

## CHAPITRE X

### VIEILLISSEMENT DES RHUMS

Les rhums qui viennent d'être fabriqués possèdent une saveur brûlante, due au degré alcoolique élevé ; un bouquet peu développé, grossier, souvent désagréable, repoussant même dans le cas de certains produits à grand arôme. Ils laissent au palais une impression de sécheresse et d'âpreté plus ou moins accentuée. Lorsque la fabrication a laissé à désirer, ils présentent en outre des goûts défectueux : goût de chaudière, odeur putride, piquante, etc.

Malgré leurs défauts, les rhums frais sont quelquefois livrés directement à la consommation, après une simple dilution au degré marchand (45-50°). Il en est ainsi notamment pour certains rhums de vesou ou de sirop (*grappe blanche* des Antilles Françaises, *clairin* d'Haïti) et quelques rhums de mélasse très légers (rhum de Cuba).

Mais le plus souvent on les soumet à un vieillissement préalable. Au cours de celui-ci, les mauvais goûts s'atténuent ou disparaissent. Le bouquet primitif se modifie, augmente en puissance et en finesse ; la saveur devient plus douce et plus moelleuse. Cette « bonification », qui augmente fortement la valeur du produit, s'accompagne malheureusement de pertes sensibles en alcool. En vue d'éviter celles-ci ainsi que les frais de magasinage, qui rendent très onéreux la conservation des eaux-de-vie en fûts, on s'est efforcé de provoquer artificiellement les réactions qui se produisent avec le temps. Les procédés de vieillissement rapide, très employés dans certains pays, notamment aux Etats-Unis, ne donnent cependant jamais d'aussi bons résultats que le vieillissement naturel.

#### Phénomènes physico-chimiques du vieillissement

Pendant la conservation des eaux-de-vie en fûts, il se produit d'une part des phénomènes physiques très apparents : diminution du volume, modification du degré alcoolique, dissolution des principes tanniques du bois ; d'autre part des phénomènes chimiques : concentration en produits secondaires, oxydation, estérifications, polymérisations, etc.

Si les eaux-de-vie sont placées dans des récipients en verre bien bouchés, la nature des phénomènes est toute différente. Le volume du liquide demeure inchangé et le degré alcoolique est peu ou pas modifié. Les actions d'oxydation sont réduites, mais l'estérification se poursuit normalement. En même temps, il se produit une légère attaque des silicates basiques du verre, ce qui augmente le taux des cendres et réduit celui des acides et des esters de l'eau-de-vie (Schidrowitz et Kaye). Lorsque les récipients sont imparfaitement bouchés, l'oxydation se poursuit comme dans le bois, mais elle est plus violente et moins ménagée.

#### Réduction du volume.

Dans les futailles en bois, il y a une réduction continue du volume du liquide, résultant de l'évaporation lente qui se produit à travers les parois et par la fermeture incomplète de la bonde. L'importance de la perte dépend de nombreux facteurs, les uns internes : nature, dimensions et état de remplissage des fûts ; les autres externes : température, aération, état hygrométrique des locaux.

Les déperditions sont plus fortes dans les petits que dans les grands fûts. Ceci est dû à ce que le rapport de la surface au volume du liquide est plus élevé dans les premiers (1), et aussi à ce que les récipients de fortes dimensions possèdent des douelles plus épaisses, rendant moins facile le passage des liquides à travers les pores du bois. Les pertes sont à peu près les mêmes qu'il s'agisse de fûts brûlés, neufs ou usagés. Elles diminuent lorsque les récipients sont paraffinés intérieurement ou vernissés extérieurement, les enduits contrariant l'osmose des liquides. Elles sont d'autant plus importantes que l'état de vidange du récipient est plus avancé. Comme conséquence pratique, il convient de remplir les futailles au fur et à mesure que le volume du liquide diminue, en employant de l'eau-de-vie du même âge. Il importera cependant de laisser un vide de quelques litres, pour permettre la dilatation du liquide.

Les facteurs qui agissent sur l'intensité de l'évaporation : température, état hygrométrique de l'air, ventilation, influent également sur la déperdition en alcool. Celle-ci sera maxima, toutes conditions égales d'ailleurs, dans une localité chaude, sèche et bien aérée, et minima dans une atmosphère froide et humide. Si les fûts se trouvent placés dans un milieu où l'air, saturé d'humidité, est toujours en mouvement, les eaux-de-vie peuvent même, tout en perdant du degré, augmenter en volume (Mathieu).

Enfin, il peut y avoir des pertes anormales par coulage, par suite de la présence de fentes, produites au cours du montage des fûts ou provenant du « travail » du bois. Certains insectes xylophages creusent aussi des galeries dans le bois des futailles, lorsque celui-ci présente une certaine humidité, et peuvent occasionner d'importantes pertes par coulage. Il importe en conséquence de disposer les fûts dans les locaux de conservation, de telle façon qu'il soit possible de les visiter facilement et d'étancher rapidement les fuites.

En raison de la diversité des facteurs qui entrent en jeu, les pertes éprouvées au cours de la conservation des eaux-de-vie sont très variables. En France, on admet, pour les eaux-de-vie logées en fûts de 500-600 litres et placées dans des chais soumis aux variations de la température et de l'état hygrométrique ambiants, une réduction de volume moyenne de 25 à 30 % au bout de 10 à 15 ans. Dans certains cas toutefois celle-ci peut s'élever à 50 %.

Aux Etats-Unis, où l'on utilise des futailles de 180-195 litres et où les magasins sont fréquemment chauffés pendant l'hiver, les pertes sont plus sensibles. Crampton et Tolman ont constaté que les « rye whiskies » placés en chais chauffés (températures moyennes : 20-30° l'hiver, 26-30° l'été), subissaient au bout de 8 ans une réduction de volume de 46 % en moyenne, mais que celle-ci atteignait pour certains échantillons jusqu'à 62 %. Dans le cas des « Bourbon whiskies », conservés en locaux soumis aux variations de la température ambiante (4-12° en hiver, 26-30° en été), la perte était seulement de 35 %. D'après les auteurs ci-dessus, la réduction du volume s'effectuerait d'une façon très régulière et serait sensiblement proportionnelle au nombre des années, sauf au cours de la première année, où elle est relativement plus importante. Les variations suivantes du volume et du degré alcoolique ont été observées, par exemple, dans le cas de deux échantillons :

Age	Rye whisky		Bourbon whisky	
	volume (gallons)	alcool %	volume (gallons)	alcool %
Nouveau	46.73	51.0	47.4	50.0
1 an	42.80	51.5	43.91	51.0
2 —	40.50	52.5	—	51.5
3 —	37.74	54.0	40.50	51.5
4 —	35.23	56.0	38.15	52.5
5 —	32.21	57.5	36.68	53.5
6 —	29.52	59.5	35.15	54.0
7 —	27.44	61.5	33.75	54.5
8 —	24.20	64.0	32.48	55.2

(1) La surface spécifique, ou rapport de la surface au volume (en litres), est de 76 cmq pour un fût de 550 l., de 93 cmq pour un fût de 270 l., de 134 cmq pour un fût de 50 l., et de 245 cmq pour un fût de 25 l.

Valaer a observé, dans le cas des rhums placés en magasins chauffés, des pertes variant au bout de 2 ans entre 10 et 22 % du volume primitif, suivant les conditions de conservation (température, humidité, etc).

A la Martinique, la Régie tolère, dans la justification des manquants, 10 % en moyenne par an, compte tenu des coulages accidentels qui atteignent parfois, par suite des conditions de stockage défectueuses, un chiffre très élevé. Dans de bonnes conditions d'emmagasinage, les pertes paraissent être en moyenne de 10 % la première année et de 25-30 % au bout de 5 ans.

### Modification du degré alcoolique.

On admet en France et dans les colonies françaises que le degré de l'eau-de-vie conservée dans le bois va sans cesse en diminuant. Le phénomène contraire peut toutefois se produire, ainsi que le montre par exemple l'expérience ci-après effectuée par Bouffard (1).

Cet auteur a placé des petits fûts en chêne, de 10 litres de capacité, remplis avec des alcools de degrés divers, dans trois locaux différents : sur une terrasse protégée de l'action directe du soleil par une simple planche ; dans un grenier fermé, sensible par son toit aux variations atmosphériques ; enfin dans une cave souterraine saturée d'humidité et de température assez basse (12-14°). Chaque série comprenait 9 récipients. Au bout de 14 mois, les constatations suivantes ont été faites.

Les fûts conservés sur la terrasse présentaient une augmentation du degré alcoolique : celle-ci était maxima (6°8) pour les alcools à faible degré (18 à 25°), puis elle décroissait pour devenir presque nulle (0°2) avec l'alcool le plus riche (83°7). La perte en poids du liquide variait dans le même sens : maxima pour l'alcool faible, elle diminuait en sens inverse de la richesse alcoolique. La perte absolue d'alcool en poids augmentait au contraire avec la richesse initiale de l'alcool.

Dans le cas des fûts logés au grenier, les pertes en poids de liquide et d'alcool étaient du même ordre que pour la série précédente. Quant au titre alcoolique, l'augmentation maxima était un peu moins élevée, et l'alcool le plus fort présentait déjà un abaissement de 0°5.

Pour les fûts enfermés dans la cave, la diminution de la richesse alcoolique était générale : légère dans le cas des alcools faibles, elle augmentait avec la richesse des alcools pour atteindre le maximum (17°9) avec l'alcool à 83°1. Les pertes de poids du liquide étaient les plus considérables avec l'alcool faible et s'atténuaient ensuite, pour devenir nulles dans le fût à 44° ; au-delà de ce titre, il se produisait une augmentation de poids, s'accroissant avec la richesse alcoolique initial.

Bouffard explique les modifications du degré alcoolique par les phénomènes de dialyse combinés à ceux d'évaporation à la surface. Le bois poreux agit comme une membrane dialysante, qui laisserait passer plus facilement l'eau que l'alcool. Dans une atmosphère chaude et sèche, l'eau et l'alcool s'évaporent dans la même proportion et, le bois continuant à dialyser, le titre alcoolique augmente. Au contraire, lorsque l'air est saturé d'humidité et dépourvu de vapeurs alcooliques, l'alcool continue à s'évaporer aussi facilement, mais l'eau, en présence d'une tension de vapeur maxima, ne subit plus qu'une évaporation faible ou nulle : le degré alcoolique s'abaisse.

Sauvaire (2) formule une hypothèse un peu différente. Il se produirait, au cours de la conservation en fûts, une double évaporation : l'une, d'autant plus lente que le récipient est hermétiquement clos, par la surface libre du liquide ; l'autre par la surface extérieure du fût. La première, qui obéit aux lois physiques ordinaires, aboutit à une perte d'alcool et à une diminution du degré. La seconde se complique d'une sorte de dialyse, dans laquelle l'alcool, qui se comporte à la façon d'un colloïde, serait retenu du côté de la surface interne de la paroi du fût, tandis que l'eau serait absorbée et viendrait s'évaporer à la

(1) Ann. Brass. Dist. 914, 1912.

(2) Bull. Soc. Pharm. Bordeaux LXXIII, 111, 1935.

surface extérieure, cela d'autant plus vite que l'atmosphère est chaude et sèche. Selon l'intensité respective des deux phénomènes, le degré alcoolique restera constant ou sera modifié dans un sens ou dans l'autre.

Pour vérifier cette hypothèse, Sauvaire a placé, dans deux fûts faits du même bois et incomplètement remplis, une eau-de-vie à 56°. Au bout de 4 ans de séjour dans le même local, il observa une augmentation de 4° dans l'un et de 6° dans l'autre. L'un des fûts fut alors vernissé extérieurement, à l'exception du voisinage de la bonde. Au bout de 4 nouvelles années, le degré s'était abaissé dans le fût verni, tandis qu'il avait continué à augmenter dans l'autre.

Dans les conditions ordinaires du vieillissement en France, où le degré hygrométrique des chais est relativement élevé, la réduction du degré alcoolique est la règle générale. La Régie a tendance à accuser de fraude le propriétaire ou le commerçant, lorsque le degré alcoolique augmente, et à le frapper d'amendes assez élevées. Rocques (1) indique les titres ci-après relevés dans deux chais des Charentes :

	chai A	chai B
Eau de vie de 1893 .....	68°	65°
— 1892 .....	65°	63°
— 1887 .....	60°	61°
— 1883 .....	57°	60°
— 1873 .....	52°	59°

D'après de Lapparent (2), le titre s'abaisserait dans les Charentes de 6 à 8° en moyenne au bout de 15 à 20 ans. La première année, sous l'influence du fût neuf, la perte serait de 2 à 3°.

Suivant Lührig (3), il peut y avoir une perte apparente d'alcool, due à l'augmentation du poids spécifique du liquide, par suite de l'extraction des principes solubles du bois. Dans des fûts neufs, l'extraction de l'eau contenue dans les pores du bois détermine un abaissement de degré de 0.1 à 0.15. Lorsque les récipients sont incomplètement remplis et ne sont pas remués, la diffusion de l'alcool se fait mal, et on constate parfois des différences de richesse alcoolique sensibles dans les différentes parties du fût, les couches supérieures étant les plus riches en alcool. Ainsi, l'auteur a trouvé les proportions d'alcool ci-après dans les parties supérieure, moyenne et inférieure d'un foudre de 4 mètres de haut, après 7 semaines de conservation : 40.70, 37.70 et 36.33 % en volume. Les différences s'atténuent avec le temps, surtout lorsque le liquide est soumis aux variations de température : un fût de 250 litres ayant subi une perte en volume de 20 litres au bout de 33 mois, accusait dans ses parties supérieure, moyenne et inférieure respectivement : 40.44, 40.35 et 40.06 % d'alcool en volume.

Sous les tropiques, où l'humidité de l'air est souvent voisine du point de saturation pendant une bonne partie de l'année, l'abaissement du degré alcoolique au cours de la conservation est plus accentué que dans les régions tempérées.

A la Martinique par exemple, on admet une déperdition moyenne de 2-3° la première année et de 1° chacune des années suivantes, dans le cas des rhums titrant 60-65° à l'origine et logés en fûts de 250 litres. Le chiffre est cependant très variable suivant l'humidité des locaux : ainsi nous avons trouvé une eau-de-vie, mise en fût, d'après les déclarations du propriétaire, à un titre voisin de 70° et dont le degré était tombé au bout de 8 ans à 48.2. (4).

Il en est tout autrement aux Etats-Unis, où les eaux-de-vie soumises au vieillissement ont une richesse alcoolique plus faible (généralement 100 degrés preuve ou 50° G. L.). Dans ce pays, l'élévation du degré est la règle. Crampton et Tolman ont observé qu'au bout de 8 années de vieillissement en fûts de

(1) J. Pharm. V, 177, 1897.

(2) Le vin et l'eau-de-vie de vin. Paris

(3) Pharm. Zentralhalle LXXVII, 49, 1926,

(4) Arroyo suggère de maintenir les rhums dans une atmosphère à degré hygrométrique élevée au cours de la période nécessaire pour éliminer les constituants indésirables du Non-alcool, puis de réduire le taux d'humidité en vue d'empêcher les pertes excessives d'alcool.

chêne brûlés de 180-190 litres, différents lots de whisky titrant à l'origine 50-51° avaient subi des augmentations moyennes de 11°9 pour les « rye whiskies » stockés en magasins chauffés et de 5°5 pour les « Bourbon whiskies » en locaux non chauffés, avec des extrêmes de 0° et 19°5 G. L. Valaer a noté, pour des rhums conservés dans des conditions analogues, une élévation de la richesse alcoolique de 1 à 2° centésimaux au bout de 2 ans.

Mais dans tous les cas, quelle que soit la variation du titre alcoolique, il se produit au cours du vieillissement, par suite de la diminution du volume, une perte d'alcool.

Dans les conditions ordinaires où sont placées les eaux-de-vie de la région des Charentes (logement en fûts de 500-600 litres, température moyenne des chais 15° C, on admet les déperditions annuelles suivantes en alcool, d'après Rocques :

1 <sup>re</sup> année .....	8.75 %
2 <sup>e</sup> — .....	5.00 —
3 <sup>e</sup> — .....	5.00 —
4 <sup>e</sup> — .....	3.75 —
5 <sup>e</sup> — .....	3.75 —
6 <sup>e</sup> — .....	2.50 —

500 litres d'eau-de-vie mise en futaille à 70° ne représentent plus au bout de 25 ans que 350 litres à 50°.

Aux Etats-Unis, les pertes atteignent la première année 7 à 10 % du volume d'alcool primitif et les années suivantes 2 à 5 %. Crampton et Tolman ont constaté qu'au bout de 8 ans, la perte globale était en moyenne de 34 % pour les « Rye whiskies » et de 28% pour les « Bourbon wiskies ». Valaer, dans le cas des rhums, a noté les pertes moyennes ci-après :

Après 6 mois .....	5.2 %
— 18 — .....	11.2 —
— 24 — .....	14.4 —
— 30 — .....	16.4 —
— 36 — .....	18.8 —

Les produits secondaires des eaux-de-vie (alcools supérieurs, acides, aldéhydes, furfurol, esters) ne paraissent pas participer aux phénomènes d'osmose et d'évaporation qui affectent l'alcool éthylique et l'eau.

La quantité des alcools supérieurs, rapportée au volume initial de l'eau-de-vie, ne varie guère en effet au cours de la conservation en fûts. Il en est à peu près de même pour les acides, les aldéhydes, le furfurol et les esters, du moins après quelques années de vieillissement. L'augmentation des proportions relatives de ces impuretés avec le temps semble alors résulter de la diminution des quantités d'eau et d'alcool contenues dans le fût, c'est-à-dire de la concentration de l'eau-de-vie. La paroi des futailles exercerait à l'égard des différents éléments une action sélective et s'opposerait au passage des alcools supérieurs, des acides, des aldéhydes et des esters (Crampton et Tolman).

La non-variation de la quantité absolue des impuretés au bout de quelques années pourrait sans doute s'expliquer aussi par une production et par une évaporation simultanées de ces produits. Cette explication est toutefois moins satisfaisante, surtout dans le cas des alcools supérieurs, qui ne pourraient prendre naissance, au cours de la conservation, que par l'hydrolyse des esters.

Signalons enfin que l'intensité des phénomènes chimiques du vieillissement, notamment la formation des acides et des esters, paraît être en relation directe avec les quantités d'eau et d'alcool qui passent à travers les parois des fûts. Plus ces quantités sont importantes, et plus l'eau-de-vie vieillit rapidement.

### Phénomènes de dissolution.

Pendant le séjour en fût, l'eau-de-vie extrait du bois des principes solubles, qui la colorent et lui donnent du corps tout en améliorant le bouquet. Toute-

fois, si ces principes sont en proportions trop considérables, ils communiquent à l'alcool un goût désagréable, dit « boisé ».

Selon Faure, les principales substances cédées par le bois de chêne seraient l'acide quercitanique, le quercitrin et la quercine. L'acide quercitanique, ou tannin du chêne, se présente sous l'aspect d'une poudre rougeâtre, astringente, donnant par hydrolyse de la pyrocacéchine. Suivant Bottinger, le tannin de l'écorce de chêne aurait comme formule  $C_{19}H_{10}O_{10}$ , et celui du bois  $C_{10}H_{12}O_9$ . Le quercitrin, appelé aussi acide quercitrique,  $C_{12}H_{22}O_{13}$ , est une matière colorante jaune d'or, donnant par décomposition sous l'action des acides dilués de la quercétine et du rhamnose. Enfin, la quercine ou quercinite est un alcool hexatomique, de formule  $C_6H_6(OH)_6$ , doué d'un arôme particulier.

D'après Reif (1), parmi les produits extraits du bois des récipients, on trouve de petites quantités de vanilline et d'autres substances donnant des réactions colorées similaires. Cet auteur a trouvé dans les échantillons d'eau-de-vie de vin qu'il a examinés des doses de 0.1 et 0.2 mgr de vanilline par litre de liquide. Haüssler (2) avait déjà signalé antérieurement la présence dans le bois de chêne d'une substance donnant les mêmes réactions que la vanille, et Reinke son existence dans les spiritueux ayant séjourné en fût.

Le furfurool contenu dans les spiritueux provient également en partie des futailles, surtout lorsque celles-ci ont été au préalable brûlées. Crampton et Tolman ont observé que des « Rye whiskies » et des « Bourbon whiskies », dosant respectivement à l'origine 1 mgr et 0.7 mgr de furfurool par litre d'eau-de-vie à 50°, présentaient après 8 ans de conservation en fûts brûlés 3.4 et 2.1 mgr de furfurool. Ramenées au volume et au degré alcoolique primitifs, les augmentations étaient de 1.23 et 1.09 mgr de furfurool par litre de whisky. Dans certains cas, l'accroissement peut être beaucoup plus important. Ainsi Valaer signale deux échantillons de rhum qui dosaient à l'origine 5.5 et 6.3 mgr et, au bout de 24 mois de conservation en fût, 12 mgr de furfurool par litre d'eau-de-vie. D'après ce dernier auteur, l'augmentation du furfurool serait surtout sensible au cours des premiers mois de contact avec le bois; après 6 mois, il n'y aurait plus en général accroissement du taux de cette aldéhyde, du moins en valeur absolue.

La nature et la quantité des matières dissoutes dépendent de la qualité du bois, de la préparation spéciale subie par les futailles, de la durée du contact, etc.

C'est le bois de chêne que l'on utilise très généralement pour la construction des fûts destinés au logement des eaux-de-vie, en raison de sa dureté, de sa faible porosité et des principes extractifs qu'il renferme. Le châtaignier, qui contient un tannin de saveur grossière et qui est trop chargé en principes solubles, est à éliminer. Pour loger les eaux-de-vie blanches (kirsch, quetsch, etc.), on utilise quelquefois des fûts de frêne. Ceux-ci, surtout quand ils ont été étuvés et enduits intérieurement d'une couche de cire fondue, cèdent très peu d'extrait à l'eau-de-vie et lui conserve sa couleur primitive.

Le bois de chêne a lui-même une composition très variable en produits solubles, suivant son origine (espèce botanique, conditions de climat et de sol de la région productrice), l'âge et la partie de l'arbre d'où l'on a tiré les douelles, le temps pendant lequel le bois a été conservé en meules, etc.

Les merrains de Dantzig, par exemple, donnent aux eaux-de-vie une légère coloration, ceux d'Amérique une couleur ambrée, ceux de Riga une teinte foncée et ceux de Bosnie une couleur presque noire.

Le bois le plus estimé dans les Charentes pour le vieillissement du cognac, est le chêne du Limousin, provenant des forêts du Limousin et de l'Allier. Le chêne blanc d'Amérique du Nord, considéré en France comme de qualité secondaire, est à peu près le seul utilisé pour la fabrication des fûts employés au logement des rhums aux Antilles et aux Etats-Unis.

Les merrains destinés à la préparation des douelles doivent provenir de

(1) Z. Unters. Lebensm. LIV, 90, 1927.

(2) Z. Offentl. Chem. XX, 184, 1914.

cœur de chêne. L'aubier, trop chargé en substances organiques solubles, est à rejeter, ainsi que les bois trop poreux ou trop colorés. « Les merrains, écrit Jacquet (1), devraient provenir autant que possible d'arbres de 40 à 50 ans au moins, être débités dans le sens du fil du bois, à la hâche et non à la scie; on ne choisira que les pièces dépourvues d'aubier et de nœuds, sans pourriture ou vermoulure, le grain en sera fin et serré, la coloration assez claire et les fibres traversées de veines franches et brillantes; les douves devront prendre le poil sous le grattoir; enfin, elles ne seront façonnées en fûts qu'après un séchage en pile de 5 ans au minimum (2).

La préparation subie par les futailles a une grande influence sur la qualité et la quantité de l'extrait cédé aux eaux-de-vie.

Crampton et Tolman ont mis en évidence l'influence du brûlage des fûts. Ils ont conservé un même whisky dans deux barils de chêne, l'un brûlé et l'autre non brûlé, soumis à des conditions identiques pendant une durée de 8 années. Au bout de ce laps de temps, ils ont analysé le produit et obtenu les résultats suivants :

	Alcool %	Coloration (degrés Lovibond)	Extrait sec	Acides	Esters	Aldéhydes	Furfurol	Alcools sup.
	(en gr. par hl d'alcool à 50°)							
<i>Après 4 ans</i>								
Fût brûlé . . .	52.5	9.0	155	63.4	48.4	10.0	0.8	99.0
— non brûlé. .	52	4.5	96	58.8	66.0	8.0	1.2	101.0
<i>Après 8 ans</i>								
Fût brûlé . . .	55.0	13.5	181	81.6	65.6	13.2	1.2	125.0
— non brûlé. .	55.4	7.0	160	81.6	84.5	10.8	1.5	112.0

Au point de vue de la composition chimique, les deux whiskies étaient donc très comparables, sauf en ce qui concerne l'extrait sec et la coloration. Au point de vue organoleptique, il existait par contre des différences considérables. Le whisky du fût non brûlé était entièrement dépourvu de la saveur des whiskies américains et ressemblait plutôt au « Scotch » ou à l'« Irish whisky ». L'autre avait un bouquet fort et aromatique caractéristique, une apparence huileuse et donnait une écume plus persistante et plus grasse; il laissait en outre à la dégustation l'impression d'être très vieux. Les matières colorantes et extractives de l'eau-de-vie ayant séjourné en baril non brûlé étaient beaucoup plus solubles dans l'eau et moins résineuses que celles du whisky conservé en fût brûlé. L'extrait sec repris par quelques centimètres cubes d'eau possédait dans le cas de ce dernier une odeur très forte et l'arôme particulier du whisky américain; sa saveur était également très accentuée, à la fois résineuse et aromatique. Le whisky du fût non brûlé avait au contraire une saveur légèrement acide et astringente, très différente de celle du produit précédent. Les auteurs considèrent en conséquence que les différences existant entre les whiskies américains et les whiskies anglais proviennent en grande partie de l'emballage utilisé.

D'après Valaer, les modifications chimiques sont plus prononcées dans les fûts brûlés. L'accroissement de l'extrait sec, des acides et de la coloration notamment serait plus rapide et plus important que dans les futailles non brûlées.

Les fûts neufs donnent à l'eau-de-vie qui y séjourne pendant longtemps un goût boisé prononcé. Aussi, dans le cas des eaux-de-vie fines, a-t-on soin d'affranchir les fûts au préalable et de n'y laisser les spiritueux que quelques mois, avant de les transvaser dans des récipients usagés. L'affranchissement des futailles à rhum est rarement pratiqué, mais, en vue de réduire la prise de couleur et d'atténuer le goût de bois, on utilise quelquefois pour le vieillissement des récipients ayant déjà servi.

(1) La fabrication des eaux-de-vie. Paris 1895.

(2) Il ne faut jamais employer des barils en bois vert, qui non seulement retardent la maturation, mais encore communiquent aux eaux-de-vie une saveur désagréable.

La prise de couleur ainsi que l'accroissement du taux de l'extrait sec, des acides et sans doute des autres impuretés de l'eau-de-vie, sont plus faibles dans les futailles usagées. Elles sont aussi plus irrégulières et dépendent du nombre de fois et de la durée pendant laquelle les récipients ont déjà servi. Lorsque ceux-ci ont contenu antérieurement des vins de liqueurs, du sherry, etc., l'extrait peut renfermer des substances aromatiques spéciales déposées par les liquides qui y ont précédemment séjournés. Dans les futailles paraffinées, il ne se produit qu'une légère coloration au cours du vieillissement et l'extrait sec n'augmente que dans de faibles proportions.

La durée de la conservation influe évidemment sur la quantité des matières dissoutes. D'après les observations de Crampton et Tolman, l'extrait sec, comme d'ailleurs les autres impuretés des eaux-de-vie, augmente surtout au début de la mise en fût : après la troisième année, l'accroissement serait dû presque entièrement à la concentration du liquide, du moins dans les conditions du vieillissement des spiritueux aux Etats-Unis. Il en est de même pour les matières colorantes : il existe un étroit parallélisme entre la courbe de la coloration et celle des matières extractives. Les auteurs ci-dessus ont noté les variations moyennes ci-après, dans des whiskies conservés en barils de chêne brûlés.

Nature	Age	Coloration (degré Lonvibond)	Extrait sec (en gr par hl d'alcool à 50°)
Rye whisky. . . .	Nouveau	—	13.3
Bourbon — . . . .	—	—	26.5
Rye — . . . .	3 ans	13.2	171.4
Bourbon — . . . .	—	10.0	119.3
Rye — . . . .	8 ans	18.6	256.0
Bourbon — . . . .	—	14.2	210.3

Valaer a constaté qu'au bout de 2 ans de conservation le taux de l'extrait sec de rhums ayant à l'origine 48-52 % d'alcool en volume, atteignait 100 à 200 gr. par hl d'eau-de-vie. Nous-même avons observé que des rhums, mis en fûts de chêne neufs brûlés à 70-72°, dosaient, après 4 ans et 8 ans de vieillissement à la Martinique, 390 gr. et 1040 gr. d'extrait sec par hectolitre.

Les eaux-de-vie logées dans le verre attaquent les silicates alcalins des récipients et peuvent dissoudre des quantités appréciables de matières minérales. Strunk a trouvé, dans des rhums conservés pendant 30 ans en bouteilles, jusqu'à 35 gr. de matières minérales par hectolitre, et Valaer, dans des eaux-de-vie de Cognac, jusqu'à 28 grammes par hectolitre. Toutefois la quantité de cendres est généralement beaucoup plus faible. Les matières minérales extraites des verres foncés ont une coloration brune et sont riches en fer : elles peuvent influencer la coloration de l'eau-de-vie.

### Oxydation.

En même temps qu'il extrait des acides fixes du bois (acides tanniques, etc), l'alcool s'oxyde peu à peu au cours de la conservation, en donnant naissance à des aldéhydes, puis à des acides volatils (acide acétique principalement).

Trillat (1) par exemple a signalé l'oxydation de l'alcool éthylique à froid dans une foule de cas, avec production d'aldéhyde acétique.

Ducnemini et Dourlen (2) ont montré que l'alcool rectifié pouvait s'oxyder lentement au contact de l'air, jusqu'à apparition de l'acide acétique. Ils ont constaté qu'après neutralisation d'un alcool par la soude, l'acidité augmentait ensuite jusqu'à un maximum, qui varie avec les alcools et les impuretés qu'ils renferment. La nature des récipients a aussi une grande influence (actions catalytiques et de saturation). Les auteurs précédents ont noté, par exemple,

(1) Oxydation des alcools. Paris, 1901.

(2) C. R. OXL, 1466, 1905.



les variations suivantes dans un échantillon d'alcool à 90°, ayant comme acidité primitive 0.014, aldéhydes : traces, esters : 0.052, placé dans des récipients différents :

Verre vert .....	+	0.0024
Verre blanc .....	—	0.0036
Fer étamé .....	+	0.0036
Cuivre .....	—	0.0024

Les phénomènes d'oxydation sont favorisés par la porosité du bois, lequel joue un rôle comparable à celui de la mousse de platine : le liquide alcoolique absorbé par le bois se trouve dans un état finement divisé, qui augmente son affinité pour l'oxygène. Ils sont d'autant plus actifs que la surface de contact du liquide avec l'air est plus grande (c'est-à-dire que les fûts sont plus petits) et que la température extérieure est plus élevée.

Au cours du vieillissement, il y a une augmentation continue des acides, à la fois apparente et réelle. Autrement dit s'accroissent avec le temps, non seulement la quantité des acides rapportés à l'alcool éthylique contenu dans l'eau-de-vie, mais encore celle des acides renfermés dans la totalité du fût. L'augmentation se fait sentir surtout pendant les premières années : au bout de 3 ou 4 ans, il n'y aurait plus accroissement sensible en valeur absolue, mais seulement majoration apparente due à la concentration des spiritueux (Crampton et Tolman).

L'accroissement porte à la fois sur l'acidité fixe et sur l'acidité volatile. Celles-ci sont affectées très différemment suivant la nature du récipient employé et le mode de vieillissement. Toutefois, il y a tendance à la diminution avec l'âge de la proportion des acides volatils par rapport aux acides fixes. Ainsi, Rocques (1) a trouvé dans les eaux-de-vie des Charentes les quantités suivantes d'acides fixes et d'acides volatils (exprimés en gr par hectolitre d'alcool à 100°) :

	Acidité	
	fixe	volatile
Moins de 1 an (moyenne de 10 analyses) .....	4.37	18.21
De 1 à 2 ans — 3 — .....	12.34	41.48
De 2 à 3 ans — 6 — .....	10.26	40.71
De 5 à 6 ans — 2 — .....	16.60	38.90
De 7 à 8 ans .....	5.58	31.62
De 10 à 11 ans (moyenne de 3 analyses) .....	33.83	50.86
De 16 à 17 ans .....	22.70	47.60
De 20 à 21 ans (moyenne de 2 analyses) .....	34.95	92.15
32 ans .....	29.60	81.30
33 ans .....	126.80	173.20
38 ans .....	58.30	123.70
39 ans .....	68.20	137.10
44 ans .....	174.20	179.30
46 ans .....	51.20	95.20
56 ans .....	66.90	60.00
80 ans .....	127.50	265.50

Lusson (2) a donné le nom de *coefficient d'oxydation* à la proportion d'acides et d'aldéhydes contenus dans 100 parties d'impuretés totales. Il a constaté que ce coefficient s'élève au fur et à mesure que les spiritueux vieillissent, sans être cependant proportionnel à l'âge de ceux-ci. Il a obtenu, pour une série d'eaux-de-vie d'âges divers, les chiffres ci-après :

Eau-de-vie de 1895 (récente) .....	10.9 à 15.4
— 1893 (2 ans) .....	18.1 à 25
— 1878 (19 ans) .....	28.0
— 1875 (22 ans) .....	30.0
— 1860 (37 ans) .....	34.2
— 1845 (32 ans) .....	35.0
— 1840 (37 ans) .....	36.0

(1) Ann. Chim. Anal. II, 308, 1897.

(2) Mon. Sc. Quesneville XLVII, 785, 1896.

Lusson a pensé pouvoir se baser sur le coefficient d'oxydation pour apprécier l'âge des spiritueux. Mais il n'est possible de comparer, ainsi que l'a fait remarquer Rocques (1), que des eaux-de-vie de nature identique, le taux d'acides variant suivant de nombreux facteurs : acidité du moût fermenté, méthode de distillation, mode de vieillissement, etc. En ce qui concerne la distillation par exemple, plus l'épuisement est poussé et plus la teneur du distillat en acides est élevée.

Les aldéhydes subissent une légère augmentation pendant les premières années de la conservation. Toutefois, il peut y avoir diminution de leur quantité absolue au bout de quelque temps, surtout lorsque les phénomènes d'oxydation sont énergiques (conditions de conservation aux Etats-Unis). Les variations du taux de ces impuretés sont d'ailleurs toujours faibles.

Hewitt (2) attribue à la présence d'aldéhydes la verdeur des whiskies fraîchement distillés et considère que l'amélioration du bouquet au cours du vieillissement est due à la disparition de ces substances par oxydation ou évaporation. Il signale avoir pu faire disparaître en quelques minutes la verdeur des eaux-de-vie jeunes, en les traitant avec une solution de sulfonate de phénylhydrazine de sodium, réactif qui affecte seulement les aldéhydes.

Enfin, plusieurs auteurs considèrent que l'oxydation des matières tanniques joue un rôle essentiel dans l'amélioration des spiritueux. « Le phénomène principal du vieillissement, écrit Pacottet, est une transformation des matières tanniques du bois, dissoutes dans l'eau-de-vie. Dans la casse des vins, les tanins sont oxydés et donnent des produits odorants. Dans les eaux-de-vie, il se passe un phénomène analogue ; les tanins et les corps voisins s'oxydent lentement et donnent des produits aromatiques qui, avec les éthers, constituent le bouquet des eaux-de-vie ».

### Estérification.

Les lois de l'estérification chimique ont été établies par Berthelot et Péan de Saint-Gilles (3).

Ces chimistes ont montré que la combinaison de l'acide et de l'alcool n'est jamais complète et qu'elle est limitée par le phénomène inverse : la saponification de l'ester, avec élimination d'eau. Dans le cas général où l'on a un mélange en proportions quelconques d'un ou plusieurs acides, d'alcools, d'esters et d'eau, la limite de la réaction dépend presque exclusivement des rapports existant dans le mélange entre le nombre des équivalents de ces divers corps ; elle est à peu près indépendante de leur nature.

Lorsqu'on mélange un équivalent d'acides et plusieurs équivalents d'alcool, la quantité d'ester formé croît à peu près proportionnellement au nombre d'équivalents d'alcool ajouté. Dans les mélanges renfermant un équivalent d'alcool et plusieurs équivalents d'acide, la production d'ester est à peu près proportionnelle à la quantité d'acide. La présence d'un excès d'ester ou d'eau diminue au contraire les quantités estérifiées. La diminution de la quantité d'ester formée, lorsqu'on mélange un équivalent d'acide et un équivalent d'alcool avec des quantités croissantes d'eau, varie beaucoup plus lentement que les quantités d'eau. Dans un système où la proportion d'alcool et d'eau est constante et où l'eau domine, l'acide étant en proportion inférieure à l'alcool, les quantités d'acide estérifiées seront proportionnelles aux quantités totales d'acide.

L'estérification s'opère d'une manière lente, avec une vitesse dépendant les diverses circonstances dans lesquelles se trouve le système. L'un des facteurs les plus importants est la température : l'élévation de celle-ci accélère notablement le phénomène. La rapidité dépend aussi de la nature de l'acide : elle est beaucoup plus grande pour les acides minéraux que pour les acides organiques, lesquels se combinent d'autant plus lentement à l'alcool que leur poids moléculaire est plus élevé. Elle est influencée enfin par les proportions relatives des

(1) Ann. Chim. Anal. II, 84, 1897.

(2) J. Soc. Chem. Ind. XXI, 96, 1902.

(3) Ann. Chim. Phys. (3), LXV, 335, 1862 ; LXVI, 3, III, 1862 ; LXVIII, 225, 1863.

corps réagissants : elle est accélérée par la présence d'un excès d'acide ou d'alcool. En présence d'un acide minéral fort, l'estérification de l'alcool par un acide organique s'opère beaucoup plus rapidement (1).

Berthelot a exprimé les résultats relatifs à un système formé initialement d'un équivalent d'acide et d'un équivalent d'alcool, au moyen de la formule :

$$dy = K \left( 1 - \frac{y}{l} \right) dx$$

dans laquelle  $y$  est la proportion (fraction d'équivalent) d'acide ou d'alcool combiné après le temps  $x$ , et  $l$  la valeur limite de  $y$ .  $1 - \frac{y}{l}$  est alors la proportion d'acide ou d'alcool libre.  $K$  est une constante, dépendant de la nature du liquide et de la température de l'expérience.

En intégrant l'équation différentielle et en déterminant la constante, par la condition que la quantité combinée est nulle au commencement de l'expérience, on trouve :

$$1 = \left( \frac{K}{l} x + 1 \right) \left( 1 - \frac{y}{l} \right)$$

équation qui représente une hyperbole équilatère rapportée à des axes parallèles à ses asymptotes.

L'action de l'eau sur les esters s'exerce d'une manière exactement correspondante à celle d'un acide sur l'alcool. Des quantités croissantes d'eau décomposent des quantités croissantes d'esters, sans pouvoir toutefois provoquer une décomposition totale. La limite est presque indépendante de la température et de la nature spéciale de l'acide, mais la rapidité de l'action est variable, comme dans le cas de l'estérification. L'influence de l'eau est diminuée par la présence d'un excès d'alcool ou d'un excès d'acide.

Dans le cas spécial des eaux-de-vie, qui ne renferment que des proportions très faibles d'acides, Berthelot (2) a constaté que la quantité des acides qui s'estérifie est une fraction à peu près constante de la quantité totale et dépend seulement du rapport entre l'alcool et l'eau. Il indique les valeurs limites ci-après, vers lesquelles tend le rapport entre l'acide estérifié et l'acide total, lorsque le poids de ce dernier décroît indéfiniment :

Eau	Alcool	Rapport limite
0	100	1.00
25	75	0.80
50	50	0.56
75	25	0.28
90	10	0.13
95	5	0.08
100	0	0.00

Pour se borner aux mélanges d'alcool et d'eau parmi lesquels les eaux-de-vie sont comprises, on obtient, avec une approximation suffisante, la proportion d'acide estérifiable, en ajoutant  $1/10$  à la proportion d'alcool dans le mélange. Si  $x$  est la quantité d'alcool % en poids,  $y$  celle de l'acide estérifiable (rapporté à l'acide total), on aura la relation très simple :

$$y = \frac{11x}{10}$$

Ainsi, dans une eau-de-vie renfermant 60 % d'alcool en poids, la quantité d'acide combiné sera de 66 % et celle de l'acide libre 30 % ; dans une eau-de-vie à 45 %, la première sera de 55 % et la seconde de 45 %.

Si, dans un spiritueux récemment distillé, la proportion entre les esters et les acides libres correspond à la limite d'estérification, il n'y aura pas de

(1) On explique aujourd'hui ce phénomène par l'action du pH sur l'estérification.

(2) Chimie végétale et agricole IV, 360. Paris, 1899.

modification en ce qui concerne les esters, tant que les éléments du mélange ne subiront pas de variations. Mais si au contraire les acides ou les esters prédominent, il y aura formation ou décomposition progressive des esters, de façon à ramener le système à son état d'équilibre régulier.

Ribereau-Gayon et Peynaud (1) ont montré que la limite théorique d'estérification ne pouvait être que très difficilement atteinte et que la vitesse du phénomène était fortement influencée par le pH du milieu. Des solutions de différents acides, tamponées à des pH variés, renfermant 70 à 80 milliéquivalents d'acidité libre par litre et 10 % d'alcool éthylique en volume, ont été placées en tubes scellés, dans une étuve chauffée à 100°. Nous donnons ci-après quelques-uns des résultats obtenus :

Acides	pH	Esters formés % d'acides libres après				
		2 jours	4 jours	8 jours	16 jours	30 jours
Ac. acétique . . .	3.10	4.6	6.1	6.8	8.4	8.7
	4.00	2.4	3.1	4.7	7.0	7.5
— propionique . .	3.00	4.6	6.0	7.5	8.5	9.0
	4.00	2.4	3.0	5.2	7.3	7.7
— butyrique . . .	3.00	2.5	4.0	5.1	7.0	7.5
	4.10	1.1	1.9	3.1	4.8	6.5
— malique . . .	3.00	9.2	9.7	10.0	10.2	10.2
	4.00	4.2	5.8	8.0	8.3	9.1
— citrique . . .	3.00	5.2	5.6	5.8	6.2	6.7
	3.60	4.8	5.4	5.7	6.1	6.5

Le coefficient limite d'estérification, calculé d'après la formule de la loi d'action de masse en prenant  $K = 4$ , est de 12.2 % et, d'après la formule empirique de Berthelot de 10.8 %. Il n'a été atteint par aucun des acides. Le chiffre final est d'autant plus rapproché de la limite, que la vitesse d'estérification a été plus grande. La réaction devient très lente lorsqu'elle approche de son terme. Les auteurs ci-dessus ont constaté que, dans les vins, la limite d'estérification n'était atteinte ni pour les acides fixes ni pour les acides volatils, même pas après 36 ans de conservation.

Il en est de même dans le cas des spiritueux, ainsi que le montrent les analyses ci-après d'eaux-de-vie très anciennes.

	Alcool en vol. %	Acides libres	Esters	Acides estérifiés % acides totaux	Coefficient d'estérification (2)
1 Rhum Everett 19 ans . . . . .	60.9	57.6	28.6	44.7	58.3
2 — Chapin 19 ans. . . . .	67.6	184.8	216.0	44.2	65.7
3 — Bacardi 63 ans . . . . .	44.4	38.4	29.6	34.5	41.0
4 — 18 ans . . . . .	71.7	46.	141.	67.6	70.6
5 — 23 ans . . . . .	74.1	85.	186.	59.8	73.6
6 — 28-30 ans . . . . .	74.3	47.	140.	66.9	73.7
7 — 30 ans . . . . .	61.1	68.	139.	58.1	58.5
8 — 33 ans . . . . .	58.3	43.	63.	44.6	55.4
9 Eau-de-vie des Charentes 19 ans .	61.8	65.4	78.5	44.9	59.4
10 — — 22 ans . . . . .	61.4	70.0	88.4	46.2	58.8
11 — — 37 ans . . . . .	47.5	95.9	63.3	30.9	44.2
12 — — 52 ans . . . . .	49.1	72.0	61.6	36.8	45.7
13 — — 57 ans . . . . .	52.0	66.0	68.6	41.4	48.8
14 — — de plus de 80 ans . . . . .	43.3	148.5	55.2	20.1	40.0
15 — — — . . . . .	37.8	151.2	74.4	25.1	34.5

Ces chiffres font voir que, sauf dans le cas des eaux-de-vie conservées en

(1) Bull. Soc. Chim. (6), III, 2325, 1936.

(2) Formule de Berthelot.

bouteilles (échantillons 4 à 9) la proportion d'acides estérifiés reste relativement éloignée du coefficient limite.

C'est qu'au cours de la conservation en fûts, les phénomènes d'estérification sont fortement influencés par la réaction des substances cédées au liquide par le bois, par l'oxydation qui peut s'exercer sur ces dernières substances ou sur l'alcool lui-même, enfin par l'endosmose qui modifie le rapport entre l'eau et l'alcool.

Ces influences se font surtout sentir pendant les premières années du vieillissement. Crampton et Tolman ont observé dans le cas des whiskies, dont le rapport *Acides : Esters* est inférieur à 1, que les acides se forment d'abord en plus grande quantité que les esters, mais que plus tard ceux-ci sont produits plus rapidement. A partir de la quatrième année, il s'établit entre les esters et les acides un équilibre correspondant à 1 : 1, qui ne varie plus sensiblement par la suite. Cet équilibre correspondrait approximativement, d'après les analyses données par les auteurs ci-dessus, à la transformation en esters de 70-75 % des acides estérifiables, palier qu'il serait ensuite difficile de dépasser, même après 8 années de vieillissement en fût.

Valaer et Frazier (1) n'ont pu cependant confirmer les conclusions de Crampton. Ils ont observé que les acides dépassent les esters au bout de 6 mois et que l'écart entre ces substances tend plutôt à augmenter qu'à diminuer par la suite. Dans les eaux-de-vie très anciennes conservées dans le bois (échantillons 14 et 15 du tableau précédent), Lussion et Rocques ont également trouvé une forte prédominance d'acides libres.

Crampton et Tolman ont observé pour les whiskies une augmentation de la quantité réelle des esters au cours de la conservation en fûts. Valaer a fait des constatations analogues pour le whisky, le rhum et les eaux-de-vie de vin, aux Etats-Unis. Par contre, Rocques a noté que si, dans le vieillissement des eaux-de-vie de Cognac, il y a au cours des premières années augmentation relative des esters, par suite de la concentration, il se produit en fait une diminution de leur quantité réelle, diminution qui peut être très sensible dans les eaux-de-vie très vieilles. Ces divergences paraissent dues d'une part à la composition des spiritueux examinés, et d'autre part à la méthode de vieillissement appliquée. En France, les eaux-de-vie de Cognac, riches en esters et mises en fût à haut degré (70°), subissent une diminution de la richesse alcoolique qui abaisse la limite d'estérification, tandis qu'aux Etats-Unis les spiritueux, plus pauvres en esters, sont dilués avant le vieillissement et présentent au cours de celui-ci une élévation du degré alcoolique.

Dans les récipients de verre, les réactions qui se produisent sont moins complexes et le rapport *Acides : Esters* se rapproche davantage de l'équilibre normal. Cependant, d'après Schidrowitz et Kaye, les alcalis cédés par le verre auraient une influence marquée sur le taux des acides et des esters, qui se trouvent diminués. Valaer et Frazier ont constaté que du whisky jeune conservé en bouteilles ne présentait, au bout de 5 ans, aucune modification sensible de composition ; le goût et l'odeur désagréables du produit jeune avaient seulement disparu. Par contre, dans les cas de whiskies déjà vieillis, ils ont observé, au bout de 4 ans, une réduction de la teneur en acides, pouvant aller jusqu'à 12 gr par hectolitre (5 gr. en moyenne), une diminution progressive des aldéhydes et surtout du furfurol, enfin, une légère augmentation des esters et de la coloration.

On accordait autrefois une importance primordiale à l'estérification dans l'amélioration du bouquet des eaux-de-vie au cours du vieillissement. Certains auteurs attribuaient à la formation lente des esters la fusion des goûts multiples que présentent les eau-de-vie récentes et la production de la saveur continue dite « fondue ». D'autres considéraient que le goût âpre et désagréable des spiritueux jeunes était dû aux acides gras, et que l'amélioration du goût provenait de la disparition de ces corps par estérification.

Par la suite, on s'est rendu compte que la proportion des esters n'augmentait pas sensiblement pendant la conservation et que, dans de nombreux cas même, il y avait diminution de la teneur absolue. Divers chimistes ont été en

(1) Ind. Eng. Chem. XXVIII, 92, 1936.

conséquence amenés à admettre que ces substances ne participaient pas au vieillissement, ou du moins ne jouaient qu'un rôle très secondaire par rapport aux phénomènes d'oxydation.

Le fait que la quantité globale des esters ne subit pas de variations sensibles n'exclut cependant pas la possibilité de modifications profondes dans la nature des esters. Les observations de Bellet (1) tendent même à montrer que c'est bien ce qui se produit dans la réalité.

Cet auteur a dosé, à plusieurs années d'intervalle, les quantités d'esters existant dans les diverses parties d'une eau-de-vie des Charentes, fractionnée avec soin en 4 parties égales. Il a obtenu les résultats suivants :

	Eau-de-vie globale	Esters en gr. par hl. d'alcool à 100°			
		1 <sup>er</sup> quart	2 <sup>e</sup> quart	3 <sup>e</sup> quart	4 <sup>e</sup> quart
1913 . . . . .	412	46	22	31	45
1922 . . . . .	408	28	22	31	23
1926 . . . . .	414	—	—	—	—
1930 . . . . .	412	—	—	—	—
1934 . . . . .	416	46	26	23	49

Ces chiffres montrent que, si la quantité totale des esters est restée à peu près constante, par contre la nature des esters s'est modifiée et que cette modification a tendu à les rendre nettement plus volatils.

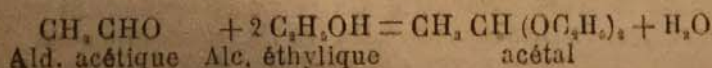
Par ailleurs, l'auteur a constaté que la teneur en alcools supérieurs ne variait pas sensiblement : elle était pour chacun des premiers quarts : de 53 en 1913, 50 en 1922 et 51 en 1934, et pour la totalité du liquide de : 205 en 1913, 195 en 1922 et 180 en 1934. Comme la progression des alcools supérieurs n'a pas suivi celle des esters dans le premier quart, il y aurait donc lieu d'admettre une transformation des esters d'alcools supérieurs en esters d'alcools inférieurs.

En ce qui concerne les aldéhydes, il s'est produit une augmentation sensible, nullement en rapport avec la faible variation des alcools supérieurs, les quantités trouvées en 1913, 1922 et 1934 étant respectivement de 5, 26 et 38.

Bellet explique les résultats ci-dessus par l'intervention du phénomène d'alcoololyse. En solution alcoolique faiblement acide, les esters se transforment en ester éthylique avec mise en liberté de l'alcool supérieur correspondant (Haller) (2). Puis, les alcools supérieurs ainsi libérés s'oxydent peu à peu et se transforment en aldéhydes. L'une des réactions essentielles du vieillissement, plus importante que le phénomène d'oxydation, serait la réaction d'alcoololyse. Celle-ci se produira d'autant plus vite que le milieu acide se sera établi plus rapidement. C'est ce qui expliquerait, d'après l'auteur ci-dessus, pourquoi les eaux-de-vie relativement neutres vieillissent moins rapidement que les autres et pourquoi le vieillissement rapide par oxydation artificielle n'a pas donné jusqu'ici les bons résultats escomptés.

### Acétalisation.

D'après Trillat (3), la formation d'acétals, par combinaison entre l'aldéhyde acétique et les alcools, jouerait un rôle important dans la constitution du bouquet des vins et des spiritueux :



La réaction, qui a lieu sans intervention de l'oxygène, se produit dans les bouteilles et les tonneaux, et se trouverait favorisée par la présence de certains agents de contact, comme le tanin, et par l'acidité du milieu. La présence de l'acétal a été caractérisée par l'auteur dans des échantillons de vieux cognac.

(1) Bull. Soc. Chim. (6), 713, 1927.

(2) C. R. CXLIII, 659, 1906.

(3) C. R. CXXXVI, 171, 1903.

Les acétals possèdent une grande puissance aromatique. Le parfum de certains d'entre eux est déjà reconnaissable à la dose de 1/10.000 (Trillat).

### Alcools supérieurs.

Les observations faites par les divers auteurs qui ont étudié les variations de composition des spiritueux au cours du vieillissement (Rocques, Lusson, Crampton et Tolman, Valaer), tendent à montrer que le taux des alcools, s'il augmente relativement, par suite de la concentration de l'eau-de-vie en fûts, varie peu ou diminue légèrement en valeur absolue.

Crampton et Tolman ont constaté, dans le cas des « Rye whiskies », une légère augmentation absolue jusqu'à la deuxième année (16 gr. en moyenne par hl. d'eau-de-vie à 50°), suivie d'une diminution par la suite, et, pour les « Bourbon whiskies », une faible diminution continue de la première à la huitième année. Valaer et Frazier ont observé des pertes plus fortes, de 6.9 à 58.4 gr. par hl. d'eau-de-vie (moyenne 28.6 gr.), dans des whiskies conservés pendant 4 ans.

Suivant Allen (1), le bois des futailles exercerait une action absorbante vis-à-vis des alcools supérieurs, ce qui expliquerait la diminution des taux de ces substances dans les spiritueux vieillis. Analysant le liquide obtenu en traitant à la vapeur d'anciens fûts à whisky, l'auteur a constaté qu'il renfermait des quantités plus fortes d'alcools supérieurs que les whiskies du commerce. Il a également observé que des débris de liège et des copeaux de chêne, mis en contact avec une solution d'alcool neutre renfermant de l'alcool amylique, retenant une proportion beaucoup plus élevée de ce dernier que d'alcool éthylique.

D'après Bellet, il y aurait, au cours de la conservation, production d'alcools supérieurs nouveaux par alcoolise des esters supérieurs et transformation en aldéhydes d'une partie de ces alcools, la résultante des deux phénomènes étant le maintien des alcools supérieurs à un taux à peu près constant.

Certains auteurs ont considéré les alcools supérieurs comme étant la cause du goût désagréable des spiritueux jeunes (Allen).

### Composition chimique des spiritueux vieillis.

Rocques, en France, a étudié les variations de composition d'une eau-de-vie des Charentes placée dans un fût de chêne neuf de 25 litres, et traitée comme les eaux-de-vie commerciales. Il a obtenu les résultats suivants :

Age de l'eau-de-vie	Volume (en l.)	Alcool %	Extrait sec	Acides fixes	Acides volatils	Aldéhydes	Furfurol	Esters	Alcools sup.
Nouvelle . .	21.89	59.7	traces	4.2	19.2	20.2	0.1	80.1	60.7
18 mois. . .	17.41	56.5	88	6.0	60.0	20.1	0.3	82.6	67.1
48 mois. . .	14.12	52.1	13.4	9.0	76.8	19.9	0.3	79.9	85.0

Crampton et Tolman, aux Etats-Unis, ont suivi pendant 8 années les variations de composition de 31 barils de whisky de 180-190 litres, placés en chais chauffés pendant l'hiver (Rye whiskies) ou en chais non chauffés (Bourbon whiskies). Les barils, en chêne blanc d'Amérique, étaient brûlés au montage. Les alcools supérieurs ont été dosés par la méthode Allen-Marquardt. La coloration a été déterminée dans une cellule d'un demi-pouce à l'aide d'un tintomètre Lovibond, et les résultats exprimés en degrés de l'échelle de brasserie. Les chiffres ci-après représentent les moyennes fournies par 14 échantillons de Rye whisky et 17 de Bourbon whisky, conservés dans des conditions aussi variées que possible.

(1) J. Soc. Chem. Ind. X, 395, 519, 1891.

Nature de l'eau-de-vie	Age	Alcool %	Coloration	Extrait sec	Acides	Esters	Aldéhydes	Furfurol	Alc. sup.
Rye whisky.	Jeune	50.6	—	13.3	4.4	46.3	5.4	1.0	90.4
Bourbon —	—	50.5	—	26.5	10.0	18.4	3.2	0.7	100.9
Rye —	1 an	51.2	8.8	119.7	46.6	37.0	7.0	1.8	111.5
Bourbon —	—	0.9	7.1	99.6	41.1	28.0	5.8	1.6	110.1
Rye —	2 ans	52.4	11.6	144.7	51.9	54.0	10.5	2.2	112.4
Bourbon —	—	51.1	8.6	126.8	45.6	40.0	8.4	1.6	108.9
Rye —	3 ans	53.7	13.2	171.4	62.7	61.5	12.5	1.5	112.7
Bourbon —	—	51.5	10.0	149.3	54.3	48.1	10.5	1.7	112.4
Rye —	4 ans	53.6	14.0	185.0	65.9	69.3	13.9	2.8	125.1
Bourbon —	—	52.1	10.8	151.9	58.4	53.5	11.0	1.9	123.9
Rye —	5 ans	56.9	15.9	206.5	67.6	75.0	15.0	3.2	128.1
Bourbon —	—	33.0	12.3	173.3	56.3	55.9	11.4	1.9	125.3
Rye —	6 ans	59.0	17.0	223.1	72.4	80.4	14.6	3.3	145.5
Bourbon —	—	53.0	12.3	173.3	56.3	55.9	11.4	1.9	125.3
Rye —	7 ans	60.0	18.0	242.2	76.7	84.2	15.5	3.2	145.2
Bourbon —	—	54.8	13.9	200.9	71.9	63.5	12.4	1.9	137.2
Rye —	8 ans	61.9	18.6	256.0	82.9	89.1	16.0	3.4	154.2
Bourbon —	—	55.5	14.2	210.3	76.4	65.6	12.9	2.1	143.5

(en gr. par hl. d'eau-de-vie à l'origine)									
Rye whisky.	Jeune								
Bourbon —	—	—	—	13.6	4.7	13.7	4.91	0.97	83.2
Rye —	1 an	8.4	114.6	41.8	35.3	8.71	1.7	106.8	
Bourbon —	—	6.4	90.1	34.4	24.9	5.55	1.3	105.8	
Rye —	2 ans	10.6	133.6	49.8	49.3	9.02	1.9	109.7	
Bourbon —	—	6.7	114.8	42.7	37.3	7.78	1.4	107.3	
Rye —	3 ans	11.5	150.4	54.4	54.3	9.80	2.2	104.4	
Bourbon —	—	8.3	130.7	47.8	42.5	9.15	1.5	107.3	
Rye —	4 ans	11.6	153.1	54.2	57.2	11.2	2.2	102.0	
Bourbon —	—	8.9	127.7	48.9	45.0	9.3	1.5	106.3	
Rye —	5 ans	12.2	158.8	54.8	57.5	11.3	2.5	100.1	
Bourbon —	—	10.0	140.2	49.3	45.0	9.2	1.5	100.7	
Rye —	6 ans	12.3	161.0	54.8	55.5	11.3	2.4	105.9	
Bourbon —	—	10.8	142.5	51.8	45.2	9.1	1.4	103.8	
Rye —	7 ans	12.0	161.3	51.9	56.6	10.6	2.2	98.8	
Bourbon —	—	10.2	147.1	52.4	46.4	9.0	1.4	101.6	
Rye —	8 ans	11.1	163.8	52.6	56.7	10.6	2.2	99.0	
Bourbon —	—	10.0	147.7	53.6	45.9	8.8	1.5	97.1	

Valaer a étudié les variations de composition des rhums conservés pendant 2 ans en barils de chêne neufs ou usagés, brûlés ou non brûlés. La coloration a été déterminée comme dans le cas précédent et les alcools supérieurs dosés par la méthode officielle américaine (Allen-Marquardt modifiée). Nous donnons ci-après quelques-unes des analyses effectuées par l'auteur.

Age en mois	Volume en litres (1)	Alcool %	pH	Coloration	Extrait sec	Acides		Aldéhydes	Furfurol	Esters	Alc. sup.
						totaux	volatils				
(en gr. par hl. d'eau-de-vie)											
<i>Rhum 1. Pensylvanie</i>											
0	170.7	51.5	4.66	2	28	16.8	9.6	4.4	0.6	16.7	123.0
6	—	51.5	4.44	5	66	33.6	28.8	5.1	1.0	21.1	123.2
12	—	52.7	4.46	6	66	38.4	31.2	6.3	1.2	24.6	124.1
18	143.0	53.2	4.35	7.5	94	45.6	33.6	6.3	1.0	28.2	128.5
24	137.4	54.4	4.30	8.0	106	52.8	39.6	6.6	1.0	32.6	126.7

(1) Non déduites les quantités de liquide prélevées comme échantillons pour l'analyse.



*Rhum 2. Kentucky*

0	183.5	51.	4.28	0	16	14.4	14.4	40	5.5	43.1	102.1
6	—	51.1	4.33	11.0	136	69.6	52.8	40	8.2	47.5	103.4
12	—	52.2	4.17	13.5	168	80.4	67.2	40	8.2	60.7	108.6
18	155.9	52.4	4.13	16.5	184	84.0	67.2	40.1	10.0	65.1	117.1
24	149.1	53.4	4.28	17.0	204	88.8	73.3	34.3	12.0	73.0	116.2

*Rhum 3. Massachusetts*

0	175.6	50.3	4.68	0	66	38.4	36.0	4	1.2	22.0	91.7
6	—	50.2	4.42	7.5	86	84.0	74.0	6.4	1.2	29.0	91.5
18	157.0	50.7	4.37	11.0	142	93.4	86.4	7.2	1.4	45.5	93.3
24	153.3	51.2	4.30	13.0	162	98.4	86.4	7.2	1.6	51.0	96.8

*Rhum 4. Massachusetts*

12	175.6	48.4	4.52	7.5	102	88.8	76.8	5.0	1.0	22.9	187.3
18	—	48.8	4.33	6.0	104	93.6	81.0	5.5	1.2	44.9	198.9
24	162.0	48.4	4.20	5.0	102	96.0	86.4	5.1	1.2	51.9	204.2
30	155.5	48.4	4.20	6.0	110	96.0	86.4	5.9	1.2	55.4	212.9

*Rhum 5. Massachusetts*

0	181.3	51.4	5.28	0	12	4.8	4.8	6.0	4.8	18.5	98.6
6	—	51.4	4.40	7	84	48.0	48.0	7.0	5.	22.9	98.6
12	—	51.3	4.30	7.5	108	54.6	48.0	7.2	7.5	22.9	99.4
18	164.2	51.4	4.33	6.0	114	60.2	55.2	7.4	6.0	25.5	100.3
24	159.7	51.8	4.23	6.4	130	62.4	56.4	7.7	6.4	29.9	102.1

*Rhum 6 Massachusetts*

18	174.5	51.7	4.48	10.5	156	66.2	55.2	7	1.5	35.2	174.2
24	—	52.4	4.38	11.0	178	74.4	55.2	9.6	1.4	40.5	176.2
30	141.2	52.5	4.39	13.0	180	74.4	64.8	9.0	1.0	39.6	178.0
36	136.2	53.1	4.42	14.0	182	72.2	62.4	7.3	1.2	42.2	179.8

Observations — (1) Baril usagé, chai en briques, chauffé pendant l'hiver (température moyenne 21°C).

(2) Baril neuf en chêne blanc brûlé ; chai chauffé : température au cours de la 1<sup>e</sup> année 26 - 30° et au cours de la 2<sup>e</sup> année 21 - 22°.

(3) Baril neuf en chêne blanc brûlé, chai chauffé ; température moyenne annuelle 21°.

(4) Baril usagé ; chai chauffé et pourvu d'un humidificateur arrosant les barils avec de la vapeur chaude. Température moyenne annuelle 25° 5 ; humidité relative 85°.

(5) Baril neuf en chêne brûlé ; chai chauffé ; température moyenne 21°.

(6) Baril neuf en chêne blanc brûlé ; chai en bois ; température moyenne 23°.

Le même auteur a étudié les changements qui se produisent au cours du vieillissement dans les eaux-de-vie de vin de Californie (1). Celles-ci, contrairement au whisky et au rhum, sont logées en fûts de chêne non brûlés et placées en chais non chauffés pendant l'hiver.

Age en mois	Alcool %	pH	Coloration	Extrait sec	Acides		Aldéhydes	Furfurol	Esters	Alc. sup.
					totaux	volatils				
(en gr. par hl. d'eau-de-vie)										

*U. S. Brandy N° 1*

0	50	6.78	5	57.8	3.6	3.6	2.0	0	24.6	75.2
6	50	5.50	4.5	68.0	9.6	7.2	3.0	0	25.8	76.6
12	50	5.12	5.0	70.0	14.4	13.2	3.2	0.14	26.0	77.2
18	50.3	5.00	5.0	79.2	16.8	15.6	3.4	0.16	26.3	77.4
24	50.7	5.00	5.0	72.0	19.2	18.8	3.4	0.16	26.3	79.2
30	50.7	4.92	5.5	82.0	21.8	20.4	3.0	0.2	26.4	82.2
36	50.8	4.85	5.0	84	24.0	21.6	3.3	0.3	29.0	82.7
42	51.1	4.83	5.5	88	26.0	22.8	3.5	0.4	30.4	83.5
48	51.4	4.82	6.0	94	27.6	25.3	3.7	0.4	31.1	84.5

*U. S. Brandy N° 2*

0	50.1	5.35	2.5	65.5	8.4	7.2	2 0	0.5	40.5	79.2
6	50.9	4 01	5	104	40.8	32.4	6.0	0.7	44.9	83.1
12	51.4	3.96	10	172	62.4	46.8	7.9	1.4	58.1	85.3
18	51.7	3.05	10.5	180	67.2	49.2	7.7	1.4	58.9	86.2
24	52.0	3.93	10.5	194	69.6	52.8	7.8	1.4	59.8	88.9
30	52.3	3.93	11.5	198	74.4	56.4	8.4	1.2	62.5	100
36	52.3	3.91	12.0	214	76.8	62.2	9.8	2.0	66.6	102
42	52.3	3.91	13.0	215	76.8	64.8	10.8	2.0	67.8	103.4
48	52.5	3.90	13.5	230	79.2	65.4	11.2	2.0	71.3	104.3

*U. S. Brandy N° 3*

0	50.1	6.48	4	42.6	4.8	3.6	4.2	0.3	47.5	63.4
6	49.7	4.67	4.5	58.0	16.8	15.6	5.3	0.5	47.5	64.1
12	49.9	4.55	5.5	84.0	43.2	32.4	6.9	1.0	45.8	66.3
18	49.9	4.52	6	97.2	40.8	36.0	6.9	1.2	49.3	68.6
24	50.4	4.46	6.5	104.0	48.0	42.0	8.1	1.2	49.3	70.1
30	50.5	4.46	6.5	104.0	50.4	44.4	8.4	1.2	53.7	72.2
36	51.2	4.45	7.0	118.0	55.2	50.4	8.5	1.2	53.7	75.7
42	51.5	4.44	7.5	129	57.2	50.8	8.8	1.3	54.5	78.2
48	52.1	4.43	7.5	144	60.0	54.0	9.7	1.5	57.2	79.2

*U. S. Brandy N° 4*

0	50.9	5.04	0.2	2	9.6	9.6	16.6	traces	29.9	66.4
6	50.9	4.87	0.2	8	9.6	9.6	16.5	0.3	31.6	66.9
9	50.7	4.65	0.3	8	12.0	12.0	16.3	0.7	31.7	66.9
9 3/4	51.0	4.65	0.3	8	19.2	13.2	16.3	0.7	31.7	66.4
12 3/4	51.1	4.60	0.3	11.0	19.2	14.4	16.1	0.8	33.0	66.4
15 3/4	51.1	4.62	0.3	14.0	19.2	15.6	16.1	0.8	35.0	66.4
18 3/4	51.1	4.60	0.4	14.0	21.6	16.8	16.2	0.8	36.0	66.9
21 3/4	51.2	4.60	0.5	22.0	24.0	19.2	16.2	0.8	36.1	66.9
24	51.3	4.60	0.5	22.0	26.4	24.0	16.2	1.0	36.1	66.9

Observations : (1) Baril non brûlé - Perte de liquide en 4 ans : 29.23 l.  
 — (2) Baril neuf non brûlé - Perte de liquide en 4 ans : 38. 36 l.  
 — (3) Baril neuf non brûlé - Perte de liquide en 4 ans : 20.32 l.  
 — (4) Baril paraffiné - Perte de liquide en 4 ans : 5.02l. (barils de 180 - 190 litres).

Les modifications chimiques sont comparables à celles notées pour les whiskies et les rhums. Toutefois, elles sont plus atténuées, plus lentes et plus régulières. Dans le cas des rhums et des whiskies, les transformations les plus importantes ont lieu au cours des 6 premiers mois de conservation.

Arroyo, à Porto-Rico, a obtenu, entre autres, les résultats suivants, avec des rhums de mélasse et de vesou, vieillis en barreaux de chêne de 5 gallons non brûlés, après dilution à 50° environ :

Nature	Alcool %	Ac. totaux   Esters   Aldéhydes   Alc. sup.			
		(en gr. par hl. d'alcool à 100°)			
<i>I. — Rhum de mélasse</i>					
Rhum brut . . . . .	76.80	11.90	61.87	39.60	181.90
— dilué . . . . .	52.50	8.70	47.10	41.30	177.50
— — 3 mois. . . . .	51.88	62.40	42.70	66.30	175.40
— — 6 mois. . . . .	52.47	73.70	60.40	56.50	173.40
— — 9 mois. . . . .	52.15	150.70	67.50	45.60	174.40
— — 12 mois. . . . .	52.93	174.40	109.80	40.20	173.00
<i>II. — Rhum de mélasse</i>					
Rhum brut . . . . .	80.25	29.50	100.80	68.30	192.40
— dilué . . . . .	50.00	37.10	92.00	72.20	182.90
— — 3 mois. . . . .	48.80	121.30	86.50	52.00	176.60
— — 6 mois. . . . .	48.50	172.70	83.50	58.70	175.00
— — 9 mois. . . . .	45.91	188.20	128.60	74.30	165.70
— — 12 mois. . . . .	46.50	211.00	133.30	82.40	167.80

Nature	Alcool %	Ac. totaux	Esters	Aldéhydes	Alc. sup.
		(en gr. par hl. d'alcool à 100°)			
III. — Rhum de mélasse					
Rhum brut . . . . .	75.60	73.00	162.20	41.90	33.70
— dilué . . . . .	47.25	67.44	115.40	46.80	34.10
— — 3 mois. . . . .	45.95	151.40	105.40	75.30	36.60
— — 6 mois. . . . .	46.14	177.10	121.60	108.60	36.80
— — 9 mois. . . . .	45.84	220.50	138.20	71.80	36.50
— — 12 mois. . . . .	45.83	304.90	142.00	51.90	36.80
IV. — Rhum de mélasse (non dilué)					
Rhum brut . . . . .	78.30	33.50	384.40	65.40	76.90
— 3 mois . . . . .	71.63	95.60	456.20	64.80	84.10
— 6 mois . . . . .	72.43	130.00	457.40	78.70	83.10
— 9 mois . . . . .	71.38	161.50	493.10	79.90	84.30
— 12 mois . . . . .	70.02	200.50	520.80	94.70	85.90
V. — Rhum de vesou déféqué					
Rhum brut . . . . .	82.09	12.70	82.60	74.20	144.60
— dilué . . . . .	48.26	17.60	72.90	66.70	—
— — 3 mois. . . . .	47.40	81.00	51.90	51.30	—
— — 6 mois. . . . .	47.64	125.14	62.80	44.00	—
— — 9 mois. . . . .	48.63	187.90	97.70	59.80	—
— — 12 mois. . . . .	48.24	222.20	113.20	54.30	138.90
VI. — Rhum de vesou déféqué					
Rhum brut . . . . .	80.05	8.40	49.50	56.00	48.60
— dilué . . . . .	48.25	9.50	43.70	44.60	—
— — 3 mois. . . . .	46.93	33.00	56.30	36.70	—
— — 6 mois. . . . .	46.44	50.40	59.80	37.00	—
— — 9 mois. . . . .	47.16	92.60	60.70	39.60	—
— — 12 mois. . . . .	46.92	108.00	63.70	43.20	101.50
VII. — Rhum de vesou déféqué (non dilué)					
Rhum brut . . . . .	50.20	13.30	36.90	34.30	142.80
— 3 mois . . . . .	46.84	75.02	48.55	29.02	—
— 6 mois . . . . .	47.15	141.20	67.20	55.60	—
— 9 mois . . . . .	47.14	168.40	69.50	55.90	—
— 12 mois . . . . .	48.00	169.90	97.10	61.70	132.00

Ces analyses montrent l'influence de la dilution sur l'hydrolyse des esters, qui se continue pendant les premiers mois de la conservation. Il y a une faible réduction de la richesse alcoolique et une très forte augmentation de l'acidité, qui contrastent avec les résultats obtenus par Valaer aux États-Unis et qui s'expliquent par les conditions spéciales de la conservation (climat tropical de Porto-Rico, capacité réduite des récipients).

D'autres analyses effectuées sur des spiritueux de 1, 2 et 3 ans ont amené le même auteur à conclure que l'acidité des rhums de vesou et de mélasse continue à augmenter au cours des 2<sup>e</sup> et 3<sup>e</sup> années, mais beaucoup plus lentement. Il y a un accroissement régulier des esters au cours de la conservation, le taux de ceux-ci étant toujours plus élevé dans les rhums de mélasse. Au bout de la première année de vieillissement, la composition de ces derniers est beaucoup mieux équilibrée (en ce qui concerne notamment les rapports *Esters : Acides, Alc. supérieurs : Non-alcool*) que ceux de vesou. L'équilibre est atteint pratiquement au bout d'un an dans le cas des rhums de mélasse, tandis qu'il continue à s'améliorer dans le cas des rhums de vesou, même après 3 ans. Ceci explique que les premiers mûrissent beaucoup plus rapidement que les seconds.

Arroyo, à la suite de nombreuses analyses de rhums de différents âges, a trouvé les rapports moyens ci-après entre les constituants du non-alcool. Les

spiritueux examinés ont été obtenus par l'auteur dans ses travaux de fermentation, dilués à 50° et conservés en tonnelets de chêne de 5 gallons (ce qui a dû hâter la rapidité du vieillissement).

Rapports	Rhums de mélasse			Rhums de vesou		
	Brut	1 an	2 ans	Brut	1 an	2 ans
Esters : Alc. sup. . . . .	0.66:1	0.86:1	1.28:1	0.36:1	0.46:1	0.72:1
Esters : Aldéhydes . . . .	1.90:1	2.10:1	2.22:1	1.41:1	1.43:1	1.74:1
Esters : Ac. volatils . . . .	4.90:1	1.05:1	1.03:1	5.83:1	0.86:1	0.76:1
Alc. sup. : Non-alc. . . . .	0.47:1	0.30:1	0.30:1	0.60:1	0.41:1	0.29:1

Le rapport *Esters : Alc. supérieurs* subit une augmentation sensible, surtout dans le cas des rhums de mélasse et au cours de la seconde année (ce qui provient en partie de l'hydrolyse des esters consécutive à la dilution). Il en est de même du rapport *Esters : Aldéhydes*, dont l'accroissement est cependant moins important. Le rapport *Esters : Acides volatils* diminue fortement, par suite de la formation de la grande quantité d'acides, mais se trouve à peu près stabilisé à la fin de la première année : il demeure supérieur à l'unité dans les rhums de mélasse et descend au-dessous de 1 dans les rhums de vesou.

Büttner et Miermeister (1) ont analysé des eaux-de-vie de vin conservées à l'obscurité pendant 18 mois, dans des bouteilles de verre à demi-remplies et bouchées avec des bouchons de liège. Certains échantillons ont été mis à vieillir tels quels et les autres après dilution avec de l'eau, de manière à ramener le titre à 40°.

Nature	Alcool %	Acides	Esters	Aldéhydes	Furfurol	Alcools supérieurs
Eau-de-vie primitive . . . .	67.6	12.0	140.8	5.0	—	160.0
— après 18 mois	66.5	20.0	269.8	10.0	—	140.0
— réduite après 18 mois	40.2	20.0	246.4	9.9	—	137.9
Eau-de-vie primitive . . . .	64.3	9.6	110.0	23.0	0.56	285.0
— après 18 mois	63.1	16.0	176.0	30.0	0.6	277.0
— réduite après 18 mois	41.3	14.0	152.5	46.0	0.38	266.6
Eau-de-vie primitive . . . .	71.5	10.0	146.6	3.0	2.40	350.0
— après 18 mois	70.0	12.0	199.4	26.9	2.48	333.0
— réduite après 18 mois	40.5	11.0	193.6	25.0	2.50	322.0

Les phénomènes d'oxydation et d'estérification ont été beaucoup plus énergiques qu'on ne l'admet habituellement pour les spiritueux conservés en bouteilles. A signaler aussi l'élévation du titre alcoolique pour les échantillons ramenés à 40° à la mise en bouteille.

Nous avons obtenu, au Laboratoire du Service de l'Agriculture de la Martinique, des résultats très différents des précédents, sur des échantillons de rhum conservés pendant 4 à 12 ans en flacons de verre blanc, de 250 cc., remplis aux 4/5 environ et bouchés à l'émeri (éch. 1, 2, 3, 4, 6) ou avec des bouchons de liège (éch. 5, 7, 8). Les flacons étaient placés à la lumière et la température moyenne du local de 30°C.

(1) Z. Unters. Lebensm. LXII, 317, 1931.

N°	Date de l'analyse	Alcool %	Extrait sec (gr par litre)	Acides	Aldé-	Esters	Furfu- rol	Alcools sup.	Acides estérifiés %	Limite d'estéri- fication
				totaux						
				(en gr. par hl. d alcool à 100°)						
1 a	sept. 1935	56.8	4.06	109.8	19.7	91.5	1.2	400.0	36.2	53.9
1 b	mai 1944	55.4	2.80	106.1	23.0	105.6	0.9	700.0	40.3	52.3
2 a	sept. 1935	73.7	0	11.4	20.7	36.9	0	400.0	68.8	73.0
2 b	mai 1944	73.1	0	6.7	18.0	29.9	0	651.0	75.2	72.3
3 a	mai 1939	63.9	0.64	13.1	33.5	26.4	0	330.0	58.0	61.6
3 b	mai 1944	61.5	0	3.9	15.0	21.1	0	380.0	78.6	59.0
4 a	mai 1939	61.0	1.57	53.1	70.0	35.2	tr.	200.0	31.4	58.4
4 b	mai 1944	60.2	1.25	39.8	24.0	44.0	0	292.0	43.0	57.5
5 a	déc. 1938	60.9	9.44	92.6	29.0	42.2	tr.	300.0	23.6	58.3
5 b	mai 1944	59.2	8.00	95.6	21.0	56.3	0.7	222.0	28.7	56.4
6 a	mai 1939	57.7	8.28	126.3	27.5	68.6	0.6	150.0	26.9	54.7
6 b	mai 1944	57.3	8.82	125.6	20.0	126.7	tr.	165.0	40.8	54.3
7 a	sept. 1939	58.7	3.00	384.3	19.0	538.5	3.5	36.7	48.8	55.9
7 b	mai 1944	58.4	3.50	392.4	21.0	572.0	2.6	65.0	48.9	55.6
8 a	sept. 1939	59.9	0	284.7	18.9	334.4	tr.	20.0	45.5	57.2
8 b	mai 1944	57.3	0.60	222.0	20.0	299.2	tr.	65.0	47.8	54.3

**Observations** — Les analyses ont été effectuées, par le même chimiste, au moyen des méthodes officielles françaises, sauf pour l'extrait sec qui a été déterminé d'après la différence existant entre le degré alcoolique apparent et le degré alcoolique réel (formule de Blarez).

Les rhums examinés présentaient les caractéristiques suivantes :

- 1 : Rhum de jus de canne, vieilli en fût de chêne brûlé, non additionné de caramel, âgé de 4 ans à l'époque de la première analyse ;
- 2, 3, 4 : Rhums de jus de canne nouveaux, non caramélisés. L'échantillon 4, blanc à l'origine, était devenu jaunâtre à l'époque de la seconde analyse ;
- 5, 6 : Rhums de mélasse nouveaux, caramélisés ;
- 7 : Rhum grand arôme (Galion), non caramélisé, vieilli en fût de chêne brûlé pendant 3 ans ;
- 8 : Rhum grand arôme (Galion) nouveau non caramélisé.

En ce qui concerne l'acidité, on note tantôt une diminution plus prononcée pour les échantillons de rhums jeunes non colorés : 2, 3, 4, 8), due à l'action neutralisante des alcalis du verre ; et tantôt une légère augmentation. Ce comportement des acides est très vraisemblablement en relation avec la faible capacité des récipients de conservation et la surface relativement très importante du verre par rapport au volume du liquide.

Les aldéhydes paraissent tendre vers un équilibre : ils augmentent ou diminuent suivant qu'ils sont à l'origine en faible ou en forte quantité. Le furfurol décroît. Les esters augmentent chaque fois que la limite d'estérification n'est pas atteinte, ils diminuent si celle-ci est dépassée, à la suite d'une neutralisation des acides et d'une réduction du titre alcoolique. Il n'y a d'exception que dans le cas de l'échantillon 8, pour lequel il a dû se produire une saponification importante des esters sous l'action des alcalis du verre. Quant aux alcools supérieurs, ils présentent, à une exception près (éch. 5), un taux d'accroissement absolument anormal, qui ne paraît pouvoir être expliqué que par l'imperfection de la méthode de dosage utilisée (irrégularités de composition de la liqueur type).

Enfin, nous donnons ci-après la composition, d'après divers auteurs, d'eaux-de-vie très anciennes :

Nature	Alcool en vol. %	Extrait sec	Acides		Aldé- hydes	Furfurol	Esters	Alcools sup.
			totaux	volatils				
(en gr. par hl. d'eau de-vie)								
1 Rhum Everett 19 ans.	60.9	175	57.6	52.8	20	0	68.6	288.6
2 — Chapin 19 ans.	67.6	274	184.8	148.8	48	7.2	216.0	450.6
3 — Jamaïque 8 ans.	49.9	880	76.8	60.0	14.4	2.8	95.0	99.8
4 — — 10 ans.	21.2	260	36.0	24.0	16	1.6	63.3	99.3
5 — — 15 ans.	49.3	450	57.6	48.0	20.0	4.0	59.8	91.5
6 — Cuba 15 ans.	44.0	956	60	49.2	7.7	0.3	29.9	65.1
7 — — 30 ans.	42.3	176	14.4	14.4	0.6	0	29.9	74.8
8 — Bacardi 63 ans.	44.4	105	38.4	—	0	0	29.9	87.1
9 — Martinique 8 ans.	48.2	1.105	158.4	—	10.2	0.4	65.0	292.1
10 Rhum 18 ans . . .	71.7	265	46	25	49	0.6	141	273.5
11 — 23 ans . . .	74.1	461	85	69	6	0.9	186	266.5
12 — 28-30 ans . . .	74.3	736	47	24	15	1.2	140	198.0
13 — 30 ans . . .	61.4	707	68	34	19	2.1	139	275.5
14 — 33 ans . . .	58.3	330	43	37	11	1.3	63	219.1
15 Eau-de-vie des Charentes 19 ans.	61.8		65.4		16.0	0.8	78.5	190.2
16 — — 22 ans.	61.4		70.0		17.7	0.6	88.4	106.6
17 — — 37 ans.	47.5		95.9		22.8	0.6	63.3	164.0
18 — — 52 ans.	49.1		72.0		15.4	0.3	61.8	99.9
19 — — 57 ans.	52.0		66.0		21.3	0.5	68.6	91.0
20 — d'plus de 60 ans.	43.3	344	148.8	82.8	13.0	0.6	55.2	216.5
21 — — —	37.8	280	151.2	106.8	11.3	0.7	74.4	206.0

Observations — 1 à 8 — D'après Valaer - Alcools supérieurs dosés par la méthode officielle américaine (Allen-Marquardt). 1 et 2 sont des rhums de mélasse conservés aux Etats-Unis en fûts usagés pendant 19 ans ; 3 - 5 des rhums Jamaïque du type « medium rum ».

9 — Rhum de jus de canne, n'ayant reçu aucune addition de caramel, conservé à la colonie en fût de chêne brûlé pendant 8 ans. Analysé au Laboratoire agricole de la Martinique.

10 à 14 — D'après Strunk - Rhums conservés en bouteilles pendant les durées indiquées, après un certain séjour en fût. Alcools supérieurs dosés par la méthode Komarowsky-Fellenberg et exprimés en alcool butylique normal. Nous avons traduit en gr. par litre d'eau-de-vie les chiffres donnés par l'auteur en cc. % d'alcool absolu.

15 à 19 — D'après Lussion - Eaux-de-vie vieilles en fût dans les Charentes.

20, 21 — D'après Rocques - Alcools supérieurs dosés, comme dans le cas des échantillons 9, 15 à 19, par la méthode colorimétrique Girard-Rocques.

En résumé, le vieillissement se traduit, au point de vue chimique par un accroissement du coefficient non-alcool, lorsqu'on calcule celui-ci par rapport à l'hectolitre d'alcool pur contenu dans l'eau-de-vie. Toutefois, cette augmentation, due principalement à la concentration résultant de la perte d'alcool éthylique et d'eau par évaporation, n'est souvent que relative. Si l'on considère la totalité des impuretés renfermées dans le fût, on constate que le coefficient non-alcool varie peu, les accroissements que subissent certains éléments étant à peu près compensés par les diminutions éprouvées par les autres. Le phénomène apparemment dominant est la production d'acides par oxydation de l'alcool et dissolution des matières extractives du bois. Le taux des alcools supérieurs change peu : il va généralement en diminuant en valeur absolue. Il en est de même des aldéhydes, qui augmentent ou diminuent en valeur absolue, selon l'intensité des phénomènes d'oxydation. Quant aux esters, ils vont en augmentant ou en diminuant suivant la composition du distillat et les conditions de conservation. L'équilibre entre les divers constituants du non-alcool est sensiblement modifié au cours du vieillissement : le coefficient d'oxydation s'accroît graduellement, ainsi que le rapport *Acides : Esters*.

## Pratique du vieillissement naturel

### Futailles

*Capacité.* — On utilise généralement pour le logement des rhums des fûts en chêne blanc d'Amérique, importés des Etats-Unis. La capacité de ces récipients est variable suivant les pays : 250 litres (barrique) aux Antilles françaises, 180-195 litres (barrel) aux Etats-Unis, 500 litres (puncheon) à la Jamaïque, 454 litres (puncheon) ou 227 litres (hogshead) en Guyane anglaise, etc. Les fûts habituellement employés en France pour les eaux-de-vie sont le tierçon charentais (1) (500-600 litres), la barrique ou pièce (260-280 litres) et le quartaut (130-140 litres). Enfin, on utilise pour la conservation des eaux-de-vie faites, des foudres de dimensions variables, d'autant plus grandes que l'on veut éviter les pertes en alcool. Ils sont d'ordinaire construits en bois, parfois aussi en tôle, et souvent recouverts d'un vernis ou d'une peinture blanche à l'extérieur.

*Traitement des fûts.* — Les rhums sont habituellement logés en fûts neufs. Toutefois, à Cuba, à Porto-Rico et parfois aux Etats-Unis et à la Jamaïque, on se sert également de futailles ayant déjà contenu des eaux-de-vie (whisky, etc.) ou des vins de liqueur (sherry, malaga, etc.) Dans ceux-ci, le vieillissement s'effectue d'ordinaire moins rapidement et surtout moins régulièrement, en raison sans doute de leur épuisement variable en principes solubles. Les pertes en alcool sont aussi plus irrégulières, étant tantôt plus faibles tantôt plus fortes que celles observées dans les fûts neufs (Valaer).

Le goût des spiritueux étant défavorablement influencé par la quantité des principes solubles cédés par les fûts neufs lorsque la durée de la conservation se prolonge, on préfère, dans le cas des eaux-de-vie fines, utiliser des récipients ayant déjà servi. Dans les Charentes par exemple, l'eau-de-vie n'est gardée en futaille neuve (affranchie au préalable) que pendant le temps nécessaire pour qu'elle prenne une légère coloration (4 à 12 mois), après quoi on la transvase dans des fûts usagés bien sains. Comme la maturation se fait inégalement suivant la qualité des fûts, on conserve soigneusement ceux où l'on a constaté qu'elle s'opérait le mieux.

Certains auteurs admettent\* que si la durée du vieillissement ne doit pas être supérieure à 4 ou 5 ans, les fûts neufs sont à préférer. C'est ce qui se pratique notamment pour les eaux-de-vie de l'Armagnac, qui sont logées en futailles de chêne neuves et livrées à la consommation au bout de 3 ou 4 ans. Ce vieillissement rapide s'effectue toutefois aux dépens de la qualité : le produit obtenu n'atteint jamais la finesse des eaux-de-vie de Cognac, conservées beaucoup plus longtemps en fûts usagés.

Le plus souvent (sauf à Cuba), les futailles destinées au logement des rhums sont brûlées au moment du montage, en les plaçant sur un feu de copeaux ou de paille avant de mettre les fonds. Ce traitement donne au rhum plus de corps et de couleur, et surtout lui communique une saveur particulière, rappelant celle du whisky américain.

Enfin, dans certains cas assez rares, quand on veut avoir un rhum aussi peu coloré que possible et présentant cependant un certain vieillissement, on utilise des barils revêtus intérieurement d'une couche de paraffine ou de silicate. D'après certains auteurs, les eaux-de-vie seraient susceptibles de prendre en futailles paraffinées un goût de paraffine.

L'affranchissement des fûts neufs, qui est de règle dans le cas des eaux-de-vie fines, n'est pratiqué que tout à fait exceptionnellement pour les rhums. Il se présente comme particulièrement utile, lorsque la qualité du bois laisse à désirer.

On opère d'ordinaire l'affranchissement, en étuvant les fûts à la vapeur pendant une vingtaine de minutes, jusqu'à ce que l'eau condensée coule incolore et sans goût d'aucune sorte. On emploie à cet effet des étuveuses tubulaires à pression, qui fournissent de la vapeur à haute température. A défaut de ces

(1) Autrefois on utilisait surtout dans les Charentes le tierçon de 550 l., mais le vieillissement prenant un temps trop considérable, on tend à le remplacer par la barrique de 270 l.

appareils, on peut se contenter d'ébouillanter les récipients en y versant de l'eau bouillante à plusieurs reprises (4 ou 5 fois).

On peut aussi, après ébouillantage, remplir les fûts avec une solution de carbonate de soude (5 à 10 gr. par litre) pendant 2 ou 3 jours, puis avec de l'eau froide que l'on change toutes les 24 heures pendant une semaine environ. Enfin, on remplace l'eau pure par de l'eau alcoolisée (à 20-25 % d'alcool), à laquelle on a ajouté environ 05 % d'acide acétique ordinaire à 28 %. Cette solution est laissée dans le fût, jusqu'au moment de son remplissage avec le spiritueux.

Pour nettoyer les fûts usagés ayant contracté de mauvais goûts, il est souvent nécessaire de les soumettre à un traitement plus énergique. On peut, par exemple, les laver avec les solutions suivantes successivement : a) solution bouillante de 500 gr. de soude caustique à 35° Baumé dans 10 litres d'eau, par hl de capacité du fût ; b) solution de 500 gr. d'acide chlorhydrique du commerce (ou 1 kg d'acide sulfurique) dans 10 l. d'eau par hl. ; c) solution de 1 kg de chaux vive, en menus fragments, dans quelques litres d'eau. A chaque opération, remuer et agiter le fût dans tous les sens pour que les parois s'imprègnent bien du liquide. Après repos de 2 ou 3 heures, rincer vigoureusement à l'eau chaude, puis à l'eau froide, avec une vingtaine de litres d'eau par hl. de capacité de fût.

On peut aussi, pour enlever les mauvais goûts, flamber l'intérieur des fûts (défoncés au préalable), en les plaçant, l'ouverture en bas, sur des pavés de 15 cm. de haut et en brûlant dessous des copeaux ou menus bois secs, jusqu'à ce que les douves s'échauffent à l'extérieur, soit pendant 10 minutes environ.

Le type de futaille à choisir dépendra de la qualité de rhum que l'on désire obtenir. Pour les rhums ordinaires de mélasse, on utilisera plutôt des fûts de chêne neufs brûlés, qui assurent un vieillissement plus rapide, ou, si l'on veut éviter le goût de whisky, des fûts neufs non brûlés et non affranchis. Dans le cas des rhums fins de vesou ou sirop, il sera préférable d'employer des fûts neufs bien affranchis ou des fûts ayant déjà servi. En tout cas, il importera de ne laisser l'eau-de-vie séjourner dans les récipients neufs non affranchis ou brûlés que pendant un temps limité (un an au maximum) et de les transvaser ensuite dans des fûts usagés.

*Insectes des futailles.* — Au cours de leur conservation dans les chais de vieillissement et de leur séjour dans les cales des bateaux, les futailles sont fréquemment attaquées par des insectes, qui peuvent occasionner des déperditions importantes d'alcool par coulage.

Cleare a étudié en Guyane anglaise les conditions de développement de ces insectes. Il a constaté que ceux-ci étaient représentés par plusieurs espèces du genre *Xyleborus* (notamment *Xyleborus badius* Eich.). Ces *borers* s'alimentent aux dépens de certains champignons qui se développent dans les galeries du bois ; ils ne peuvent par suite vivre que si celui-ci possède une certaine humidité. Les fûts construits avec des bois bien secs ne sont pas normalement attaqués. Par contre, si les futailles ont été pendant un certain temps remplies d'eau ou d'un liquide alcoolique faible, ou bien si elles ont été en contact prolongé avec la terre, elles peuvent absorber une humidité suffisante pour permettre le développement des insectes. L'emploi, pour l'arrimage des fûts dans les chais de vieillissement ou les cales des navires, de madriers appartenant à des essences facilement attaquables par les *Xyleborus*, telles que le *Spondias monbin* (monbin), les *Cecropia* (bois canon), etc., peut également favoriser l'attaque des futailles. Il en est de même de la présence de fentes ou crevasses, produites au cours du montage des fûts.

Lorsque les insectes entrent en plein dans le bois des douelles et que le fût est rempli d'eau-de-vie, ils ne peuvent pénétrer au-delà d'une certaine profondeur, l'alcool qui imprègne le bois arrêtant leur développement. Mais si l'attaque se produit entre les douelles (à la faveur notamment de l'étope employée pour assurer l'étanchéité des joints), dans le bois du fond ou dans la rainure qui réunit le fond aux douelles, des fuites se produisent fréquemment par les « trous de vers ».



## Chais.

Les locaux ou chais de vieillissement doivent être modérément aérés et pas trop humides. L'humidité excessive et le manque d'aération favorisent le développement des moisissures, et l'odeur de moisi qui se développe est facilement absorbée par l'eau-de-vie. D'autre part, l'oxygène se renouvelant difficilement, les phénomènes d'oxydation sont ralentis et le vieillissement retardé. Les caves souterraines, trop humides et mal aérées, ne conviennent donc pas. Il importe aussi d'éviter les courants d'air violents, qui avancent inégalement la maturation des lots de futailles, ainsi que l'action directe des rayons solaires sur les fûts, laquelle aurait pour effet d'augmenter la température du liquide et la dessiccation du bois, avec comme conséquence une évaporation anormale.

En France, on utilise de préférence des greniers ou des magasins au niveau du sol. Ceux-ci sont généralement construits en pierre. Ils ne sont pas habituellement ventilés et ne comportent, autant que possible, d'autre ouverture que la porte, afin que l'air et la lumière n'y pénètrent pas. Ils sont recouverts

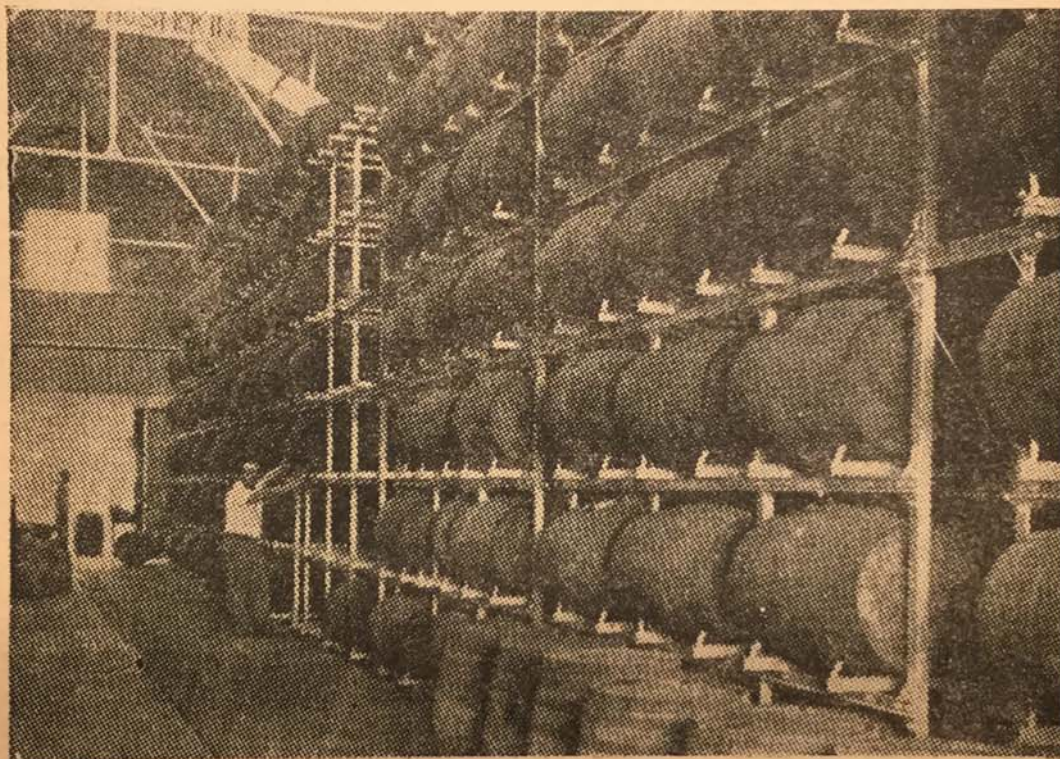


FIG. 45. — Magasin de vieillissement des rhums à Ste-Croix, d'après « Sugar ».

d'une toiture de tuiles, de manière à avoir une aération continue ménagée et uniforme. Aux Etats-Unis, les entrepôts sont construits en ciment, en tuiles ou en bois.

On ne cherche pas en France, ni évidemment dans les pays chauds, à garantir les eaux-de-vie contre les variations de température. Aux Etats-Unis, au contraire, les chais à rhum sont généralement chauffés pendant l'hiver, de manière à avoir une température moyenne de 20-25°. Il en est de même pour certains whiskies, tandis que les eaux-de-vie de vin sont presque toujours conservées à la température ambiante. L'élévation de la température accélère bien le vieillissement, mais au détriment de la finesse du produit.

Les tonneaux sont rangés sur des madriers, rarement gerbés. Pour gagner de la place, on les dispose souvent, dans les chais importants, sur plusieurs étages. Les rangées sont séparées par des chemins étroits, de façon à permettre l'aération et l'inspection des fûts. Il est indispensable que cette dernière soit fréquente et facile, des pertes de liquide pouvant se produire par suite du travail du bois ou de l'attaque des futailles par les insectes. On doit s'efforcer de régu-

lariser le mieux possible l'aération, afin que les fûts, placés dans les mêmes conditions, vieillissent d'une façon uniforme. Enfin, les chais doivent être tenus dans un état de grande propreté et à l'abri de toutes mauvaises odeurs, ces dernières étant très facilement absorbées par les alcools.

### Traitement des eau-de-vie.

En France, les eaux-de-vie, distillées à 65-70° (Cognacs) ou à 52° (Armagnacs), sont mises en futailles telles quelles. Si le vieillissement est assez prolongé, le titre alcoolique est ramené à la fin de l'opération à 45-50°, et les eaux-de-vie peuvent être livrées directement à la consommation. Aux Antilles françaises, on opère d'une façon analogue pour le vieillissement des rhums, qui, distillés à 65°, ou plus rarement à 70°, sont conservés en futailles jusqu'à ce qu'ils ne marquent plus que 50-55°. Il en est de même à la Jamaïque, où cependant le titre initial est plus élevé (80° environ).

Aux Etats-Unis, au contraire, les spiritueux sont d'abord dilués aux environs du degré marchand (50°), avant d'être soumis au vieillissement : au cours de celui-ci la richesse alcoolique augmente de quelques degrés.

Pour tenir compte de la dilatation du liquide sous l'action de la température, les fûts ne doivent pas être remplis jusqu'à la bonde : on laisse généralement un vide de 5 cm. environ. Les pertes par évaporation étant d'autant plus grandes que les récipients sont moins pleins, il convient de procéder régulièrement au remplissage des futailles en cours de vieillissement (*ouillage*). Pour ne pas gâter la qualité de l'eau-de-vie, il importe d'utiliser pour cette opération une eau-de-vie de même âge et de même provenance que celle se trouvant dans le fût. Dans certains cas, en vue d'éviter les inconvénients du mélange de spiritueux de qualité différente, on ne pratique pas l'ouillage : il en est notamment ainsi pour les eaux-de-vie fines des Charentes (de Lapparent). En ne remplissant pas les fûts complètement et en les bouchant légèrement, on obtient un vieillissement plus rapide.

### Durée du vieillissement.

La durée de conservation des eaux-de-vie est très variable, suivant la méthode de vieillissement appliquée et la nature du produit traité.

Les rhums légers du type Cuba et la « grappe blanche » des Antilles Françaises ne sont pas soumis au vieillissement, ou seulement à un vieillissement de très courte durée (quelques mois).

Aux Etats-Unis, les rhums moyennement corsés, ainsi que les whiskys, sont conservés pendant une période variant de quelques mois à 4 ans, quelquefois plus en fûts de chêne brûlé de 180-190 litres, placés en chais chauffés.

A la Jamaïque, où les rhums sont logés en tierçons de 500 litres, la durée minima du séjour dans les entrepôts du gouvernement est de 3 ans, pour les produits exportés en Angleterre, et de 5 ans, pour ceux destinés à l'Irlande, à la Nouvelle-Zélande et à l'Australie. Mais certains rhums peuvent être conservés pendant des périodes allant jusqu'à 40 ans.

Aux Antilles Françaises, les rhums de vesou ou de sirop destinés à la préparation de rhums vieux demeurent 3 ou 4 ans en fûts de chêne brûlés de 250 litres, puis ils sont tranvasés en foudres de chêne de 5.000 à 50.000 litres de capacité, où ils peuvent séjourner encore un certain temps avant d'être mis en bouteilles. Exceptionnellement, ils sont conservés en futailles de 250 litres pendant 5 ou 6 ans.

En France, pour les eaux-de-vie des Charentes, la durée du vieillissement, en tierçons de 500-600 litres usagés, est en général de 6 à 10 ans, mais certains cognacs de qualité restent en fûts pendant 20 ans et plus. Les eaux-de-vie d'Armagnac au contraire sont d'ordinaire livrées à la consommation, après un séjour de 4 ou 5 ans en fûts de chêne neufs.

Le vieillissement ne doit pas être poussé trop loin. Rocques écrit à ce sujet : « Le séjour des eaux-de-vie dans le bois ne doit pas être prolongé indéfini-

ment, car leur déperdition finirait par devenir trop forte et on n'aurait plus que de l'eau-de-vie usée ou passée. On ne doit en aucun cas laisser le degré d'une eau-de-vie en fût s'abaisser au-dessous de 45°. Le titre de 50° pour les eaux-de-vie vieilles peut même être pratiquement considéré comme une limite qu'il ne faut pas dépasser. Quand les eaux-de-vie ont été produites à 65-70°, cet abaissement s'observe au bout de 30 à 40 ans ». On considère habituellement qu'après 30 ans l'amélioration devient nulle.

Ceci s'applique au vieillissement des eaux-de-vie de vin par la méthode lente en usage dans les Charentes. Dans le cas des rhums, qui sont soumis à un traitement beaucoup plus énergique, la durée est considérablement réduite. A la Martinique, le titre de 50° pour les rhums mis en fût à 65 est généralement atteint au bout d'une dizaine d'années. Suivant Arroyo, le rhum vieillit plus rapidement que le whisky, et après une période dépassant 4 à 5 années, il n'y aurait plus pratiquement amélioration de la qualité, du moins dans les conditions du vieillissement sous les tropiques et par l'emploi de barils de moyenne capacité.

Ce dernier auteur a également attiré l'attention sur le rôle important joué par la composition de l'eau-de-vie dans l'acquisition du caractère de vétusté. Les rhums bien équilibrés, ne présentant pas de mauvais goûts de fabrication mûrissent beaucoup plus rapidement que les autres (1), et l'on peut jusqu'à un certain point affirmer que le vieillissement se fait en grande partie dans les cuves de fermentation et dans l'appareil distillatoire. Les produits résultant d'une bonne fermentation et d'une distillation bien conduite peuvent acquérir leur complète maturité en un an et même moins. Arroyo déclare avoir pu obtenir à Porto-Rico des rhums qui soumis, au bout de 6-7 mois de vieillissement, à l'appréciation d'experts de Hambourg furent trouvés par ceux-ci très comparables aux rhums vieux de la Jamaïque conservés en fûts de chêne pendant plusieurs années. Un rhum bien fait doit pouvoir être déjà livré à la consommation au bout de 6 mois de conservation. Par contre, une eau-de-vie défectueuse, mal constituée, ne fournira jamais, même après un séjour prolongé en fûts qu'un produit de qualité médiocre, les défauts du spiritueux jeune se trouvant souvent amplifiés par le vieillissement.

Il est rare que les eaux-de-vie très vieilles soient livrées directement à la consommation. Le plus souvent on s'en sert pour la préparation des marques commerciales, par coupage avec des eaux-de-vie jeunes qu'elles bonifient.

---

L'élimination des mauvais goûts au cours de vieillissement se produit en général plus lentement que ne s'effectuent les phénomènes de dissolution et d'oxydation. Par ailleurs, les alcools très riches ou insuffisamment riches en impuretés vieillissent plus lentement que ceux possédant une richesse moyenne en produits secondaires bien équilibrés.