à l'analyse de rotundone dans les vins.

## Références bibliographiques

Caputi L., Carlin S., Ghiglieno I., Stefanini M., Valenti L., Vrhovsek U., Mattivi F., 2011. Relationship of changes in rotundone content during grape ripening and winemaking to manipulation of the 'peppery' character of wine. *J. Agric. Food Chem.*, 59, 5565-5571;

D'Onofrio C., Cox A., Davies C., Boss P.K., 2009. Induction of secondary metabolism in grape cell cultures by jasmonates. *Functional Plant Biology*, 36, 323-338;

Ferreira V., 2012. Bases moléculaires de l'arôme du vin. Colloque international sur les arômes du vin : projet Vinaromas. Toulouse, France ;

Gaudillère J.P., Van Leeuwen C., Ollat N., Goutouly J.P., Champagnol F., 1999.  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  discrimination measured in tartrate and sugars in mature grapevine berries. *Acta Horticulturae*, 493, 63-67;

Kalua C.M., Boss P.K., 2010. Comparison of major volatile compounds from Riesling and Cabernet Sauvignon grapes (*Vitis vinifera* L.) from fruit set to harvest. *Aust. J. Grape Wine Res.*, 16, 337-348;

Sampaio T.L., Kennedy J.A., Carno Vasconcelos M., 2007. Use of microscale fermentation in grape and wine research. *Am. J. Enol. Vitic.* 58(4), 534-539;

Siebert T.E., Wood C., Eisey G.M., Pollnitz A.P., 2008. Determination of rotundone, the pepper aroma impact compound, in grapes and wine. *J. Agric. Food Chem.*, 56, 3745-3748; Tonietto J., Carbonneau A., 2002. Régime thermique en période de maturation du raisin dans le géoclimat viticole : indice de fraîcheur des nuits - IF et amplitude thermique. Symposium International sur le Zonage Vitivinicole. Avignon, France;

Wood C., Siebert T.E., Parker M., Capone D.L., Eisey G.M., Pollnitz A.P., Eggers M., Meier M., Vossing T., Widder S., Krammer G., Sefton M.A., Herderich M.J., 2008. From wine to pepper: rotundone, an obscure sesquiterpene, is a potent spicy aroma compound. *J. Agric. Food Chem.*, 56, 3738-3744;

**LEVULINE® SYMBIOSE™**

**FLAVIA™**

**BIODIVA™**

**LEVEL2® TD**

**LALVIN ICV TANDEM®**

**LEVEL SOLUTIONS**

**Passer au niveau supérieur**

**Explorer l'univers de la biodiversité des levures !**

La grande variété de levures naturelles sélectionnées reflète la biodiversité de la microflore présente au cours de la fermentation alcoolique des vins. Cependant, cet univers est encore sous exploité au regard du grand nombre d'espèces et de sous espèces (autres que *Saccharomyces*) qui sont présentes dans la plupart des moûts de raisins. Au cours de la fermentation spontanée, l'activité microbienne engendre une succession d'activités enzymatiques qui contribuent sans aucun doute, positivement ou négativement, à la complexité aromatique et à la diversité des vins. Avec Level Solutions, Lallemand innove en introduisant de nouvelles espèces et de nouveaux modes de gestion des fermentations alcooliques (Inoculation séquentielle) maîtrisés et sécurisés qui ouvrent de nouveaux horizons aux vinificateurs.