

3^{ème} GENERATION DE DISPOSITIF EXCLUSIF POUR LE CONTROLES DES BARRIQUES



Témoign de
Contamination
Atmosphérique
Dynamique

Objet de ce document :

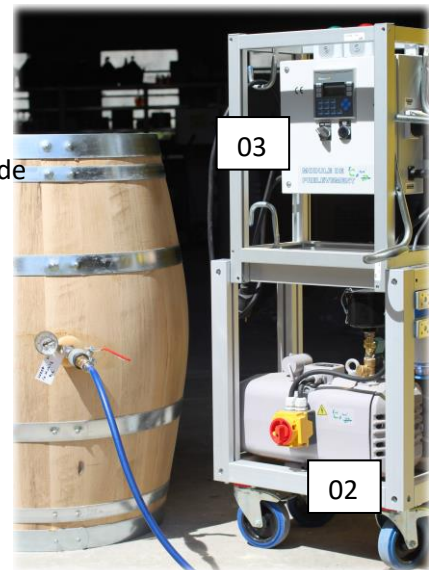
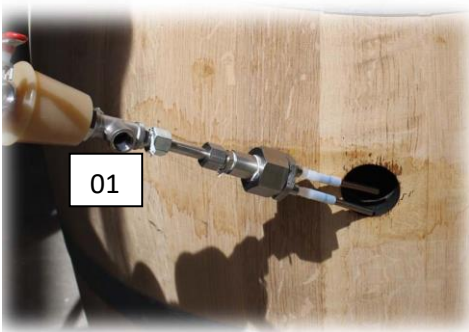
Le présent document a pour objectif d'apporter des éléments scientifiques pour expliquer la présence de contaminants dans des vins élevés dans des barriques préalablement contrôlées avec le dispositif TCAtest-D^R aux Etats Unis.

Rappel du principe de prélèvement dynamique :

Le fonctionnement du TCAtestD^R (*D* pour dynamique) repose sur l'un des principes bien établi du prélèvement des COV⁽²⁾ dans l'air ambiant. Pour effectuer des prélèvements de composés volatils comme les résidus de solvants, il est fréquent d'utiliser des cartouches contenant divers absorbants à travers lesquels on fera passer un volume d'air prédéfini à l'aide d'une pompe de prélèvement (certaines de ces méthodes font l'objet de normes détaillées).

L'opération nécessite la mise en œuvre d'un module de prélèvement développé et fabriqué par nos soins (voir ci contre).

2 cartouches sont introduites à l'aide d'une canne de prélèvement (01) à l'intérieur de chaque barrique :



Un volume d'air prédéfini sera pompé au travers de ces cartouches au moyen d'une pompe de prélèvement adaptée (02). Cette opération qui ne prend que quelques minutes est contrôlée à l'aide d'un automate (03).



Les séries de 2 cartouches sont ensuite récupérées et envoyées au laboratoire pour analyse.

Les deux cartouches montées en parallèle ont été conçues pour pouvoir effectuer un prélèvement cumulatif minimum de **10 barriques**, mais il est possible d'effectuer des prélèvements plus importants dans le cadre d'un contrôle de production en tonnellerie en sortie d'éprouvage.

Récapitulatif de la problématique et du contexte de l'étude.

Au cours de l'été 2015, une barrique contrôlée négative par le TCAtest-D^R s'est avérée être malgré tout contaminée au TCA lors de sa réception sur le sol nord américain. Afin d'approfondir les recherches, cette barrique a été entonnée et le vin correspondant a été analysés par deux laboratoires, dont LEC. Dans les deux cas, des concentrations significatives de TCA ont été confirmées (autour de 10 ppt) alors que le système était sensé détecter le TCA à des seuils nettement plus faibles. En revanche, seul LEC s'est préoccupé de l'analyse du précurseur, et une concentration de l'ordre de 80 ng/L de TCP a été mise en évidence, or jusqu'à présent les précurseurs HaloPhénols ne pouvaient pas être surveillés par le TCAtest-D^R. Ce constat nous a incité à entreprendre des recherches plus poussées sur l'origine possible du problème en ayant éliminé plusieurs pistes dont celle de la transformation des précurseurs HaloPhénols en HaloAnisoles lors de la fermentation malo-lactique en barrique.

La transformation des HaloPhénols en HaloAnisoles par des microorganismes de type algues ou moisissure est largement documentée dans les domaines du traitement de l'eau ou de la contamination des locaux sombres et humides. Nos contacts en tonnellerie nous ont confirmé la possibilité d'apparition de spot de moisissures à l'intérieur des barriques neuves en attente d'utilisation, nous avons donc décidé d'appréhender dans quelle mesure ces micororganismes pouvaient être à l'origine du développement d'HaloAnisoles dans de telles conditions.

Travaux effectués en 2016 et principaux résultats.

ETAPE 1 : Afin de vérifier si des moisissures naturellement présentes sur le bois pouvaient transformer les précurseurs HaloPhénols en HaloAnisoles nous avons effectué la démarche suivante sur un mélange de granulats de bois (1/3 crus, 2/3 toastés) :

- Pré-contamination par trempage dans une solution dopées aux HaloPhénols suivi d'un séchage à l'air libre.
- 10 g de bois contaminé sont placés dans un flacon à fermeture hermétique de 100 mL avec les modalités suivantes répliquées en 3 exemplaires :
 - Témoin, directement en flacon.
 - Additionné de 10 mL d'eau ultra-pure (exempt d'HaloAnisoles).
 - Additionné de 10 mL d'eau ultra-pure (exempt d'HaloAnisoles) et de 100 mg de farine.
- Les flacons sont en suite fermés hermétiquement et placés dans une enceinte régulée à 20°C pendant 3 semaines.
- Il a été constaté la présence d'HaloAnisoles dans l'espace de tête des modalités contenant d el'eau après seulement une semaine.
- Au bout de 3 semaines, les flacons ont été sorti de l'étuve afin d'en analysé le contenu après séchage, la présence de moisissure dans les modalités contenant de la farine a été visuellement constatée (voir photo ci-dessous).
- Les analyses des différentes modalités sont synthétisées dans le tableau suivant (les teneurs sont exprimées en ng/g ou µg/kg):

	Témoïn			Ajout Eau			Ajout Eau & Farine		
	Essai 1/3	Essai 2/3	Essai 3/3	Essai 1/3	Essai 2/3	Essai 3/3	Essai 1/3	Essai 2/3	Essai 3/3
6TeCA	N.D	N.D	N.D	0,8	0,9	0,6	2,2	1,7	2,2
TeCP	17,9	18,5	17,1	13,1	12,8	13,5	9,7	7,7	8,2
TCA	N.D	N.D	N.D	2,2	2,6	1,8	3,7	2,6	1,8
TCP	10,2	10,5	9,5	5,7	4,6	6,5	2,7	2,5	3,2
PCA	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D	<0,3	<0,3
PCP	15,9	16,5	15,6	11,7	11,8	12,8	11,0	10,0	9,6
TBA	N.D	N.D	N.D	1,8	2,3	1,4	4,3	3,3	2,9
TBP	14,5	14,6	13,9	10,4	9,8	10,9	6,1	5,1	6,2

L'on peut donc conclure que lorsque les conditions ambiantes sont réunies, des moisissures naturellement présentes* sur le bois de chêne peuvent en quelques semaines dégrader des précurseurs HaloPhénols en HaloAnisoles correspondant. Le phénomène est amplifié avec la présence d'un substrat favorable comme la farine.

ETAPE 2 : Afin de vérifier si des moisissures naturellement présentes sur le bois pouvaient transformer les précurseurs HaloPhénols en HaloAnisoles nous avons effectué la démarche suivante sur un mélange de granulats de bois (1/3 crus, 2/3 toastés) :

- Pré-contamination par trempage dans une solution dopées aux HaloPhénols suivi d'un séchage à l'air libre.

Dans le tableau ci-dessous sont résumées les principales performances validées expérimentalement lors de nos essais sur des barriques contaminées suivant un protocole disponible sur demande :

Nom abrégé	Nom Complet	Famille	N° CAS	Limites de détection et domaines de mesure
TCA	2,4,6-trichloroanisole	Halo-Anisole	87-40-1	A partir de 0,1 ng/L jusqu'à 3,0 ng/Lde contenant
TeCA	2,3,4,6-tétrachloroanisole		938-22-7	A partir de 0,1 ng/L jusqu'à 3,0 ng/Lde contenant
TBA	2,4,6-tribromoanisole		607-99-8	A partir de 0,3 ng/L jusqu'à 3,0 ng/Lde contenant
TCP	2,4,6-trichlorophénol	Halo-Phénol	88-06-2	A partir de 1 ng/L jusqu'à 30 ng/Lde contenant
TeCP	2,3,4,6-tétrachlorophénol		58-90-3	A partir de 3 ng/L jusqu'à 30 ng/Lde contenant
TBP	2,4,6-tribromophénol		118-79-8	A partir de 3 ng/L jusqu'à 30 ng/Lde contenant

Nouveau!

Si vous souhaitez plus d'informations sur ces dispositifs, n'hésitez pas à nous contacter.

(1) : PolyDiMéthylSiloxane.

(2) : Composés Organiques Volatils.

