



**TOGETHER**  
*for a sustainable future*

## OCCASION

This publication has been made available to the public on the occasion of the 50<sup>th</sup> anniversary of the United Nations Industrial Development Organisation.



**TOGETHER**  
*for a sustainable future*

## DISCLAIMER

This document has been produced without formal United Nations editing. The designations employed and the presentation of the material in this document do not imply the expression of any opinion whatsoever on the part of the Secretariat of the United Nations Industrial Development Organization (UNIDO) concerning the legal status of any country, territory, city or area or of its authorities, or concerning the delimitation of its frontiers or boundaries, or its economic system or degree of development. Designations such as “developed”, “industrialized” and “developing” are intended for statistical convenience and do not necessarily express a judgment about the stage reached by a particular country or area in the development process. Mention of firm names or commercial products does not constitute an endorsement by UNIDO.

## FAIR USE POLICY

Any part of this publication may be quoted and referenced for educational and research purposes without additional permission from UNIDO. However, those who make use of quoting and referencing this publication are requested to follow the Fair Use Policy of giving due credit to UNIDO.

## CONTACT

Please contact [publications@unido.org](mailto:publications@unido.org) for further information concerning UNIDO publications.

For more information about UNIDO, please visit us at [www.unido.org](http://www.unido.org)

We regret that some of the pages in the microfiche copy of this report may not be up to the proper legibility standards, even though the best possible copy was used for preparing the master fiche.

07450

Distr. RESTREINTE

UNIDO/IOD.81  
29 octobre 1976

ORGANISATION DES NATIONS UNIES  
POUR LE DEVELOPPEMENT INDUSTRIEL

---

Français

ASSISTANCE A L'INDUSTRIE DES BOISSONS ALCOOLIQUES

TS/BUL/73/005

BULGARIE

Rapport final

Etabli pour le gouvernement bulgare par  
l'Organisation des Nations Unies pour le développement industriel

D'après l'étude du Dr. Mirko Ferrarese, expert  
en production d'eau de vie

id. 76-5742

Notes explicatives

Les sigles suivants ont été utilisés dans le présent document :

VINPROM      Association économique d'Etat pour la production,  
l'exploitation et l'importation de vins, boissons  
alcooliques, etc.

pH            potentiel hydrogène

rH            potentiel d'oxydoréduction

Les appellations employées dans cette publication et la présentation des données qui y figurent n'impliquent de la part du Secrétariat de l'Organisation des Nations Unies aucune prise de position quant au tracé de leurs frontières ou limites.

La mention dans le texte de la raison sociale ou des produits d'une société n'implique aucune prise de position en leur faveur de la part de l'Organisation des Nations Unies pour le développement industriel (ONUDI).

RESUME

Ce rapport a trait à la production d'eau-de-vie de vin, un des domaines concernés par le projet de l'ONUDI "Assistance à l'industrie des boissons alcooliques" (TS/BUL/73/005).

La mission de l'expert a durée du 2 septembre 1976 au 29 septembre 1976. L'expert a étudié les problèmes techniques intéressant la production d'eau-de-vie de vin en Bulgarie et s'est efforcé de répondre aux questions qui lui ont été soumises à ce sujet par l'Association économique d'Etat pour la production, l'exploitation et l'importation de vins, boissons alcooliques, etc. (VINPROM).

Les nouvelles techniques actuellement adoptées par les principaux pays producteurs dans ce domaine ont fait l'objet d'échanges d'idées avec les techniciens bulgares.

Enfin, l'expert a souligné l'importance d'élaborer un plan d'étude plus complet sur les points les plus importants intéressant cette importante activité productrice.

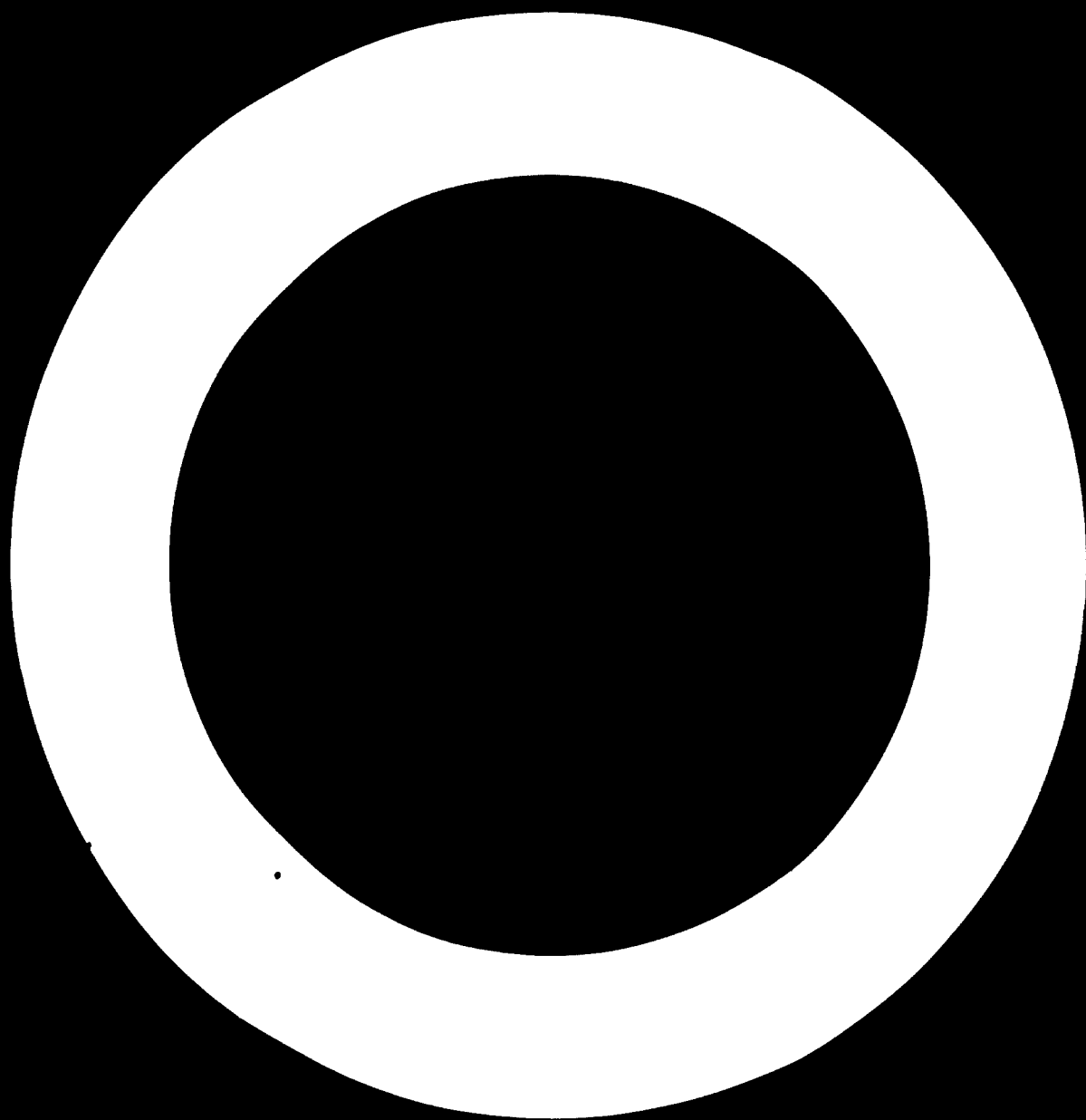


TABLE DES MATIERES

<u>Chapitres</u>	<u>Pages</u>
I. ETUDE DES PROBLEMES TECHNIQUES .....	6
A. Distillation .....	8
B. Conservation et vieillissement .....	16
C. Etudes et recherches .....	22
II. CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS .....	24
A. Conclusions .....	24
B. Recommandations .....	25

Tableaux

1. Données relatives au coefficient d'impureté. ....	20
2. Modification de l'acidité au cours du vieillissement .....	21

Figures

I. Graphique des coefficients d'impureté (K) .....	11
II. Rectification directe et indirecte.....	16

## I. ETUDE DES PROBLEMES TECHNIQUES

La première partie de ce rapport traite des questions soumises à l'expert par la VINPROM de Sofia.

Pour produire de l'eau-de-vie de vin, il n'est pas nécessaire de distiller des vins de grande qualité; des vins de qualité inférieure, les jeunes vins surtout, qui viennent de subir une fermentation lente et dont tout le sucre a été transformé en alcool, y suffisent. On traite donc, en général, des vins aigres, riches en acides fixes, de faible degré alcoolique, de propriétés organoleptiques médiocres. Il faut donner la préférence aux vins blancs, qui ont fermenté sans aucun contact avec les marcs, aux vins exempts des huiles essentielles que contiennent la peau des raisins et les pépins et qui sont dissoutes par l'alcool dû à la fermentation qui se produit dans le moût du raisin au contact des marcs. Lorsque la fermentation du moût du raisin blanc est terminée, le vin peut être distillé, mais le meilleur est celui qui a subi un ou plusieurs soutirages parce qu'il est plus limpide et libre de substances azotées susceptibles de se décomposer sous l'effet de la chaleur que produit la distillation.

L'arôme de l'eau-de-vie de vin est intimement lié au degré d'acidité du vin d'origine.

Les vins d'un degré alcoolique élevé, riches en tanin, qui ont peu d'acides fixes, donnent une eau-de-vie qui a peu de bouquet; les vins faibles et acidulés donnent une eau-de-vie plus fine et aromatique. Les vins dont le bouquet est caractéristiques, comme "Malvoisie", "Muscat", "Pinot", etc., donnent au distillat le caractère qui lui est particulier, son arôme, sa fragrance, son goût.

La composition des vins est la même pour toutes les variétés; ce sont les proportions qui changent et déterminent les différents types de vins.

Les constituants du vin sont : l'alcool, la glycérine, les sucres, les matières colorantes, les substances albuminoïdes et tanniques, les sels inorganiques (phosphate, sulfate, chlorure de potassium, sodium, magnésium, calcium, aluminium), les acides organiques non volatils (acides tartrique, malique, lactique, succinique, en partie libres, en partie combinés à l'état de sels), les vins doivent leur parfum et leur arôme particulier, comme l'éther oenanthique qui produit en partie le bouquet caractéristique de chaque type de vin, enfin des gaz, comme le gaz carbonique et l'air. Les données analytiques suivantes fournissent une indication sur la composition des vins :



	<u>En %</u>	<u>En °/100</u>
Alcool	9,7-10,5	
Glycérine		66-76
Sucres réducteurs	1,2- 1,6	
pH		3,03-3,2
Acidité libre		91-120
PO <sub>4</sub>		1,8-2,1
SO <sub>2</sub> libre		
SO <sub>2</sub> combiné		
Alcalinité (cendres)		17,8-25
Total des cations (K,Na,Ca,Mg,Mn,Fe,etc.)		112-130
Acides volatils		0,47-0,8
Acide tartrique		33-46
Acide malique		1,8
Acide citrique		0,8-1,6
Acide lactique		40-54
Acide succinique		10,7-14,2
Ethers acides		2-2,4
Total des anions (phosphorique, sulfurique) chlorhydrique, silicique, carbonique, etc.)		120-145

Quant à l'alcool méthylique, il existe toujours dans les vins, en doses très variables allant de 50 à 150 mg/l. Il provient de l'hydrolyse des groupes méthoxyliques des pectines au cours de la fermentation. Les vins qui ont fermenté au contact des marcs en contiennent plus que ceux qui proviennent de la vinification en blanc. Il a été vérifié que le degré de maturation du raisin est en rapport avec la présence d'une plus grande quantité de substances pectiques.

L'italien Cerruti a démontré que l'alcool méthylique se trouve uniquement dans les substances pectiques et il a souligné que la quantité plus ou moins grande de ces substances dépend de la maturation du raisin et de la méthode de vinification.

Un autre italien, Pirani, assure que dans les distillats du vin l'alcool méthylique est contenu en faible proportion, ne dépassant jamais 0,35 % de l'alcool anhydre, tandis que dans les distillats du marc il peut atteindre 4 %.

Tout ceci prouve que la fermentation du moût en blanc doit être régulière et continue jusqu'à ce que le sucre soit complètement épuisé, que le raisin destiné à la production du distillat pour l'eau-de-vie ne doit pas être parfaitement mûr et qu'il faut surtout éviter d'ajouter de l'anhydride sulfureux, qu'il faut donc employer du raisin sain, ni altéré ni attaqué par l'oïdium, les péronosporales, le ver-coquin, etc. La température de fermentation ne doit pas non plus dépasser 27 ou 28°C. Toutes les personnes employées à la cave savent ce qu'il faut faire pour conserver ce degré de température. Il est donc inutile d'en parler.

La vinification se fait en blanc ou sans le contact des marcs, si possible dans de petits tonneaux de 2,5 hectolitres.

La Bulgarie a du raisin capable de donner d'excellentes eaux-de-vie. Certaines installations doivent être améliorées ou modernisées - surtout en ce qui concerne l'action mécanique sur le raisin (fouloirs et pressoirs).

## A. Distillation

### 1. Systèmes de distillation

La méthode française classique pour obtenir des distillats de qualité est le système de distillation discontinue (appareil de la "Charente"). La caractéristique de ces appareils est de permettre d'obtenir, grâce à une distillation lente, un fractionnement soigné du liquide en ébullition et l'extraction d'un arôme caractéristique, signe de qualité des eaux-de-vie raffinées. Le fractionnement soigné et lent des éthers (têtes) et des huiles des flegmes (queues) permet de distiller et de recueillir sélectivement, au début et à la fin de chaque opération, les produits des têtes et des queues et d'obtenir le maximum de finesse et de délicatesse du goût.

Les appareils de distillation continue, par contre, ne permettent pas une distillation lente; l'opération est trop rapide pour que l'on puisse généralement obtenir des distillats d'une assez grande finesse pour en faire des eaux-de-vie de qualité. L'expert peut pourtant confirmer que les appareils de distillation continue ne se prêtent pas toujours à la distillation de l'eau-de-vie.

Un des facteurs les plus importants pour obtenir de bons distillats pour faire de l'eau-de-vie est de fractionner rationnellement la matière première que l'on distille. Au début de la distillation, une odeur désagréable, qu'il faut absolument éliminer, émane de certains éthers. Ce sont les têtes qui donnent ledit mauvais goût. Successivement, on distille les produits de bon goût, obtenus par la fermentation du coeur, qui sont recueillis à part; vers la fin de l'opération, quand le degré alcoolique baisse et la température s'élève, tout en activant la distillation pour obtenir les dernières fractions d'alcool, on distille les produits des queues qui contiennent les huiles des flegmes (alcools amyliques) et qui doivent être, eux aussi, séparés et recueillis à part.

C'est surtout dans cette séparation soignée, méthodique, patiente des produits de bon et de mauvais goût qu'interviennent l'art et l'intelligence du bon distillateur, dont la compétence peut remédier aux défaillances des appareils et du système de distillation et permet d'obtenir, à partir d'une matière première de bonne qualité, un distillat de goût et de parfum recherchés.

Le secret d'un bon distillat réside dans les facteurs suivants :

- a) La qualité du vin;
- b) Le système de distillation et la manière dont elle est menée;
- c) La période et le système de conservation et de vieillissement, auxquels sont liés les facteurs de temps, ambiance, qualité du bois, habileté de l'artisan qui fait les coupages et les mélanges qui garantissent la perfection du produit final.

Il convient d'insister sur l'importance des coupages et des mélanges; en effet, les eaux-de-vie goûtées à Pomorie (étiquette II ONOP e 30, de 41°) montrent une défaillance entre alcool et acide qui se révèle à la fin de la dégustation ou dans l'arrière-goût. Ce sont ces particularités organoleptiques qui donnent la mesure de la finesse et de la qualité de l'eau-de-vie.

Si la technologie surtout est très importante, souvent, pourtant, elle ne suffit pas. Il est nécessaire d'intervenir dans le procédé - dans le dosage, par exemple - et de la pratique, de la sensibilité et de l'intelligence de l'opérateur dépend le succès de ces interventions.

Pour la production de l'eau-de-vie de vin, la distillation doit se faire lentement afin d'obtenir un produit très parfumé; il ne faut pas oublier que le parfum se développe surtout pendant l'ébullition lente et prolongée du vin dans la chaudière.

Les appareils de distillation discontinue que l'on peut utiliser sont nombreux. Le plus connu est l'appareil de Giannazza-Egrôt caractérisé par la fermeture de la chaudière - dont le couvercle, d'un diamètre inférieur à celui du fond, permet à l'excès d'eau contenu dans les vapeurs hydroalcooliques de disparaître ("dephlagmation") - ; par la petite colonne qui filtre et épure les vapeurs et par le "dephlagmator"(condenseur à sphère).

Les appareils de la Charente et de Mussi-Barbet offrent toutes les garanties nécessaires pour obtenir un excellent distillat de cognac.

Les appareils à distillation continue sont utilisés pour la production des eaux-de-vie en grande quantité.

L'appareil de Mussi-Barbet se compose d'une colonne de distillation à plateaux, dont la partie supérieure est terminée par une petite colonne supplémentaire qui a pour but d'augmenter la concentration des produits de tête, de telle sorte qu'ils peuvent être extraits à un degré qui permet de les commercialiser directement; il comprend aussi une petite colonne de concentration appelée "colonne du cognac" à peu de plateaux; deux condenseurs de reflux; un réfrigérant pour le distillat et un système de refroidissement à serpentin pour le produit de corps ou "coeur" et un autre pour les produits de tête. Cet appareil permet de séparer les produits de tête pendant que certains produits de queue passent dans le coeur et donnent au distillat sa valeur particulière.

D'autres appareils de distillation continue pour eaux-de-vie, tels que ceux de Giannazza et Frilli comptent aujourd'hui parmi les meilleurs.

Tous ces appareils, qu'ils soient de distillation continue ou discontinue, donnent de bons résultats. Les appareils de distillation continue sont plus économiques.

## 2. Elimination des impuretés

Contrairement à ce que l'on croit, ce ne sont pas les impuretés les plus volatiles qui sont éliminées les premières et les moins volatiles ensuite - les impuretés les plus volatiles laissent toujours des traces.

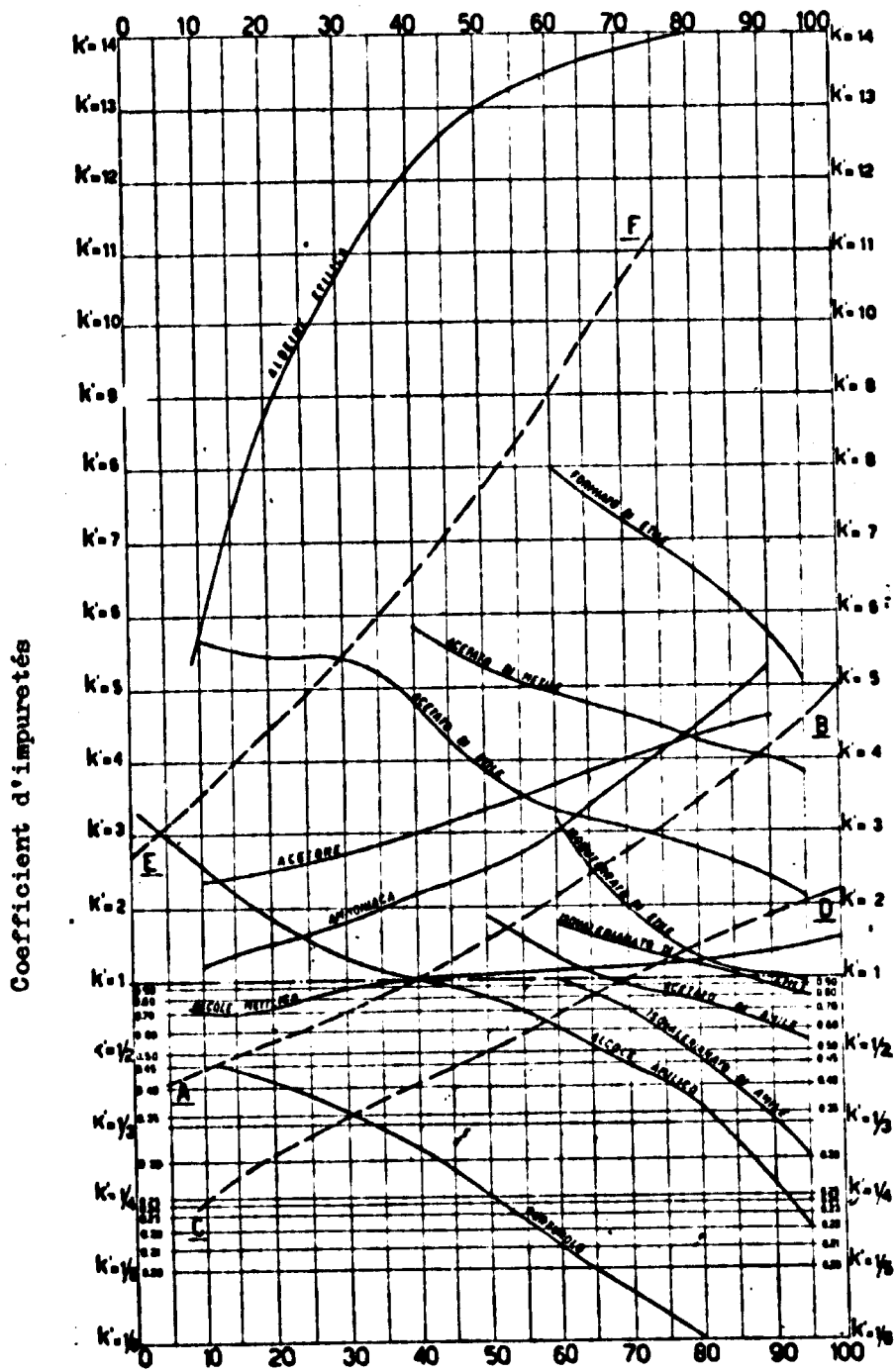


Figure I. Graphique des coefficients d'impureté (K)

En effet, les produits de tête, plus volatils, de l'alcool éthylique, sont surtout constitués par des éthers, des aldéhydes, gaz dont le coefficient d'impuretés est plus grand que l'unité ( $K > 1$ ). Les produits des alcools supérieurs, moins volatils, sont constitués de furfurol et d'alcools (amylique, butylique, propylique) dont le coefficient d'impuretés est inférieur à l'unité ( $K < 1$ ). Le produit de bon goût contient donc toujours des impuretés.

Il faut rappeler, en outre, que les impuretés sont très solubles dans l'alcool éthylique et peu solubles dans l'eau; comme elles se séparent très difficilement à haut degré, il est indispensable de les diluer avant de commencer l'opération. Comme beaucoup de réactions chimiques dues à la décomposition des substances présentes se produisent pendant l'opération, il est difficile de les reconnaître avec une précision mathématique.

Les conseils que l'on pourrait donner sont très nombreux. La pratique, cependant, leur est préférable. Disons seulement que les impuretés du type alcool amylique, éthers, du type isovalérien d'isoamyle, acétate d'isoamyle sont facilement éliminables quand le coefficient est égal à l'unité ( $K = 1$ ), tandis que les isobutyrate d'éthyle et isovalerianates d'éthyle sont relativement plus difficiles à enlever.

### 3. Correction des eaux-de-vie

Pour donner à l'eau-de-vie de la douceur et du velouté, c'est-à-dire pour adoucir le goût brûlant des eaux-de-vie goutées à Pomorie, il est conseillé d'ajouter du sirop de raisin ou de la saccharose. Dans les deux cas, on prépare un sirop d'une densité de 35 à 37° Baumé avec 1 700 g de saccharose par litre d'eau. La proportion de sirop est de 1,2 à 1,5 litre par hectolitre d'eau-de-vie à 48-50°. On doit calculer que cet ajout réduit le titre de 1 à 1,5 degré. Certains ajoutent des substances aromatiques à base de feuilles de thé, fleurs de tilleul, racine de réglisse, racine d'iris, vanille, etc. Avec ces substances on prépare des infusions d'alcool dont on utilise après les quantités nécessaires.

Les corrections donnent de meilleurs résultats si elles sont suivies d'une période de vieillissement ou bien d'une pasteurisation - que les Français appellent "tranchage".

### 4. Colonnes de distillation

Les colonnes de distillation se distinguent par l'usage auquel elles sont destinées. Certaines servent à obtenir des produits de bas degré, les autres des produits de haut degré. Les premières fournissent un produit final dont

la richesse en alcool correspond exactement à celle du liquide soumis à distillation. Pour les autres, le degré alcoolique des vapeurs ne correspond pas à celui du liquide générateur.

Dans les colonnes destinées à obtenir des produits de bas degré, l'action est réduite car la plus petite variation de la richesse du vin modifierait le processus et, de plus, le vin froid pourrait provoquer une abondante condensation et nuire au travail de la colonne et les frais dus à la consommation de vapeur seraient élevés. En conséquence, dans tous ces appareils, le vin est réchauffé avant son entrée dans la colonne sur un "réchaud de vin" (à chauffage direct ou indirect).

Les colonnes destinées à obtenir des produits de haut degré se différencient des précédentes, en ce qu'elles reçoivent le liquide de reflux qui est amené au sommet de la colonne de concentration. Le nombre de plateaux de cette colonne change avec le degré qu'on veut obtenir et avec leur rendement. Pour obtenir un produit de haut degré, on devra augmenter le reflux. Pour qu'une colonne de distillation puisse fonctionner régulièrement, il faut que l'alimentation en vin et la vapeur soit proportionnels; il faut donc régler la pression dans la colonne en agissant sur la vapeur du produit réchauffé. La vapeur, pour vaincre la pression de toutes les couches liquides qui se trouvent sur les plateaux de la colonne, doit se trouver à une pression au moins égale à la pression à l'intérieur de la colonne même. Cette pression, naturellement, augmente ou diminue selon qu'augmentent ou diminuent la quantité et la température de la vapeur; et plus la quantité de vapeur est grande, plus l'alcool est dilué.

Les détails concernant ces opérations ne sont pas inutiles. Ils montrent qu'il est indispensable d'opérer avec beaucoup de soins si l'on veut obtenir un produit de bonne qualité. Il est à remarquer que si la "dephlagnation" et la rectification des distillats alcooliques sont des opérations très semblables, elle donnent cependant des résultats différents quant à la pureté et à la concentration du liquide alcoolique qui en résulte. Dans le cas des eaux-de-vie, il ne s'agit pas vraiment d'une rectification, puisque le processus consiste à éliminer presque tous les produits de tête, ne laissant que les produits de queue, qui donnent au produit final son goût spécial et son parfum caractéristique.

Les appareils à distillation discontinue sont utilisés seulement dans les distilleries où l'accent est mis non sur le volume de la production mais sur la valeur des produits fractionnés. Le fonctionnement est le suivant : la chaudière remplie, on fait arriver la vapeur dans le serpentín de réchauffage; quand les flegmes commencent à bouillir, on atténue le réchauffage et on ouvre la soupape d'admission de l'eau au réfrigérateur et au condenseur de façon à condenser les vapeurs qui peu à peu arrivent au condenseur même. Cette condensation des vapeurs provoque un abondant reflux dans la colonne où arrivent constamment de nouvelles vapeurs hydroalcooliques, ce qui donne lieu à la formation de vapeurs plus riches, qui, à leur tour, sont liquéfiées dans le condenseur et refluxées. Les plateaux se chargent ainsi de liquide de plus en plus concentré en procédant de bas en haut. Quand l'appareil a atteint l'équilibre fixé, c'est-à-dire lorsqu'il est "à régime", il est facile de voir que tous les plateaux supérieurs de la colonne rectifiante sont chargés de liquide dont le degré alcoolique est presque le même et correspond à ce qu'on pourra vérifier dans l'éprouvette de reflux. Ce liquide constitue un véritable organe de régulation qui permet de maintenir longtemps la constance du titre sur les plateaux supérieurs et, par suite, la constance du degré alcoolique du produit durant plusieurs heures de rectification. Cet équilibre une fois atteint, on diminue légèrement le courant d'eau réfrigérant, ce qui a pour effet que le condenseur se réchauffe, le reflux baisse et qu'une partie des vapeurs passe du condenseur au réfrigérant. Il est alors nécessaire de régler l'émission de l'eau de refroidissement pour maintenir le reflux dans les limites les plus convenables. Les premières vapeurs qui passent du condenseur au réfrigérant sont très impures; ce sont en effet les impuretés les plus volatiles qui passent plus ou moins rapidement avec les premières vapeurs de la chaudière et arrivent au sommet de la colonne et de là dans le condenseur puis dans un réservoir spécial; ce sont elles qui donnent ce mauvais goût de têtes riches en éthers et en aldéhydes. On recueille ensuite des liquides moins impurs, qui passent également dans des réservoirs spéciaux. Ces opérations durent environ sept heures. Puis, les produits de tête disparaissent et on recueille les produits qui donnent le bon goût. Ces opérations - là durent environ 24 heures et se terminent quand la température de la vapeur qui sort de la chaudière commence à baisser de même que le degré alcoolique du liquide qui arrive dans l'éprouvette de reflux.



Après cela, l'alcool s'altère de nouveau par l'arrivée des alcools supérieurs et on obtient les produits de queue dont le goût est mauvais et l'aspect lacté, dû aux petites gouttes d'alcool amylique en suspension. Cette phase dure environ deux heures.

La consommation totale de vapeur est environ de 400 kg pour 100 litres d'alcool anhydre, consommation élevée à laquelle s'ajoute encore des pertes allant jusqu'à 5 % dues à des dissociations, des destructions d'alcool. Ceci fait que l'on préfère à l'heure actuelle les appareils de distillation continue qui permettent d'économiser 5 % de vapeur, de supprimer les pertes dues aux réviseurs, d'améliorer la qualité du goût, de contrôler facilement le produit rectifié, et dont l'emploi est simple.

#### 5. Rectification

Elle peut se faire de trois manières : indirecte, directe et semi-directe. Dans le procédé de rectification indirecte, le vin est d'abord distillé et les flegmes alcooliques obtenues à l'état liquide vont alimenter un système de rectification continue. Dans le procédé de rectification directe, le vin est soumis à un fractionnement par distillation et les vapeurs alcooliques produites dans la colonne de distillation sont injectées directement dans la rectificatrice. La rectification indirecte fournit un produit de meilleure qualité. La rectification directe donne un alcool moins bon mais elle est plus économique et consomme moins de vapeur. Les appareils semi-directs sont combinés de telle manière que la rectification est à la fois directe et indirecte; ce qui permet d'obtenir un produit de très bonne qualité dans des conditions avantageuses du point de vue du rendement et de la consommation de vapeur. La distillatrice A dirige, en effet, un courant de vapeurs alcooliques sur l'épuratrice de flegmes B. A la base de cette épuratrice, les flegmes liquides se déchargent dans la rectificatrice C. Les vapeurs de la colonne distillatrice A - à l'exception de ceux qui sont dans l'épuratrice B - passent dans la rectificatrice C. La consommation de vapeur dans ce système combiné de rectification est à peu près proportionnelle aux deux procédés utilisés (les trois quarts pour la rectification directe, le quart pour la rectification indirecte) tandis que la consommation d'eau est de 13 à 20 fois supérieure au volume d'alcool produit. Il existe encore d'autres procédés qui permettent d'obtenir des produits de plus en plus parfaits.

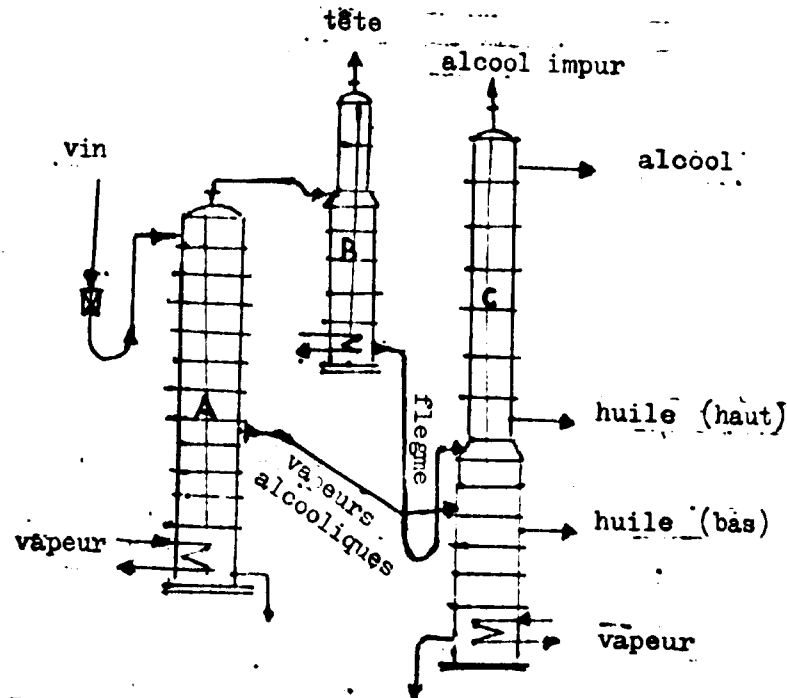


Figure II. Rectification directe et indirecte

### B. Conservation et vieillissement

Les tonneaux utilisés pour la conservation et le vieillissement du cognac sont en chêne (chêne rouvre ou pédonculé); ils doivent être épais et construits avec le plus grand soin. Si l'eau-de-vie doit être conservée longtemps, il est nécessaire de la porter à un degré alcoolique élevé, mais qui ne dépasse pas 70°. De 500 litres d'eau-de-vie mis dans un tonneau à 70° il ne reste, après 25 ans de vieillissement, que 350 litres à 50°. Donc, avec le vieillissement, l'eau-de-vie perd en titre et en volume mais elle gagne beaucoup en qualité. Le vieillissement de l'eau-de-vie en bouteille est insuffisant et n'a pas de valeur.

Quant aux récipients, la capacité choisie va de 3 à 6 hl. Les plus petits permettent un vieillissement plus rapide et une qualité plus raffinée; les plus grands assurent un vieillissement plus lent. Le bois du chêne rouvre (Quercus sessiflora) est la variété de bois de chêne (Quercus robur) que l'on préfère, car elle est la meilleure. La qualité du chêne de Slavonie (Quercus pedunculata), dont le bois est compact, est moins estimée. Les bois des chênes de Bosnie et de Lübeck ont les propriétés colorantes les plus intenses. En France, dans les départements de la Charente, on utilise exclusivement le chêne rouvre d'Angoulême.

Les substances contenues dans le bois de chêne et qui donnent à l'eau-de-vie sa couleur dorée sont: la quercitrine ( $C_{21}H_{22} + 2H_2O$ ) - glucoside contenu en particulier dans l'écorce du Quercus tinctoria et qui, avec les acides, se décompose en rhamnose et quercétine -, la quercétine ( $C_{15}H_{10}O_7$ ) - substance colorée contenue dans l'écorce du chêne qui, avec le tanin, colore en orange foncé -, le tanin ou acide tannique ( $C_{14}H_{10}O_9$ ), qui ne doit pas être en quantité excessive, contenu dans le bois et dans l'écorce de chêne. Le contact du bois avec l'eau-de-vie fait que ces substances se libèrent et c'est ce qui donne à l'eau-de-vie de vin sa couleur et, en partie, son parfum. Le tanin donne un goût amer, astringent et, pour cette raison, doit être éliminé, du moins en partie, des fûts neufs; la quercitrine donne un parfum agréable; la quercétine et l'acide gallique donnent la couleur; les autres substances contribuent à donner un goût et un parfum caractéristiques. La dissolution de ces substances dans l'alcool dépend de la température et la largeur de la superficie de contact; les petits fûts font donc dissoudre de plus grandes quantités de ces substances que les grands fûts. On peut, pour accélérer la dissolution, ajouter des copeaux du même bois. Il est certain que tous les bois ne se prêtent pas à cet usage de la même manière : ceux qui sont tendres, avec des fibres presque vides et de très grandes cellules, laissent les substances se dissoudre très tôt et facilitent l'évaporation; les bois durs contiennent davantage de ces substances, mais il faut écarter ceux qui ont du tanin et des substances amères et leur préférer ceux qui sont riches en quercétine et quercitrine. Le bois doit être sain, sans noeuds et les fûts doivent être construits, si possible, avec du bois fendu et non scié et toujours avec du bois bien sec. Avant leur utilisation, les fûts doivent être lavés à la vapeur ou avec de l'eau bouillante et du chlorure de sodium. Ils ne doivent pas être remplis totalement et il ne faut pas y faire des ouillages, même avec une eau-de-vie de la même qualité et de la même année. Pendant la première année, la perte en volume est de 2 % environ; le titre perd de 2 à 4 degrés.

Les distillats de vin se transforment en eau-de-vie pendant une période plus ou moins longue de vieillissement. On ne peut pas fixer une période minimum; un vieillissement de 4 à 5 ans réalisé dans des conditions de température favorables peut être suffisant pour obtenir une bonne eau-de-vie. Les soins nécessaires à la conservation sont simples : il suffit d'éviter que trop d'humidité ne s'accumule dans les locaux; il faut donc utiliser des locaux suffisamment aérés et pas trop frais.

Les phénomènes qui se produisent pendant le vieillissement sont très divers; d'ordre physique et chimique, ils sont dus principalement à la température ambiante, à l'oxygène de l'air et au bois des fûts. Outre la dissolution des substances contenues dans le bois (tanin, acide gallique, quercétine et quercitrine), il se produit des réactions chimiques entre les constituants des eaux-de-vie et l'air qui pénètre dans les fûts par le bouchon et les pores du bois. Il se produit ainsi une oxydation de l'alcool éthylique et des alcools supérieurs et des aldéhydes avec des formations d'acides qui, réagissant avec les alcools, donnent des éthers très parfumés. Les plus importants phénomènes du vieillissement des eaux-de-vie de vin sont les oxydations et par conséquent les réactions entre alcools et acides qui se passent dans l'épaisseur des fûts; l'alcool y pénètre de l'intérieur et l'air de l'extérieur; l'alcool éthylique étant plus volatil, une plus grande concentration des alcools lourds est nécessaire à la formation d'une quantité plus grande d'acides lourds et des éthers parfumés correspondants. Ceci est la preuve que pour produire une excellente eau-de-vie il ne suffit pas de diluer de l'alcool éthylique pur, mais que la présence de petites quantités, au moins, d'alcools supérieurs est nécessaire.

Pour être commercialisée, l'eau-de-vie doit être coupée, filtrée, diluée et quelquefois adoucie, en plus d'être soumise au cours de l'élaboration à d'autres corrections qui restent le secret du producteur.

Pour le coupage, il faut faire appel à des spécialistes, les dégustateurs, qui sont familiers avec les vins de l'établissement et leur caractère. Le mélange obtenu par coupage est soigneusement filtré, remis dans les fûts, de nouveau soumis à un vieillissement, transvasé et additionné d'eau distillée jusqu'à 48° environ. La dilution se fait dans les cuves de coupage. Après l'addition d'eau, le mélange est assuré par des agitateurs rapides et filtré. Si, après ces opérations, l'eau-de-vie semble trop pauvre en substances extractives ou en couleur, on peut y remédier en ajoutant un peu de sirop ou de caramel. Le sirop peut être composé de deux parties d'eau et d'une partie de

sucre raffiné : la quantité de sucre ne doit pas en tous cas dépasser 0,5 %. Si l'eau-de-vie est trouble ou manque de délicatesse à cause de la trop grande quantité de tanin qu'elle contient, on procède à une clarification à l'aide de colle de poisson ou de gélatine. Cinq grammes de gélatine suffisent pour un hectolitre d'eau-de-vie. On peut dire, en gros, que la quantité d'extrait sec dans les eaux de vie déjà vieilles varie entre 0,5 et 3 ou 4 grammes par litre. La quantité d'acides, d'aldéhydes et d'éthers augmente de façon remarquable au cours du vieillissement.

L'alcool éthylique se transforme d'abord par oxydation lente en aldéhyde acétique, puis en acide acétique. La combinaison entre acide et alcool éthylique ou supérieur est favorisée par une température plutôt élevée.

Pendant le vieillissement, le coefficient d'impuretés augmente et peut atteindre 500 à 600 mg/100 cm<sup>3</sup> d'alcool anhydre. Dans les eaux-de-vie, le rapport entre alcools supérieurs et éthyliques varie généralement de 1 à 2 et dépasse rarement 3. Le rapport entre acides et aldéhydes - que l'on appelle aussi coefficient d'oxydation - augmente avec le vieillissement et peut être considéré comme une donnée très utile pour juger de la valeur du distillat.

Dans le tableau 1 sont indiquées des données relatives au coefficient total des impuretés de cinq types de cognac comparé à celui des eaux-de-vie bulgares.

Comme on l'a dit précédemment, pour obtenir de bons distillats, il convient d'utiliser des vins sains, provenant de raisins vinifiés en l'absence - ou avec des doses modérées d'anhydride sulfureux, dont l'action défavorable se manifeste de plusieurs manières : en se liant aux aldéhydes, qui empêchent l'acétalysation; en s'opposant au processus d'oxydation (anti-oxygène); en se transformant en acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

Il y aurait beaucoup à dire sur l'acidité des distillats : les eaux-de-vie jeunes se distinguent des eaux-de-vie vieilles par leur forme d'acidité (totale, volatile ou fixe); par exemple, les valeurs basses d'acidité totale caractérisent les produits d'imitation, c'est-à-dire les produits artificiels obtenus par un coupage d'alcool pur de petites quantités de distillats de produits très jeunes; des valeurs basses d'acidité volatile caractérisent les produits jeunes tandis que des valeurs hautes de produits jeunes correspondent à des distillats obtenus à partir de vins plus ou moins acéteux.

Tableau 1. Données relatives au coefficient d'impureté

Composition des eaux-de-vie vieilles										
Qualité	Alcool en volume %	Extraits °/°°	Impuretés volatiles (en mg/l d'alcool anhydre)				Alcools Supérieurs	Coefficient total d'impuretés		
			Acides	Ethers	Aldéhydes	Furfurol				
"Cognac" 1	51,5	12,36	149	133	25,5	1,6	166	475,5		
"Cognac" 2	45	10,0	234,6	74	44,7	1,9	347,7	703,2		
"Cognac" 3	46,9	10,2	30	117	20	1,8	251	419,8		
"Cognac" 4	43,8	18,56	57,2	105,6	20	2,5	162	347,8		
"Cognac" 5	46,8	6,68	96,1	110,9	23,7	2,5	152	385,8		

Composition d'eau de vie de distillation récente										
"Eau-de-vie" 1	68,7	-	26	171	11	Traces	222	430		
"Eau-de-vie" 2	68,6	-	27	41	2	0,4	400	470		
"Eau-de-vie" 3	65,8	-	5	215	8	-	225	453		
"Eau-de-vie" 4	67	-	22,2	47	3	1,15	251	324		
"Eau-de-vie" 5	66,9	-	21	129	13	1,4	285	489		

Quant au pH, sa valeur normale est de l'ordre de 4 ( $\pm 0,5$ ) pour les eaux-de-vie vieilles, de l'ordre de 3 (présence d'acide sulfurique) pour les produits jeunes.

Il est donc utile de mesurer l'acidité d'une eau-de-vie pour avoir des renseignements approximatifs sur son origine. Seule est valable la mesure de l'acidité volatile car l'acidité fixe peut être augmentée en ajoutant du tanin.

Il faut noter qu'une eau-de-vie qui provient d'un vin acéteux et normalement distillé est très riche en acide acétique sans que cela constitue un vieillissement de qualité.

L'augmentation de l'acidité est très rapide pendant les deux premières années, lente pendant la troisième, très, très lente après la dixième.

Tableau 2. Modification de l'acidité au cours du vieillissement

Nbre d'années	Acidité totale	Acidité volatile	Acidité fixe
		(g/l)	
	0,036-0,145	0,027-0,118	0,005-0,028
1-3	0,091-0,336	0,079-0,260	0,014-0,075
5-11	0,129-0,401	0,084-0,289	0,022-0,145
16-21	0,281-0,568	0,190-0,416	0,071-0,232
23-39	0,443-1,250	0,325-0,693	0,118-0,507

Le vieillissement artificiel peut être accéléré de plusieurs façons. La plupart des procédés reposent sur l'action de l'oxygène et de la chaleur sur le distillat. Un distillat mûri rapidement, réchauffé à une température de 60 à 70°C et agité de manière à ce que l'air et le liquide soient mélangés le plus efficacement possible, acquiert rapidement les caractères d'un produit vieilli. On complète ce traitement en refroidissant le produit à -5 ou -6°C. D'autres procédés reposent sur la variation du pH dans le distillat obtenu par traitement avec des acides, en particulier avec l'acide carbonique sous pression. En France, on accélère le vieillissement avec la pasteurisation et le refroidissement, avec des oxydations accélérées, avec de l'oxygène comprimé et plusieurs systèmes d'ozonisation, et on améliore le goût du cognac avec le sucrage, sa couleur avec le caramel, la décoloration se faisant avec de la colle de poisson et avec du charbon.

a) Réchauffage. L'oxydation des eaux-de-vie de vin et, plus encore, l'éthérification sont favorisées par la chaleur; pourtant, le réchauffage continu pendant un certain temps accélère le vieillissement. Aussitôt que le distillat a atteint la température désirée, il faut le refroidir dans un local fermé, à l'abri de l'air; sinon, il vieillit trop rapidement et perd éther et alcool. Les appareils qu'on emploie sont les appareils habituellement utilisés pour la pasteurisation des vins.

b) Refroidissement. Le Pictet a démontré qu'en refroidissant les eaux-de-vie à  $-12$ ,  $-13^{\circ}\text{C}$  il se produit une précipitation de plusieurs substances qui sont chimiquement identiques à celles qu'on trouve dans les fûts de vieillissement des eaux-de-vie. Les eaux-de-vie ainsi traitées acquièrent aussi une couleur jaune plus ou moins foncée, semblable à celle du cognac; cela prouve qu'une partie de la couleur du cognac est due à des composés qui se forment en lui-même et pas seulement aux substances extraites du bois.

c) Oxygénation. W. Saint-Martin a étudié un appareil dans lequel l'oxygène est introduit sous une forte pression dans des récipients contenant de l'eau-de-vie qui y arrive pulvérisée pour augmenter la superficie de contact. L'eau-de-vie ainsi oxygénée est recueillie dans un fût de bois. A condition de ne pas provoquer la formation d'éthers, on peut procéder en réchauffant l'eau-de-vie dans les fûts mêmes. Cette méthode, basée sur l'action de l'oxygène, ne provoque qu'une des phases du vieillissement, l'oxydation, mais n'a pas d'influence sur l'éthérification, qui dépend en grande partie de la température.

d) Procédé de Pozzi-Escot. Pozzi-Escot a conseillé un procédé qui agit sur les deux phases : oxydation et étherification. Le processus est le suivant : le liquide alcoolique maintenu à la température convenable passe à travers des substances catalytiques oxydantes, où se produit la première phase (oxydation). Puis, le liquide ainsi oxydé arrive dans un appareil spécial et, passant à travers un serpentin qui le refroidit, est recueilli dans un tierçon.

### C. Etudes et recherches

Il serait très utile que l'ONUDI collabore avec VINPROM pour élaborer un programme d'études et de recherches scientifiques dans le secteur de l'oenologie et de la distillation sur certains sujets qui présentent un intérêt particulier. La liste des principales études et recherches qui devraient être



faites afin de mettre à la disposition des techniciens des lignes de conduite pour obtenir les meilleurs résultats possibles, tant du point de vue de la qualité que de l'économie, est donnée à la suite, à titre informatif :

- a) Calcul des acides organiques combinés avec les cations du vin et leurs états de combination;
- b) Substances constituantes de l'acidité du vin pouvant être ionisées;
- c) Recherches sur le potentiel d'oxydoréduction (rH)
- d) Recherches sur l'aldéhyde éthylique et acétique ( $\text{CH}_3\text{CHO}$ )
- e) Valeur du butyléneglycol ( $\text{CH}_3\text{-CHOH-CHOH-CH}_3$ )
- f) Etudes sur la glycérine ( $\text{CH}_2\text{OH - CHOH - CH}_2\text{OH}$ )
- g) Recherches sur les substances tanniques présentant les caractères des éthers divisibles par hydrolyse et qui ne sont pas vraiment des éthers.

Etant donné le développement extraordinaire de la technique et la diffusion croissante de la technologie, étant donné les installations et machines nouvelles, l'analyse, la recherche deviennent de jour en jour plus importantes et, partant, il est nécessaire de disposer de laboratoires bien équipés pour pouvoir répondre à toutes les exigences d'ordre pratique et technico-scientifique du secteur.

Il faut aussi mentionner les cellules photo-électriques, spectrophotomètres, réfractomètres, etc., grâce auxquels les méthodes d'analyse modernes sont plus sûres et qui pourraient faciliter le travail de recherche.

## CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

### A. Conclusions

Beaucoup de questions qui auraient dû être approfondies n'ont malheureusement pas pu l'être, faute de temps. La Bulgarie dispose d'excellente matière première pour faire de bonnes eaux-de-vie. La culture de la vigne y est techniquement parfaite et le système de Guyot, simple et double, qui y est en usage est le plus indiqué. Les rangées de ceps sont à une distance allant de 1,5 à 3 m et les ceps éloignés de 1,25 à 3 m les uns des autres. On a pu observer qu'on laissait souvent deux têtes à fruits de 12 à 13 bourgeons chacune et 3 ou 4 éperons. La technique vinicole est bien au point. Les vins goûtés, tant les blancs que les rouges, étaient bons, parfaitement limpides et sans défauts. Il serait possible, disposant de matière première de cette qualité, d'obtenir des vins avec beaucoup plus de bouquet en employant une autre méthode de vinification. Quant au type d'eau-de-vie de vin de Pomorie, les huit types goûtés (années 1956, 1966, 1970, 1971, 1972, 1973, 1974, 1975) étaient tous bons, mais auraient intérêt à avoir plus de velouté; une saveur astringente, piquante et brûlante, provenant de la présence de tanin et du faible pourcentage des aldéhydes acétiques de  $C_3H_8O_3$  et  $C_{12}H_{22}O_{11}$  a été relevée. Par leur goût corsé et fermé, ils rappellent le "Fundador" espagnol. Si certains consommateurs apprécient particulièrement ces caractères organoleptiques, d'autres les rejettent. De l'avis de l'expert, il y aurait intérêt à se rapprocher des types français Courvoisier, Hennessy, Napoléon, etc., qui ont conquis le marché mondial par leur excellence et leur caractère harmonieux. Pour obtenir ces caractères dans l'eau-de-vie de vin de Pomorie, il suffit de procéder à de petites corrections, à un coupage convenable et d'ajouter certains produits justement dosés qui donnent ces particularités - pratiques auxquelles on a toujours recours dans l'industrie.

Par contre, le parfum, l'arôme et le bouquet ont paru parfaits - ce qui montre l'habileté des techniciens de la distillerie de Pomorie.

Un travail, fait en collaboration avec les techniciens bulgares serait nécessaire pour pouvoir étudier attentivement les méthodes de travail dans les installations existantes et les orienter vers des technologies modernes pour

améliorer la qualité et réduire le coût de la production. Il serait donc nécessaire d'organiser un programme de travail en équipe portant sur les systèmes de vinification, la fermentation du moût, pour arriver à la production d'un alcool de bon goût, équilibré dans ses constituants, afin d'obtenir un vieillissement parfait.

On pourrait, en outre, traiter de beaucoup d'autres problèmes très actuels comme les nouveaux systèmes d'extraction de tartrate de chaux, la production de colorants anthocyaniques dans le marc, les installations de rectification, le travail de la lie, pour compléter le tableau des activités de production dans ce secteur.

A Preslav, l'expert a examiné avec les techniciens de la distillerie et leurs directeurs, MM. Varbi Varbev, Guergui Dimitrv, Dimitri Popov, Ivan Poraznikov, tous les sujets indiqués par VINPROM. En dégustant les distillats et l'eau-de-vie, on a pu constater la parfaite harmonie des caractères chimiques et organoleptiques. La finesse du bouquet et la saveur veloutée du "Brandy" de Preslav rappellent les meilleurs cognacs français.

A l'Institut d'oenologie de Sofia, l'expert a procédé à un échange d'idée avec les professeurs sur les méthodes de stabilisation chimique et biologique des vins blancs et sur les problèmes de l'embouteillage à chaud.

#### B. Recommandations

Les recommandations suivantes ont été faites :

A propos de la vinification du raisin, il a été conseillé de procéder à des vendanges précoces pour réduire au maximum le pourcentage de substances mucilagineuses colloïdales et peptiques qui se trouvent dans les raisins mûrs et arrêter l'échange moléculaire entre les sucres aldéhydiques et cétoniques

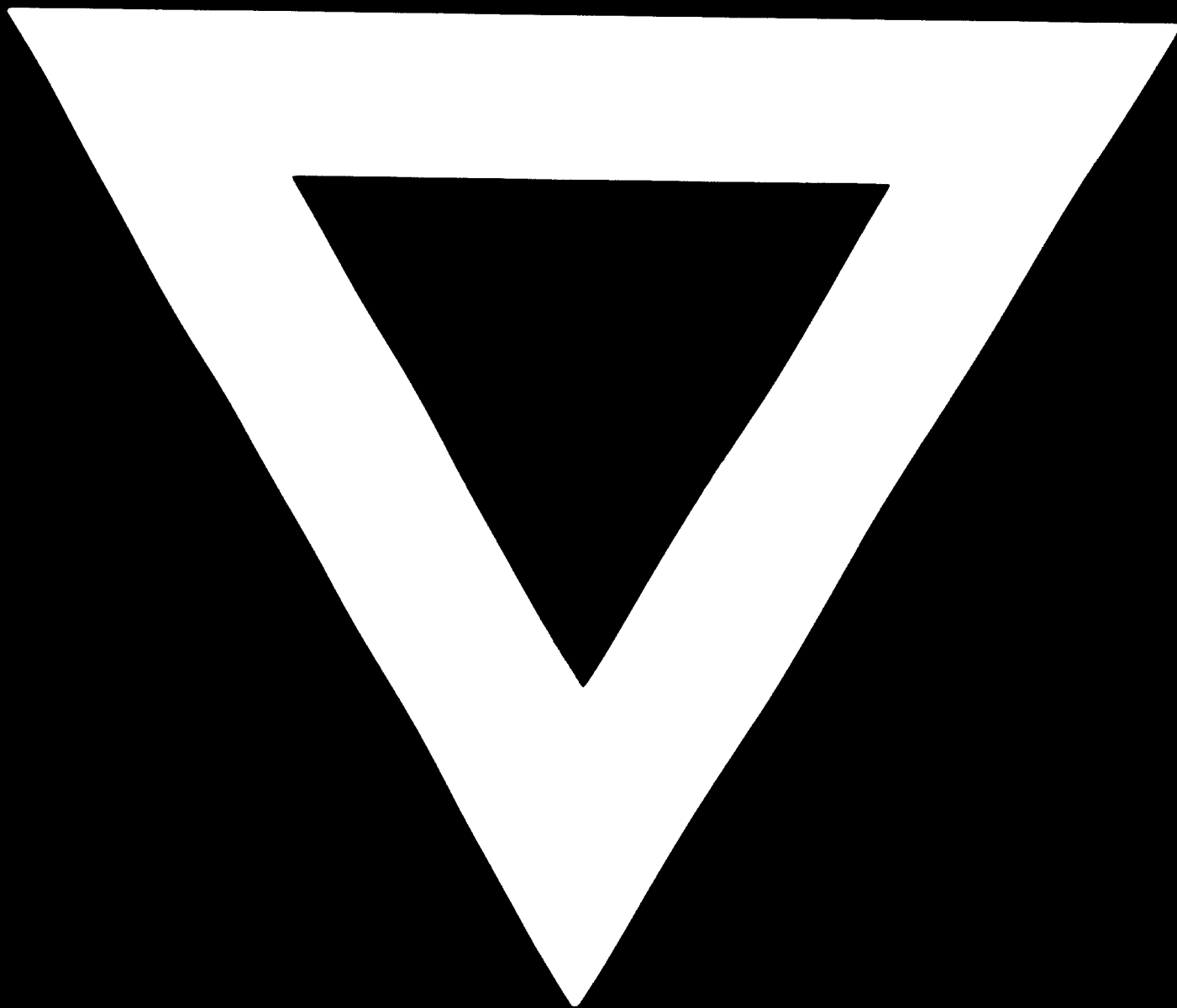
Il a été suggéré de réduire au maximum l'ajout d'anhydride sulfureux parce que cet antiseptique agit comme anti-oxydant et s'oppose au processus d'oxydation du distillat et par suite du commencement du processus d'éthérisation. C'est pour cela qu'il convient de vinifier des raisins sains, non altérés par les attaques de Conchylis ambiguella, d'Acarus (Acarus passularum Hering ou Carpoglyphus), de Pinicillium glaucum, de Botrytis cinera, d'oïdium, de péronosporales, etc.

Il a été recommandé de contrôler la balance chimico-physique des acides du vin pour savoir dans quelle proportion chacun d'eux est libre ou combiné, connaissant le pH et les constantes de dissociation des divers acides. A propos de cette balance, l'étude de la loi de l'action des masses a été conseillée pour pouvoir individualiser l'index de la concentration moléculaire et ionique qui a une influence sur le goût du vin et, par suite, sur celui du distillat.

Beaucoup d'autres thèmes ont fait l'objet de développements oraux, au cours des rencontres à Pomorie, Preslav et Sofia avec les techniciens bulgares. De ces rencontres se sont dégagés différents points de vue techniques et scientifiques. Il a été recommandé à VINPROM de poursuivre ces rencontres en Italie afin d'étudier au cours de visites dans divers établissements l'intérêt que présentent les installations modernes.



**C-344**



**77. 10. 06**