

Evaluation de nouvelles techniques de clarification des moûts de raisins rouges issus de thermo-vinification

François DAVAUX¹, Claude OUBART², Hervé FROMENT³, Jean-Luc FAVAREL⁴

¹Institut Français de la Vigne et du Vin – Pôle Sud-Ouest, V'innopôle, BP22, 81310 LISLE SUR TARN – France

²Cave coopérative de Labastide de Lévis

³Cave coopérative des côtes d'Olt – Groupe Vinovallie

⁴Sté Péra

Email: francois.davaux@vignevin.com

Résumé : Les techniques de thermo-vinifications et leurs dérivés (flash détente, thermo détente) se répandent de plus en plus dans les caves d'une certaine importance. Cette technologie présente entre autre comme intérêt de pouvoir vinifier en phase liquide avec tous les avantages que cela comporte, mais les moûts extraits sont particulièrement chargés en particules solides. Le corolaire de cette grande souplesse de vinification, est de mettre en fermentation un moût parfaitement clarifié sous peine d'obtenir des vins grossiers, lourds avec des arômes végétaux. Traditionnellement, les moûts de thermo-vinification sont clarifiés sur des filtres rotatifs sous vide, ce qui impose un investissement important, du personnel qualifié pour le mettre en œuvre ainsi que des frais de fonctionnement important (coût des terres de filtration, élimination des terres après filtration) et une législation qui risque d'évoluer. De nouvelles technologies de clarification sont actuellement mises à disposition du vinificateur, la flottation et la centrifugation. La flottation est une technique peu coûteuse qui consiste à pressuriser un moût préalablement dépectinisé en présence d'un flocculant, puis de le dépressuriser rapidement. Il y a alors formation de bulles de gaz qui emprisonnent les particules et les font remonter à la surface de la cuve par modification de leurs densité apparente. Cette technique donne de bons résultats pour la clarification des moûts de thermo-vinification, à condition d'adapter l'adjuvant de flottation, sa dose et la température de flottation au type de produit à clarifier (moût issu de thermo traitement ou blanc et rosé). Sur vin blanc et rosé, la flottation est particulièrement efficace avec une clarification de très bonne qualité à moindre coût tout en ayant une mise en œuvre simple et rapide. Sur moût rouge issu de thermovinification la mise en œuvre de la flottation est plus délicate à mettre en œuvre et nécessite de repenser totalement l'organisation de la chaîne de clarification des moûts pour obtenir une efficacité optimale. La clarification des jus de thermo-vinification par centrifugation, est l'autre technologie permettant de s'affranchir du filtre rotatif sous vide. Ce type de matériel est plus adapté à de grosses structures de vinification, car elle demande un investissement initial important.

Mots-Clés : clarification, thermo-vinification, flottation, centrifugation, vinification rouge

Introduction

Après pressurage, le moût contient de nombreux débris végétaux, de particules d'origines diverses de tailles et de formes variables, mais aussi des composés sous forme de suspensions colloïdales, qu'il convient d'éliminer avant le départ en fermentation. Or, actuellement les techniques de thermovinification (thermovinification classique, Flash détente, thermo détente) sont de plus en plus utilisées dans le processus de vinification, et conduisent à l'élaboration de plusieurs dizaines de milliers d'hectolitres de vins en Midi-Pyrénées. Il faut savoir qu'une des conséquences de cette technique est l'obtention de moûts très chargés en particules, et très difficilement clarifiables par décantation statique, en raison de la densité des particules en suspension (proches de la densité du moût) et des colloïdes (dits « protecteurs ») qui s'opposent à la sédimentation par des forces de répulsion électrique. Depuis longtemps, les œnologues ont montré qu'une clarification rapide et maîtrisée, permet l'obtention de vins de meilleure qualité, avec impact significatif de la turbidité sur le profil aromatique obtenu. Les faibles turbidités (< 100 NTU) conduisent à des vins aux caractères amyliques marqués, mais avec peu de volume. Ces faibles turbidités pouvant par ailleurs limiter la fermentescibilité de certains moûts (notamment les plus carencés en azote). A l'inverse, les turbidités élevées (> 1000 NTU) donneront des vins plus lourds avec des notes végétales, de réduction, et apporteront de la sécheresse. Le travail de l'œnologue consiste à clarifier le moût entre ces 2 niveaux de turbidité, de façon à orienter le profil aromatique du vin en fonction de l'objectif produit.

Actuellement seule la filtration par filtre rotatif sous vide est utilisée pour la clarification des moûts issus d'un thermo-traitement. Cette technique donne de très bons niveaux de clarification, mais nécessite des surfaces de filtration importantes (2 à 5 hl/h/m²) pour pouvoir suivre le fonctionnement de la chaîne de thermovinification. Cette technique entraîne une consommation de terre importante de l'ordre de 1 à 1,5 Kg/hl de moût traité. Cela conduit à des coûts de fonctionnement non négligeables, et l'obligation d'éliminer les terres après utilisation.

Une nouvelle technologie comme la flottation en régime discontinu peut être une alternative pour la clarification des moûts issus de thermo-vinification. Ce procédé est basé sur la séparation liquide/solide, ou des microbulles de gaz en mouvement ascensionnel viennent se fixer sur certaines particules solides pour les rendre moins denses que le liquide. Ce système peu onéreux est simple à mettre en œuvre. Le moût préalablement dépectinisé (ajout d'enzymes pectolitiques) est additionné d'un ou plusieurs adjuvants de clarification (gélatine, sol de silice, bentonite) puis pressurisé avec un gaz (air/azote). La dépressurisation brutale en sortie du flottateur entraîne la formation d'une grande quantité de bulle au bas de la cuve. Ces dernières emprisonnent les particules en suspension qui remontent alors en haut de la cuve et il suffit alors de soutirer le moût clair par le bas de la cuve. Ce système peut être utilisé sur tous types de cuves présentes dans les caves à l'exception des cuves avec un fond conique.

La centrifugation couplée ou non à d'autre technique de clarification peut également être une alternative au filtre rotatif sous vide.

Matériels et méthodes

La clarification des moûts issus de thermo-vinification est une étape fondamentale car le niveau de clarification des jus va impacter directement la qualité du vin. Le chauffage de la vendange entraînant l'inhibition des enzymes pectolitiques endogènes favorisent la clarification du jus. Il devient alors indispensable d'apporter des enzymes pectolitiques afin de diminuer la viscosité du moût et de faciliter sa clarification avant la mise en œuvre de toute technique de clarification. L'action des enzymes sera d'autant plus rapide que la température du moût sera élevée mais il faut faire attention à ne pas travailler à température trop élevée (>50°) sous peine de les dénaturer et de les rendre inefficaces. Le refroidissement peut se faire par un échangeur tubulaire ou directement après passage dans la flash-détente. En fonction de la température, la durée d'action des enzymes est comprise entre 2 et 5 heures.

Afin d'appréhender les possibilités techniques de clarification, une série d'essais est mise en œuvre pour comparer :

- Filtration au filtre rotatif sous vide (noté FRSV)
- Flottation
- Centrifugation
- Débourageage au froid, à titre de témoin, même si en cave cette approche n'est jamais conduite

Les différents adjuvants utilisés ainsi que les doses d'utilisation mises en œuvre correspondent aux préconisations du fabricant du flotteur. Le nombre de produits mis en œuvre ainsi que les doses employées semblent surestimés pour obtenir une bonne flottation, ainsi qu'une bonne clarification du moût.

| Cépage | Mode de clarification | Enzymage | Adjuvant de clarification | Température de traitement |
|---------------|--|---------------------|--|---------------------------|
| Duras / Syrah | Débourageage (50 l) | / | / | 0°C – 9 jours |
| | Filtre rotatif sous vide (environ 150 hl) | / | Perlite : 150 g/hl | 53°C |
| | Flottation (air : 7 bars, 70 l/min) (environ 200 hl) | Enovin FL : 3 ml/hl | Gélatine : 40 g/hl Sol de silice : 55 g/hl Bentonite : 60 g/hl | 53°C |
| | Centrifugation (4800 tr/min) (environ 300 hl) | Enovin FL : 3 ml/hl | / | 53°C |
| | Centrifugation + Flottation (environ 300 hl) | Enovin FL : 3 ml/hl | Gélatine : 40 g/hl Sol de silice : 55 g/hl Bentonite : 60 g/hl | 53°C |

Figure 1 : Détail de la mise en œuvre des différents modes de clarification – Cépage Duras/Syrah

Les vinifications réalisées en phase liquide à 25°C sont ensemencées en LSA « 522 Davis » à 20 g/hl afin d'assurer une fermentation alcoolique homogène et régulière. Fin FA, les vins sont placés à 20°C pour permettre le déroulement de la FML. Les vins sont ensuite sulfités à 6 g/hl puis placés au froid (5°C) avant soutirage.

Résultats / Discussion

En termes de turbidité, mesurée via la NTU, seul le filtre rotatif sous vide permet d'atteindre l'objectif recherché de 150-200NTU. La mesure des Matières en Suspension (MES) apporte un complément d'information pertinent, et rarement exploité en cave dans l'analyse de la performance des outils de clarification. En effet, elle met en évidence que la centrifugation associée ou non à la flottation permet d'obtenir des niveaux de MES comparables au FRSV (MES = -88,2% par rapport au moût brut). La flottation est légèrement moins performante avec une quantité de matière éliminée de - 71,4 % par rapport au moût brut.

| Modalité | Turbidité moût initial | Durée extraction / clarification | Débit du traitement | Trouble final en NTU | Matière en suspension (MES) en g/l |
|-----------------------------|------------------------|----------------------------------|---------------------------|--|------------------------------------|
| Moût brut | | / | / | / | 98.5 |
| Débourageage | | 15 h | 0°C – 9 jours | 292 (50% de bourbe) | / |
| Filtre rotatif sous vide | 8870 NTU | 6 h | / | 174 | 11.7 |
| Flottation | Thermo vinification | 6 h | / | 840 | 28.2 |
| Centrifugation | | 12 h | 90 hl/l | 724 | 11.6 |
| Centrifugation + Flottation | | 15 h | 180 hl/h (centrifugation) | 1263 sortie centri, 1032 sortie flottation | 12.7 |

Figure 2 : Efficacité des différentes techniques de clarification des moûts

Ces premiers résultats montrent que la mesure de la turbidité n'est pas forcément le paramètre le plus pertinent pour juger de l'efficacité d'une clarification d'un moût issu d'une thermovinification, tout au moins il ne doit pas rester l'unique critère pris en compte. Afin d'apporter des explications complémentaires, nous avons réalisés une étude de la répartition granulométrique des particules, avant et après les différentes techniques de clarification.

La courbe de distribution granulométrique du moût brut, montre que la taille des particules est très petite, puisque 90% des particules ont un diamètre inférieur à 6,2 µm. La courbe de distribution granulométrique montre 2 classes de particules : une centrée sur 0,5 µm et l'autre sur 5 µm. La taille maximale des particules est de 10 µm.

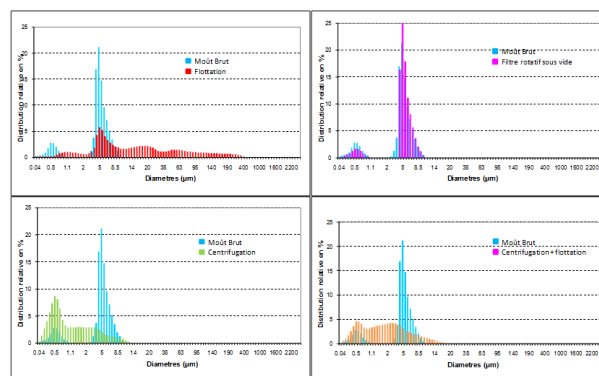


Figure 3 : Répartition granulométrique des MESH résiduelles en fonction de différentes techniques de clarification des moûts

Après flottation, la granulométrie des particules présentes dans le moût est étalée entre 0,1 µm et 400 µm, ce qui ne permet pas de faire ressortir une classe de particule dominante. 90% des particules ont un diamètre inférieur à 72,9 µm. La flottation permet donc d'éliminer la majorité des particules comprises entre 3 et 10 µm, soit les plus petites, ce qui se conçoit aisément. Après flottation, on observe l'apparition de particules comprises entre 10 et 400 µm, qui n'étaient pas dans le milieu avant traitement. Ces grosses particules, peut être issues de floculat qui n'avait pas atteint une densité suffisamment faible, restent en suspension dans le moût.

Par rapport au moût non clarifié, le filtre rotatif sous vide permet de retenir la plus grande majorité des particules présentes dans le moût, sans en modifier la répartition granulométrique. Il n'y a pas de criblage de la taille des particules au cours de la filtration.

La centrifugation permet d'éliminer la majorité des grosses particules, puisque 90% ont un diamètre inférieur à 3 µm. La taille maximale des particules est de 10 µm. Ces fines particules ont tendance à former rapidement des agglomérats particulaires de grande taille (jusqu'à 240 µm) qui sont séparés par la sonication pratiquée avant l'analyse granulométrique. La grande quantité de particules de faible diamètre conduit à une turbidité significative, qui n'est pas représentative de la quantité de matière en suspension.

La centrifugation, associée à la filtration, donne une distribution granulométrique proche de la centrifugation, avec toutefois une diminution de la classe centrée sur 0,5 µm. 90% des particules ont un diamètre inférieur à 1 µm. Comme pour la centrifugation utilisée seule, ces particules ont également tendance à s'agglomérer rapidement en amas allant jusqu'à 300 µm (amas pouvant être désagrégés par sonication). La flottation pratiquée en sortie de centrifugation n'apporte rien en terme d'élimination de MES. Tout au plus, on observe une diminution de 30-40% des particules autour de 0,5 µm de diamètre.

| | FRSV | Flottation | Centrifugation | Centri + Flottation | Débourageage |
|------------------------|-------|------------|----------------|---------------------|--------------|
| TAV [% Vol] | 12.32 | 12.15 | 12.15 | 11.99 | 10.38 |
| Ac. Totale [g/l H2SO4] | 2.73 | 2.85 | 2.86 | 2.51 | 2.79 |
| pH | 3.81 | 3.71 | 3.66 | 3.65 | 3.31 |
| Glu / Fru [g/l] | 0.55 | 0.11 | 0.15 | 0.13 | 0.11 |
| Ac. Tartrique [g/l] | 1.43 | 2.14 | 1.86 | 1.84 | 2.29 |
| Ac. Acétique [g/l] | 0.64 | 0.42 | 0.47 | 0.57 | 0.33 |
| SO2 Libre [mg/l] | 14 | 12 | 15 | 17 | 15 |
| SO2 Totale [mg/l] | 39 | 24 | 32 | 41 | 43 |
| potassium g/l | 1.11 | 1.04 | 0.98 | 0.97 | 0.89 |
| IC | 7.8 | 16.5 | 13.2 | 12.3 | 8.3 |
| N | 0.578 | 0.511 | 0.517 | 0.534 | 0.607 |
| IC cor SO2 | 10.3 | 17.7 | 15.4 | 15.3 | 10.1 |
| IPT | 47.75 | 75.85 | 67.83 | 65.41 | 41.57 |
| Anthocyanes [mg/l] | 531 | 715 | 622 | 614 | 376 |
| Tanins [g/l] | 1.7 | 2.9 | 1.9 | 2.0 | 0.9 |
| I. Gélatine en % | 50 | 41 | 24 | 29 | 37 |

Figure 4 : Caractéristiques physico-chimiques des vins obtenus à partir de différentes techniques

Pour cet essai, le FRSV a tendance à retenir une plus grande proportion de composés phénoliques (IPT, Anthocyanes), qui se traduit par une intensité colorante plus faible que les autres techniques de clarification.

La plus faible teneur en esters correspond au moût qui présente la turbidité la plus élevée, ce qui est conforme à la littérature. La

| | Turbidité du moût N.T.U. | Esters | | | | | | | |
|----------------|--------------------------------|--------------------------|-------------------------|------------------------|-------------------------|-------------------------|--------------------------------|---------------------------|------------------------|
| | | ac. d'isoamyle (µg/L) | hex. d'éthyle (µg/L) | ac. d'hexyle (µg/L) | oct. d'éthyle (µg/L) | déc. d'éthyle (µg/L) | ac. de b-phenylethyl (µg/L) | 2-phényléthanol (µg/L) | Somme esters (µg/L) |
| Débouillage | 292 | 4312.5 | 555.6 | 300.8 | 543.9 | 677.0 | 339.2 | 22.8 | 6751.9 |
| Flottation | 840 | 2045.8 | 815.8 | 244.2 | 535.1 | 466.2 | 167.8 | 23.7 | 4298.4 |
| Centrifugation | 724 | 3672.2 | 918.2 | 303.4 | 702.7 | 638.3 | 351.7 | 4.5 | 6591.1 |
| FRSV | 174 | 2297.9 | 1031.6 | 285.7 | 798.4 | 742.2 | 234.3 | 14.9 | 5405.0 |

Figure 5 : Dosage des esters produits au cours de la fermentation - Influence de différentes techniques de clarification des moûts de clarification des moûts

centrifugation, malgré une turbidité mesurée relativement élevée, donne des vins avec une teneur en esters relativement importante.

Ce résultat conforte notre hypothèse que la turbidité n'est pas forcément le critère le plus pertinent pour juger de la clarification d'un moût. En effet, la centrifugation permet d'éliminer préférentiellement les plus grosses particules, et laisse dans le moût les plus petites qui génèrent une forte turbidité mais qui représentent une faible quantité de matière. Le débouillage statique permet d'obtenir une forte concentration en esters malgré une clarification moyenne. Bien que la turbidité soit faible, le filtre rotatif sous vide n'a pas permis d'obtenir une très forte teneur en esters. Il faut noter que les prélèvements de moût sont réalisés en grand volume, ce qui peut entraîner des problèmes d'homogénéité dans l'échantillonnage.

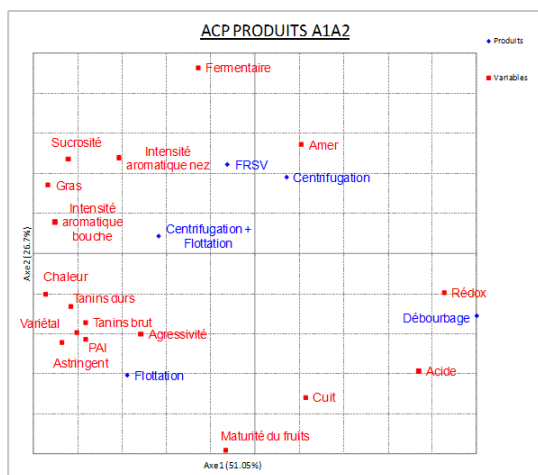


Figure 6 : ACP réalisée sur l'influence du mode de clarification des moûts sur les caractéristiques organoleptiques des vins

L'analyse sensorielle est réalisée par un jury composé de 8 dégustateurs. Les différentes variables organoleptiques sont notées sur une échelle discontinue de 0 à 5. L'ensemble des résultats est soumis à une analyse statistique à l'aide du logiciel Tastel V.2010.

La clarification par FRSV, centrifugation et centrifugation + flottation donne des vins proches au niveau organoleptique. La combinaison centrifugation+flottation est le mode de clarification qui se rapproche le plus de la technique de clarification de référence qui est le FRSV. Ces vins présentent une intensité aromatique (nez) intense avec des notes fermentaires particulièrement développées. D'un point de vue olfactif, la centrifugation +flottation ainsi que la flottation, confèrent une plus grande complexité au vin aussi bien au nez qu'en bouche. En bouche ces vins présentent une bonne structure tannique ainsi qu'un bon équilibre d'ensemble. Le FRSV donne des vins moins complexes aussi bien au nez qu'en bouche, uniquement orientés vers un profil fermentaire.

La flottation conduit à des vins présentant une bonne intensité et complexité, mais présentent en bouche une plus grande astringence ainsi qu'une agressivité plus marquée, tout en donnant des notes de fruits plus mûrs, plus cuits. Au nez des notes végétales marquées sont mises en évidence. Le débouillage est totalement déprécié par les dégustateurs par une intensité aromatique plus faible, une moins

grande complexité aromatique aussi bien au nez qu'en bouche. Ce vin présente également une plus grande acidité.

Conclusion

Il ressort de ce travail la certitude que l'information donnée par la seule mesure de turbidité est incomplète. La mesure des Matières en Suspension (MES) apporte un complément très pertinent. Les analyses de distributions granulométriques des particules apportent des éléments nouveaux :

- Le filtre rotatif confirme sa capacité de clarification efficace : NTU faible, MES basse et fine granulométrie des particules résiduelles. Les vins, même si l'analyse des esters ne le montre pas, sont très souples et répondent à l'objectif produit attendu : fruité, souple et rond.

- La flottation permet l'élimination de particules fines, qui peuvent flotter, alors que les plus grosses (issues d'agglomérats) ne sont pas éliminées. En quelque sorte, la turbidité relativement élevée mesurée est due à peu de particules, mais de grand diamètre. Cela se traduit par un vin certes moins aromatique, mais néanmoins présentant des caractéristiques en bouche intéressantes. Sa richesse tannique ouvre la possibilité d'un travail ultérieur en micro-oxygénation, afin de gommer les notes de dureté. Cette technique a l'immense avantage de diminuer la quantité de résidus de clarification à traiter. Elle connaît aujourd'hui un grand succès dans les chaînes de thermovinification ou de flash-détente fermentées en phase liquide

- La centrifugation s'avère une approche pertinente. Bien que la turbidité des jus qui en sont issus soit élevée, le taux de Matières en Suspension est faible, et les particules sont de toute petite taille. En quelque sorte, la turbidité est due à beaucoup de très petites particules qui ne vont pas impacter les qualités organoleptiques du vin. La flottation à l'issue de la centrifugation permet d'affiner cette clarification. Les outils actuels, certes représentant un investissement certain, sont aptes à traiter en cave des volumes conséquents efficacement. Les évolutions récentes apportées par les fabricants ouvrent considérablement le champ d'application de ces outils dans des approches très qualitatives.

Ce qu'il faut retenir

Les jus issus de thermo-vinification sont particulièrement difficiles à clarifier

Actuellement seule la filtration avec un filtre rotatif sous vide permet de clarifier ce type de produit, mais nécessite des quantités de terre importante et conduit à une forte dissolution d'oxygène

La flottation permet un bon niveau de clarification tout en limitant les résidus de filtration. Cependant cette technologie nécessite de bien organiser l'étape de clarification (enzymage, température de flottation, heure de flottation)

La flottation peut être couplée à d'autres technologies comme la centrifugation pour une efficacité optimale