

Problématique : Peut-on trouver un marqueur moléculaire qui permettrait de déterminer l'âge d'un Rhum Vieux ?

RHUM AGRICOLE

Le rhum agricole appelé *rhum z'habitant* est un alcool produit à partir du jus de la canne à sucre. On le distingue du rhum industriel, qui est fabriqué à partir de la mélasse.

RÈGLES DE L'AOC

1-Sélection du matériel :

Variétés appartenant aux espèces *Saccharum Officinarum* et *Saccharum Spontaneum*. Liste de variétés de canne à sucre AOC délivrée par le CTCS.

2-Critères analytiques du jus de canne :

Richesse en sucre $\geq 14^\circ$ Brix

pH $\geq 4,7$



3- Distillation :

Spécificité des colonnes (diamètre des colonnes, nombre de plateaux, tête des colonnes en cuivre). Le rhum de coulage est compris entre 65° et 75° pour garantir la qualité du bouquet aromatique.



4- Elevage des rhums :

- ESB (Elevé Sous-Bois) pas de limitation du volume du contenant qui vieillit de 12 à 18 mois
- VO rhum qui vieillit 3 ans avec une contenance inférieure à 650 L
- VSOP rhum qui vieillit 4 ans avec une contenance inférieure à 650 L
- XO rhum qui vieillit 6 ans ou plus avec une contenance inférieure à 650 L.



HSE - Rhum blanc 50°



HSE - Rhum Vieux 3 ans



HSE - Rhum Très Vieux VSOP



HSE - Rhum Extra Vieux Porto Finish

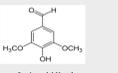
LES ARÔMES SPECIFIQUES DU RHUM VIEUX

Choix du fût :

On utilise 2 types de fûts pour le vieillissement : Chêne Américain ou Chêne Français (chauffés ou non chauffés).

Phénomènes observés durant le vieillissement : Extraction des composants du bois par le rhum, transformation des molécules...

Les molécules responsables des arômes dans le rhum vieux sont en partie des polyphénols:

| | |
|---|---|
| BOISE ⇒ Chêne ⇒ Miel  Syringaldéhyde | FRUITE ⇒ Fruits exotiques ⇒ Fruits à chair jaune ⇒ Pruneau ⇒ Amande ⇒ Dattes, Figue, Raisin sec  β-damascenone |
| ÉPICE ⇒ Vanille ⇒ Cannelle ⇒ Muscade ⇒ Girofle  Vanilline | EMPYREUMATIQUE ⇒ Chocolat ⇒ Cacao ⇒ Café ⇒ Caramel  Galacol |

LE DOSAGE DES COMPOSÉS PHÉNOLIQUES PAR LA MÉTHODE DE FOLIN-CIOCALTEU

Le dosage de Folin-Ciocalteu permet de quantifier globalement les composés phénoliques provenant du bois présents dans les spiritueux vieillis en fût qui n'ont pas reçu d'addition de caramel.

Ce dosage n'est pas spécifique des composés phénoliques. Toutefois, dans le cas des boissons spiritueuses vieilles sous-bois, la réponse est en grande majorité liée à la présence des composés phénoliques issus du bois de chêne^{1,2}. La teneur en composés phénoliques par la méthode de Folin-Ciocalteu s'exprime en mg d'acide gallique / L.

Principe

L'ensemble des composés phénoliques est oxydé par le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dernier est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique qui est réduit, lors de l'oxydation des substances phénoliques, en mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène.

La coloration bleue produite possède une absorption maximum aux environs de 750-760 nm. Elle est proportionnelle à la quantité de composés phénoliques oxydés.

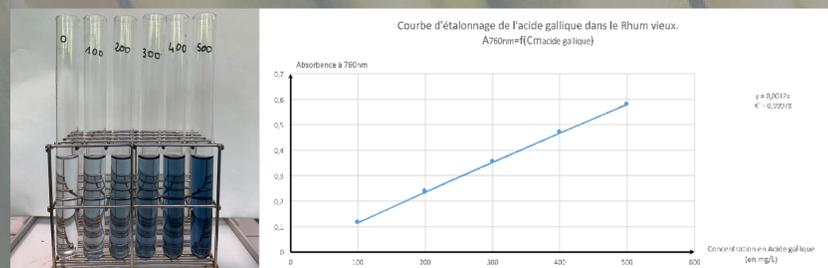
Les limites

La solution de base doit être limpide (transparente).

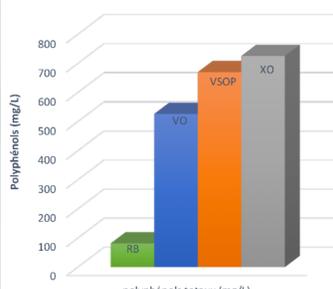
Il y a une limite de linéarité à certain niveau (dépendant de la molécule étudiée et du milieu) ou la proportionnalité n'est plus respectée ; généralement lorsque l'absorbance est supérieure à 2.

¹Vidal, J.-P., Cantagrel, R., Faure, A., Boulesteix, J.M. (1991). Comparaison de trois méthodes de dosage des composés phénoliques totaux dans les spiritueux. FV OIV n°904
²Bortolotto, A. M., & Alcarde, A. R. (2013). Congeners in sugar cane spirits aged in casks of different woods. Food chemistry, 139(1-4), 695- 701.

Gamme étalon pour le dosage des polyphénols



Concentration en polyphénols totaux (mg d'acide gallique / L)



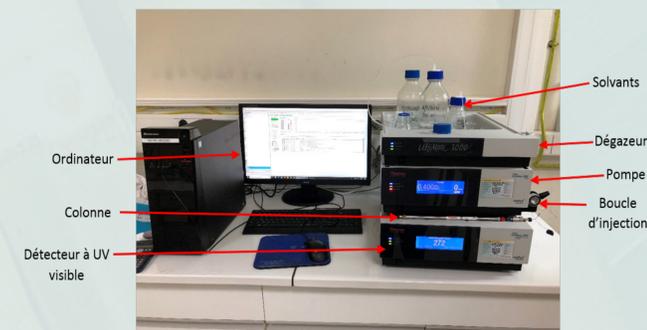
En comparant les analyses du rhum blanc et du rhum vieux, on note l'absence de polyphénols dans le rhum blanc et une augmentation de la concentration en polyphénols dans les rhums vieux en fonction du temps passé en fût.

Cette analyse confirme que les polyphénols retrouvés dans les rhums vieux proviennent du bois. Bien que la méthode ne soit pas spécifique des polyphénols, elle reste une analyse intéressante au laboratoire.

Cependant une autre méthode plus spécifique et plus précise nous permettra d'étudier les composés du rhum dont les polyphénols. Cette méthode s'applique avec un équipement de haute performance, la méthode HPLC.

DISPOSITIF HPLC DU LYCÉE DE BELLEVUE

HPLC signifie chromatographie liquide haute performance. Ce chromatographe permet l'identification, la séparation et le dosage de composés chimiques dans un mélange. Sa grande précision permet la recherche de traces des molécules recherchées.

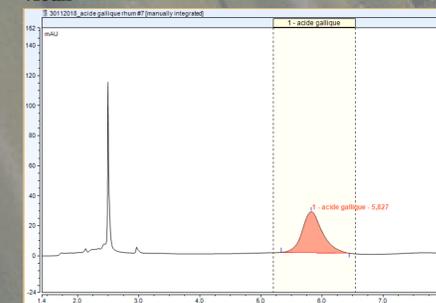


Chromatographie en mode isocratique en phase inverse sur colonne C18.

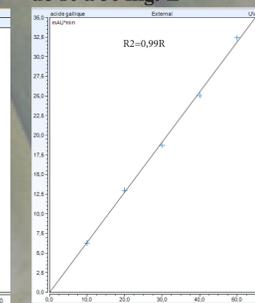
Les composés recherchés dans le rhum sont :

- L'acide gallique
- La syringaldéhyde
- La vanilline
- La β-damascenone

Chromatogramme d'un échantillon de rhum vieux



Gamme étalon pour l'acide gallique de 10 à 50 mg/L



L'HPLC reste la méthode la plus précise en terme de dosage de composés aromatiques des rhums vieux.

Après une recherche bibliographique, plusieurs méthodes ont été essayées pour identifier et quantifier les 4 composés cités plus haut. Dès que la méthode sera au point, nous pourrons définir l'évolution de ces composés aromatiques dans les rhums vieux.

CONCLUSION

A terme, le dosage des polyphénols par la méthode de Folin-Ciocalteu et des composés aromatiques par HPLC pourraient être de bons indicateurs dans la caractérisation des rhums vieux.

Nous pourrions ainsi trouver exactement le marqueur moléculaire permettant de dater un rhum vieux, en fixant des valeurs de référence (avec un intervalle de confiance).

Un nombre important de test sur différents rhums vieux nous permettrait d'avoir une base de données plus conséquente.