

## Effets synergiques et historiques des liquides hydroalcooliques sur le gonflement du chêne.

DUSSAUT Cédric<sup>1,2</sup>, COLIN Julien<sup>1</sup>, CASALINHNO Joel<sup>1</sup>, TEISSIER DU CROIS Rémi<sup>2</sup>, LITOUX-DESRUES François<sup>2</sup>, ABADIE Charlotte<sup>3</sup>, PERRÉ Patrick<sup>1,4</sup>

<sup>1</sup>Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, Laboratoire de Génie des Procédés et Matériaux, 8-10 rue Joliot-Curie 91190, Gif-sur-Yvette,

<sup>2</sup>Chêne&Cie, R&D, 76 Quai de Paludate, 33800, Bordeaux, France

<sup>3</sup>Non affiliée

<sup>4</sup>Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, Laboratoire de Génie des Procédés et Matériaux, Centre Européen de Biotechnologie et de Bioéconomie (CEBB), 3 rue des Rouges Terres 51110 Pomacle, France

[cedric.dussaut@centralesupelec.fr](mailto:cedric.dussaut@centralesupelec.fr)

**Mots clés :** tonnellerie, corrélation d'images, extractibles, irréversibilité, sorption

### Contexte et objectifs

Le vieillissement est une étape clé du procédé de production des vins et spiritueux. Elle fait intervenir de nombreux échanges massiques et thermiques entre le liquide et le chai. La barrique en chêne constitue un milieu poreux complexe qui sert à la fois de contenant et d'interface d'échange. Lors du vieillissement, la partie interne de la barrique est imprégnée par le liquide qui migre vers l'extérieur. Au-delà du front d'imprégnation, un gradient de concentration de vapeur crée un flux diffusif vers le chai (del Alamo-Sanza et Nevares 2018). Ces phénomènes sont responsables d'une perte volumique connue sous le nom de part des anges, représentant entre 1% et 3% du volume de la barrique par an, en fonction des conditions environnementales (Mosedale et Puech 1998). De plus, le bois n'est pas inerte et la présence d'eau et d'éthanol peut modifier sa structure et ses propriétés physiques.

L'hygroscopicité du bois est liée à la capacité de sorption de l'eau dans la paroi cellulaire, par liaisons hydrogènes. De même, l'éthanol peut se lier à la paroi. Cette sorption entraîne un gonflement du bois en raison de sa structure sub-pariétale. Dans le cas d'une barrique, compte tenu de l'assemblage contraint mécaniquement, ce gonflement permet d'améliorer l'étanchéité entre les douelles.

Aujourd'hui, les effets couplés de l'eau, de l'éthanol et du temps sur la paroi cellulaire ne sont pas pleinement connus. Plusieurs travaux ont montré que le gonflement du bois dans l'éthanol était moins important que dans l'eau (Mantanis et al 1994). En ce qui concerne les solutions binaires, certaines études ont mis en lumière un hypergonflement, suggérant une synergie entre l'eau et l'éthanol (Meier et al 2005, Bossu et al 2018). Notre étude s'est concentrée sur les équilibres et les dynamiques de gonflement du chêne immergé dans des liquides purs et binaires. Trois résultats sont présentés : i) Influence de la concentration en éthanol du liquide sur le gonflement macroscopique du bois ; ii) Effet de l'historique des compositions de liquides successivement de mis en contact avec le bois de chêne et iii) Changement dimensionnel de l'état anhydre en fonction de la concentration d'éthanol lors de la phase d'immersion.

### Matériel et méthodes

Un dispositif expérimental original, constitué d'un banc optique et d'un support-échantillon, permet le suivi par corrélation d'images du gonflement de plusieurs échantillons de chêne,

immergés simultanément, dans les directions radiale et tangentielle. Pour la première étude – gonflement en fonction de la composition du liquide –, les liquides purs ainsi que six concentrations intermédiaires en éthanol ont été utilisés (de 10% vol à 96% vol). Pour la troisième étude – déformation de l'état anhydre –, ces mêmes échantillons de bois ont été séchés à l'air sec puis de nouveau pris en photo. Enfin, pour la deuxième étude – historique des compositions de liquides mis en contact –, deux échantillons ont été soumis à des scénarios d'immersion différents, respectivement eau, puis éthanol, puis eau et éthanol, puis eau, puis éthanol.

## Résultats et discussions

### *Influence de la concentration en éthanol du liquide sur le gonflement macroscopique du bois*

Les résultats (Fig. 1) montrent une synergie entre eau et éthanol, se traduisant par un hypergonflement tangentiel supérieur (jusqu'à 11%) quand les deux espèces sont en quantités suffisantes, c'est-à-dire sur la plage de concentration d'éthanol allant de 40% vol à 70% vol.

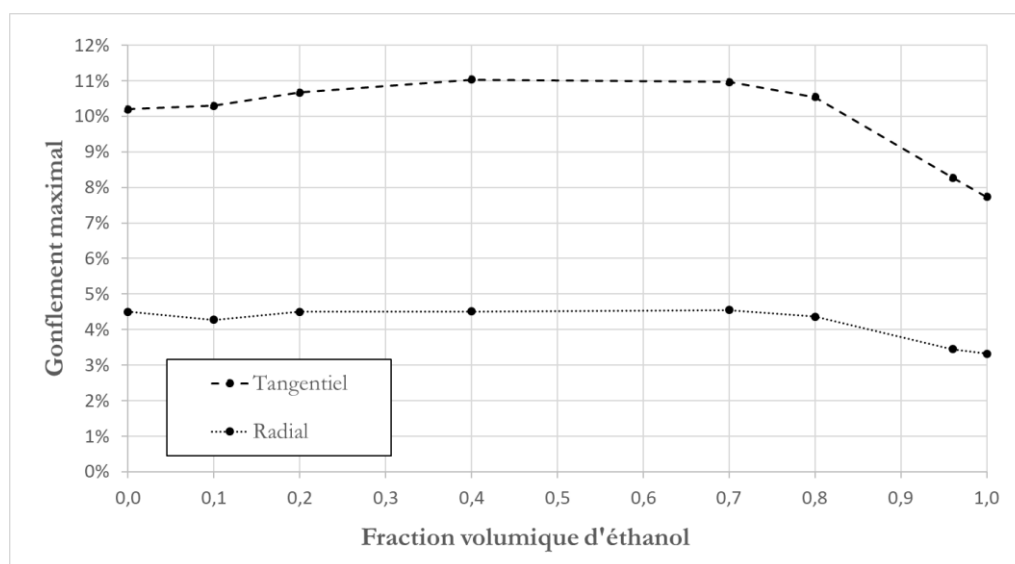


Fig. 1 : Gonflement maximal d'échantillons de chêne immergés dans différentes concentrations d'éthanol

### *Effet de l'historique des compositions des liquides mis en contact avec le bois de chêne*

Les résultats des études séquentielles (Fig. 2) indiquent que l'historique de mise en contact a une influence sur le gonflement macroscopique. En particulier, les valeurs d'hypergonflement observées pour mélanges binaires (40% vol à 70% vol d'éthanol) dans la première étude ont été retrouvées uniquement dans le cas où un échantillon a été immergé dans l'eau après avoir été immergé dans l'éthanol (échantillon A après 1000 heures et échantillon B entre la 500<sup>ème</sup> et la 1000<sup>ème</sup> heure). De plus, pour le changement inverse, à savoir eau vers éthanol, une baisse du gonflement a été observée pour les deux échantillons mais les dimensions restent supérieures à celles mesurées lors d'une première immersion dans l'éthanol.

### *Changement dimensionnel de l'état anhydre en fonction de la concentration d'éthanol lors de la phase d'immersion*

Pour l'ensemble des échantillons, nous observons (Fig. 3) une réduction dimensionnelle de l'état anhydre après immersion dans le liquide par rapport à l'état anhydre initial, suggérant une irréversibilité de l'effet des liquides. Dans une certaine mesure, la courbe obtenue présente la même forme que la courbe relative à la première étude, indice ici encore d'une synergie des deux espèces présentes dans la phase liquide.

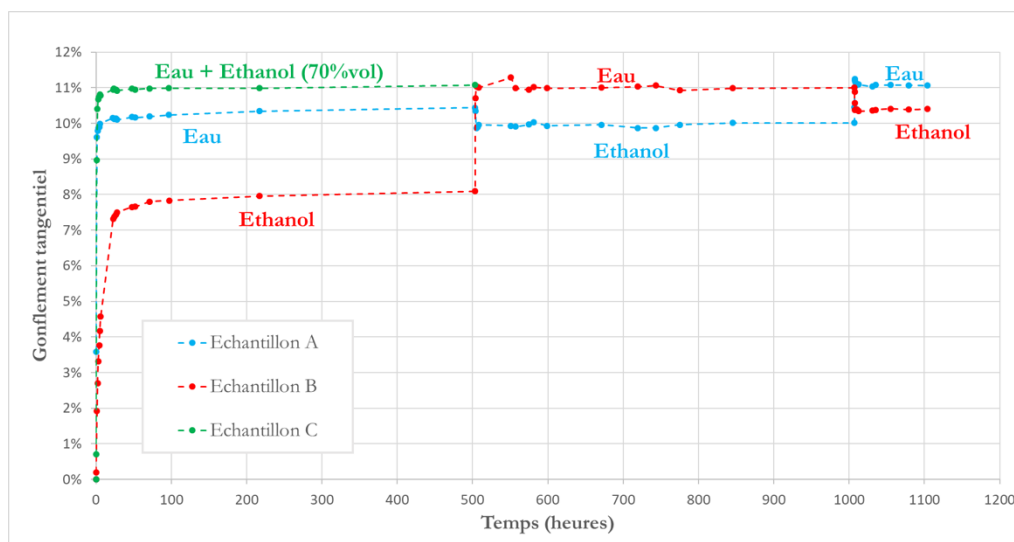


Fig. 2 : Gonflement tangentiel d'échantillons de chêne soumis à différentes séquences d'immersion

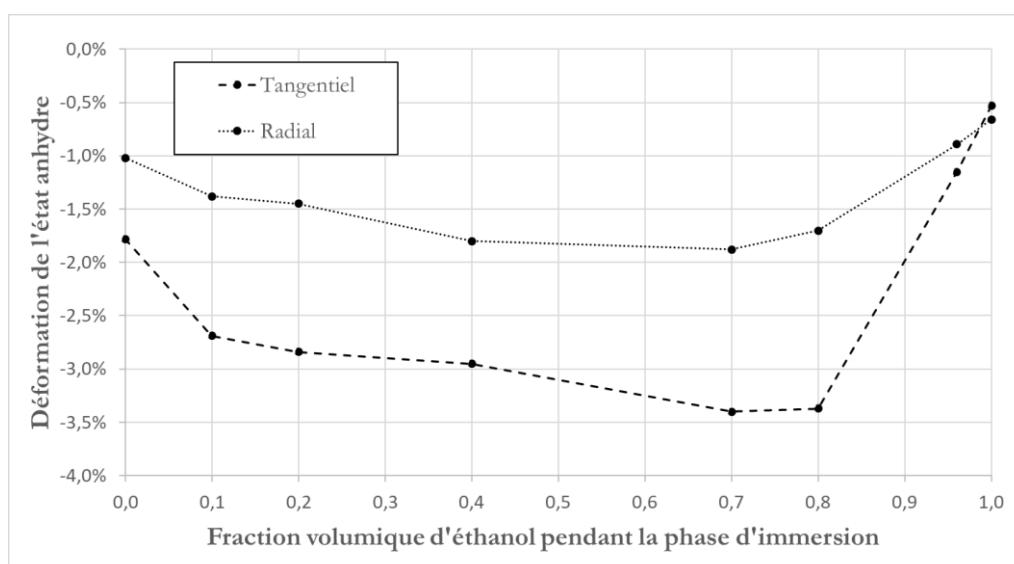


Fig. 3 : Changement dimensionnel de l'état anhydre d'échantillons de chêne après immersion dans différentes concentrations d'éthanol

## Discussion

Les résultats présentés indiquent que les effets couplés de l'eau et de l'éthanol sur le bois sont plus complexes que la simple additivité. À l'équilibre ( Fig. ), les valeurs de gonflements synergiques en présence des deux espèces (eau et éthanol) suggèrent que ces derniers présentent des affinités pour des sites de sorption communs mais aussi pour des sites qui leur sont propres. Il est notamment connu que l'eau s'adsorbe particulièrement sur les hémicelluloses et la cellulose amorphe. L'éthanol aurait, quant à lui, une affinité plus faible pour ces sites de sorption mais serait capable d'interagir avec la lignine. Une des hypothèses fait intervenir le poids et l'encombrement moléculaires des espèces, soutenant que l'eau est plus apte que l'éthanol à s'insérer entre les polysaccharides pour atteindre les sites de sorption. De plus, l'éthanol peut générer d'autres types d'interactions avec la paroi cellulaire, en altérant la lignine, en particulier au niveau de la lamelle moyenne et du point triple, et ainsi rendre la structure du bois plus flexible.

Ces hypothèses sont confirmées par les résultats de l'étude séquentielle ( Fig. ). En observant la courbe bleue, le remplacement de l'eau par l'éthanol dans le milieu

liquide mène à un nouvel équilibre. Ce gonflement se trouve être inférieur à celui observé lors d'une première immersion dans l'eau pure – désorption des molécules d'eau due à une faible activité de l'eau dans le liquide et effet de l'éthanol sur la lignine –, et supérieur à celui observé lors d'une première immersion dans l'éthanol pur –meilleure pénétration de l'éthanol dû à un écartement préalable des macromolécules par l'eau –. Quant à l'échantillon ayant connu le scénario inverse, le remplacement de l'éthanol par l'eau a permis une accumulation des effets des deux espèces – effet irréversible de l'éthanol sur la lignine et fort gonflement à l'eau –, résultant en un hypergonflement du même ordre de grandeur que celui observé pour des solutions hydroalcooliques.

Enfin les résultats après séchage ( Fig. 3) mettent en lumière l'effet cumulatif des actions irréversibles de l'eau et de l'éthanol : extraction de composés à faible poids moléculaire (notamment par l'eau) et dégradation de la lamelle moyenne par l'éthanol.

### **Conclusion et perspectives**

Ce travail s'inscrit dans une volonté de compréhension des interactions spécifiques et couplées de l'eau et de l'éthanol avec le bois de chêne. Plusieurs phénomènes ont pu être mis en évidence selon la composition des liquides purs ou binaires : adsorption, extraction et dégradation. D'une espèce à l'autre, ces phénomènes semblent différer par leur ampleur et leur réversibilité. Ainsi, les actions simultanées ou séquentielles de l'eau et de l'éthanol sur la matrice lignocellulosique mènent à des effets synergiques et non simplement additifs. Pour compléter l'étude et la discussion des résultats, des essais de DVS (Dynamic Vapour Sorption) en eau et éthanol pourront être menés pour mettre en évidence l'effet de l'état physique de l'eau et d'éthanol mis en contact avec le bois sur les phénomènes observés.

### **Références**

- Bossu J, Le Moigne N., Corn S., Trens P., Di Renzo F. (2018) Sorption of water-ethanol mixtures by poplar wood: swelling and viscoelastic behaviour. *Wood Science and Technology*, 52(4).
- del Alamo-Sanza M., Nevares I. (2018) Oak wine barrel as an active vessel: A critical review of past and current knowledge. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 58(16), 2711-2726.
- Mantanis G., Young R., Rowell R. (1994) Swelling of Wood Part II. Swelling in Organic Liquids. *Holzforschung* 48:480-490.
- Meier P., Kaps T., Kallavus U. (2005) Swelling of Pinewood (*Pinus Sylvestris*) in Binary Aqueous Solutions of Organic Substances. *Materials Science* 11(2):140-145.
- Mosedale J.R., Puech J.L. (1998) Wood maturation of distilled beverage. *Trends in Food Science & Technology* 9: 95-101.