



Radoux OakScan™ :
une innovation majeure pour analyser instantanément
les tannins de chaque douelle.

La Tonnellerie Radoux a développé **Radoux OakScan™**, un système d'analyse rapide, douelle par douelle, basé sur la Spectrométrie Proche Infra Rouge, en partenariat avec l'INRA, le CEMAGREF, le CIRAD et la société Ondalys.

Radoux OakScan™ est la plus importante innovation en tonnellerie depuis des décennies. **Radoux OakScan™** enrichit largement la sélection traditionnelle des bois grâce à des informations objectives complémentaires.

Les tannins extractibles contenus dans le chêne des barriques de tonnellerie sont des composés très importants par leur influence sur la couleur et les propriétés organoleptiques des vins ou des eaux de vie qu'ils enrichissent.

Les analyses chimiques de laboratoire qui permettent de les mesurer existent depuis longtemps. Néanmoins, ces analyses sont effectuées sur des extractions simulées, qui nécessitent un délai de réalisation très long. De plus elles sont complexes et coûteuses, et ne permettent pas d'analyser que des lots de matière assemblée, dont la variabilité intrinsèque est mal connue. Seules des analyses en ligne, douelle par douelle, au moment de la constitution d'une barrique, permettent d'en garantir la composition.

1/ La Spectrométrie Proche Infra Rouge : une technologie d'avant-garde

La spectrométrie proche infrarouge (SPIR) est une méthode d'analyse rapide et non-destructive couramment utilisée dans le secteur agroalimentaire ou pharmaceutique. Cette technique repose sur l'absorption sélective du rayonnement proche infrarouge par les composés chimiques de la matière.

Ainsi, le proche infrarouge est-il bien adapté au développement d'applications analytiques car l'absorbance mesurée dans cette plage de longueur d'onde est corrélée à la composition du produit. Par ailleurs, il n'est pas nécessaire de diluer les échantillons, ce qui permet une acquisition spectrale directe sur le matériau brut.

La technologie proche infrarouge étant performante pour quantifier certains composés du bois, le service R&D de la Tonnellerie Radoux s'est intéressé dès 2003 à sa capacité à doser les tannins du chêne. Les résultats présentés ici sont le bilan de trois années d'études initiées et financées par la Tonnellerie Radoux, en partenariat avec l'INRA, le CEMAGREF, le CIRAD et le bureau d'étude ONDALYS.

2/ Des résultats performants sur le bois de Chêne

Afin de construire un étalonnage proche infrarouge de la teneur en tannins dans le bois de chêne, une base d'échantillons de référence a été réalisée. Quatre cents merrains de chêne français ont été prélevés sur le parc de maturation de la tonnellerie. Ils proviennent de trente

trois lots de bois différents, et ont été sélectionnés pour constituer un lot avec une grande variabilité de provenance et de grain.

Ces échantillons de bois massif ont été divisés en deux parties. La première partie a été conservée pour la mesure proche infrarouge à l'aide d'un spectromètre Brucker Vector 22/NI à transformée de Fourier. La seconde partie a été broyée et extraite à l'acétone-eau (80:20) pour réaliser les analyses de laboratoire suivantes : Taux d'extraits, Densité optique à 280nm, Phénols totaux par la méthode de Folin-Ciocalteu, Concentrations en Ellagitannins par HPLC (Chromatographie Liquide Haute Performance).

Un étalonnage proche infrarouge a été construit pour chacune des analyses chimiques de référence. Les modèles ont été obtenus avec la méthode de régression PLS (*Partial Least Square*). Afin d'estimer la performance des étalonnages, la technique de validation croisée a été employée.

Le coefficient de détermination (R^2), caractérisant la corrélation entre la mesure proche infrarouge et la mesure chimique de référence, et l'écart type résiduel de la validation croisée (SECV), estimant l'erreur de mesure de l'étalonnage, ont été utilisés comme critères d'évaluation des modèles. Le critère *Ratio of Performance to Deviation* (RPD) a également été employé : il correspond au rapport entre l'écart type des valeurs de la série de référence et le SECV. Cet indicateur permet de standardiser le critère SECV et de donner une base de comparaison entre les différents étalonnages.

Les résultats d'étalonnage proche infrarouge sont donnés dans le tableau 1 :

Tableau 1: Synthèse des étalonnages proche infrarouge

Analyse chimique de référence	Statistiques analyses de référence			critères étalonnage		
	N	m	std	SECV	R ²	RPD _{cv}
Taux d'extraits (%)	400	15,3	4,9	3,3	0,54	1,5
Densité optique à 280nm ()	400	0,64	0,24	0,11	0,79	2,2
Phénols totaux mesurés au réactif de Folin-Ciocalteu (mg équivalent acide gallique / g de MS)	400	122	25	11	0,81	2,4
Somme des ellagitanins mesurés par HPLC (mg équivalent pyrogallol / g de MS)	400	224	118	45,6	0,84	2,6
Castalagine (mg équivalent pyrogallol / g de MS)	400	68	36	16	0,79	2,2
Vescalagine (mg équivalent pyrogallol / g de MS)	400	42	31	20	0,58	1,5

N : effectif de la série ; *m* : moyenne ; *std* : écart type ; *SECV* : écart type résiduel de la validation croisée ; *R²* : coefficient de détermination.

Les étalonnages les plus performants sont obtenus avec les analyses chimiques de référence de l'indice de Folin-Ciocalteu ($R^2 = 0,81$ et $SECV = 11$ mg équivalent acide gallique / g de matière sèche) et avec la mesure des Ellagitanins par HPLC ($R^2 = 0,84$ et $SECV = 45,6$ mg équivalent pyrogallol / g de matière sèche).

La figure 1 présente les corrélations entre les valeurs de référence et la mesure proche infrarouge pour ces deux étalonnages :

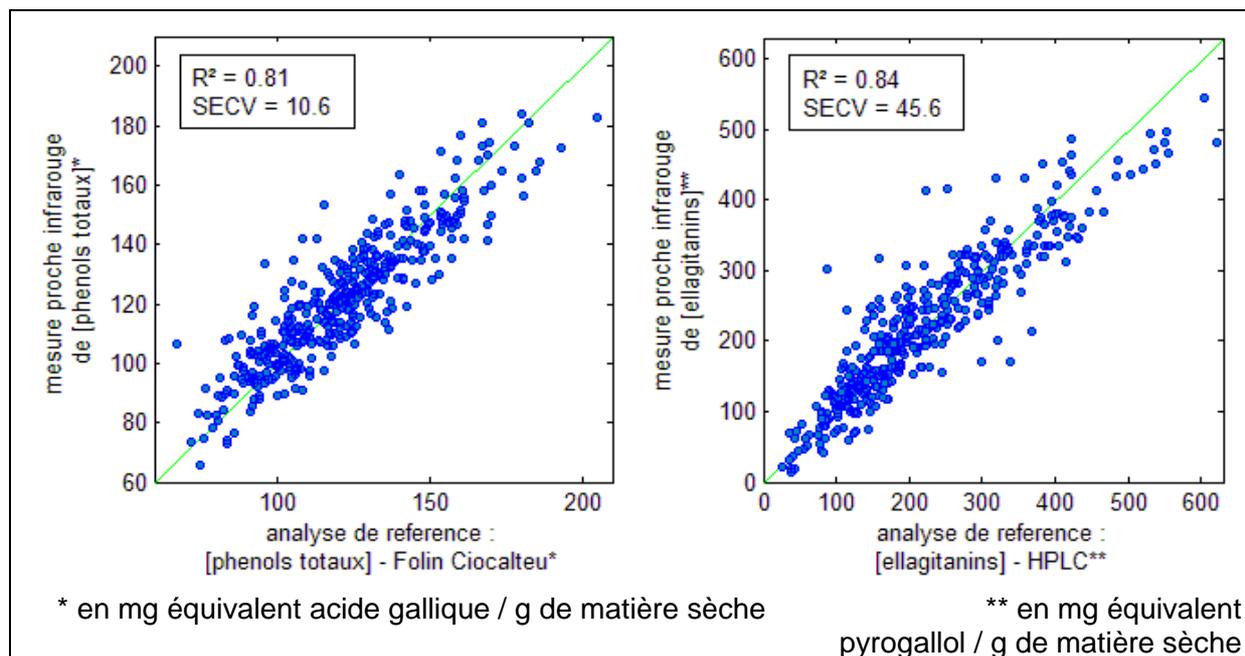


Figure 1 : Corrélation des analyses chimiques de laboratoire et de la mesure proche infrarouge (indice de Folin-Ciocalteu à gauche et Ellagitannins par HPLC à droite).

3/ Des douelles contrôlées à 100% pour une matière première maîtrisée

Ces résultats montrent que la spectrométrie proche infrarouge est un outil pertinent pour mesurer la teneur en tannins dans le bois massif de chêne français. Ils sont à la base du développement du système de contrôle **Oakscan™**.

Le système de contrôle **Oakscan™** est la première application capable de fournir une mesure de la quantité de tannins contenus dans le bois massif de chêne en quelques secondes. Ce procédé industriel a été conçu par la Tonnellerie Radoux et intégré dans son procédé de fabrication.

Des plans d'expériences menés jusque dans les chais et qualifiés à l'aveugle par analyses sensorielles sur vins (logiciel FIZZ) ont montré les avantages significatifs apportés par ce système de contrôle.

A partir de juin prochain, toutes les douelles entrant dans la composition des fûts Radoux seront scannées et tracées par un marquage code à barre.

Pour le moment, les niveaux tanniques de chaque douelle sont comptabilisés en informatique et conservés dans une base de données.

Ainsi, en complément des procédés traditionnels de sélection et de maturation des bois, **Radoux OakScan™** est un outil œnologique à part entière : il permet d'assurer une homogénéité optimale des merrains et une précision incomparable en fonction des objectifs recherchés par les vinificateurs.