

# CLARIFICATION ET STABILITE DES VINS EN VUE DE L'EMBOUEILLAGE : PROBLEMATIQUE ET PERSPECTIVES

H. ROMAT<sup>1</sup>– J.C. CRACHEREAU<sup>2</sup> – M.I. FURET<sup>2</sup>– E. VINSONNEAU<sup>3</sup> – H. ROMAT<sup>4</sup>

1- HERVE ROMAT CONSEIL - 33 710 TEUILLAC – romat@herve-romat-conseil.fr

2 - CA 33-BLANQUEFORT : jc.crachereau@gironde.chambagri.fr – mi.furet@gironde.chambagri.fr

3- IFV BORDEAUX : emmanuel.vinsonneau@vignevin.com

4 - Jeune Entreprise de l'École Nationale Supérieure de Cognitique de Bordeaux : hugo.romat@ensc.fr

L'œnologie des dernières décennies, s'est particulièrement attachée à l'enrichissement des vins, par la recherche d'une meilleure qualité de la matière première (terroir, maturité, vendange), par son extraction, et par son élevage. Cependant, les éléments constituant cette richesse ne sont pas aussi stables et faciles à mettre en bouteilles, quel que soit les vins (blanc ou rouge, simple ou complexe). Les objectifs de limpidité et de stabilité (dont matière colorante et microbiologique), sont rarement atteints naturellement. La préparation à l'embouteillage et l'approche des filtrations souvent nécessaires, restent donc une étape délicate, fondamentale et incontournable, pour être le moins impactant possible.

Les objectifs souhaitables d'une certaine limpidité, d'une stabilité physique, chimique et microbiologique ne sont pas si faciles à atteindre, et ce d'autant moins que la mise en bouteilles sera proche de la vinification. Cependant, même si l'allongement du temps d'élevage peut améliorer certains éléments, cela ne règle pas tous les problèmes (turbidité, filtrabilité, microbiologie). Il faut donc appréhender et suivre ces éléments au mieux, pour qu'ils soient les meilleurs possibles, pour limiter les éventuelles conséquences négatives, et en particulier lors des filtrations.

## Complexité de la composition du vin

Une clarification naturelle s'opère assez logiquement sous l'effet de la gravité terrestre. C'est assez efficace pour les particules les plus grosses, supérieures à 10 µm (surtout particules végétales et cristaux), mais cela est très difficile pour les particules inférieures à 3 µm (dont levures et surtout bactéries) ; de plus, la clarification ne suit pas toujours un gradient de turbidité (Furet et al, 2016).

Cependant, de multiples causes peuvent perturber les phénomènes naturels : complexité de la composition du vin avec de nombreux colloïdes, forces électrostatiques (particules et colloïdes), divers facteurs physiques, et la présence de gaz carbonique combinée aux changements de température.

Le vin est un liquide complexe composé de particules (> 0.1 µm) et de colloïdes (<0.1 µm), dont la composition et la proportion conditionnent d'une part la clarification naturelle, et d'autre part contribuent à la filtrabilité (Romat, 2012), en relation avec le diamètre de rétention des particules retenues et des matériaux des filtrations utilisés (Tableau 1).

Tableau 1 : Particules et macromolécules retenues en fonction de la filtration

Diamètre de rétention	Particules	Implication de Macromolécules Colloïdales
50 µm <	<u>Débris végétaux</u> <u>amas flocculats</u>	
50 > 10 µm	<u>Cristaux, débris</u> <u>divers</u>	% <u>Glucanes de Botrytis</u> 450 KD
10 > 1,5 µm	<u>Levures, précipités</u>	% <u>Glucanes de Levure</u> 150 KD
1,5 µm > 0,5 µm	<u>Bactéries</u>	% <u>Polysaccharides</u> <u>Divers</u> % <u>Mannoprotéines</u> 40 à 70 KD
0,5 > 0,2 µm	<u>Particules</u> <u>Amorphes</u>	% <u>Macromolécules</u> <u>Colloïdales</u>
0,2 µm >		% <u>Matière colorante</u>

La composition et la répartition entre les deux fractions dépendent de nombreux éléments : terroir, maturité et homogénéité (climatologie), type de vinification, type d'élevage...qui peuvent être différents d'un vin à l'autre d'une même propriété, et d'un millésime à un autre, ce qui rend impossible toute généralisation.

Suivant le type de filtration choisie, la volonté d'élimination de certaines particules peut entraîner une élimination de certaines macromolécules d'intérêt, dont en particulier les mannoprotéines, participant à la stabilisation tartrique et de la matière colorante ; et parallèlement certains colloïdes s'opposent par occupation des sites captifs à la rétention des particules les plus petites, dont les micro-organismes.

### Facteurs d'influence sur la clarification

Les observations de clarification naturelle montrent des profils très différents d'évolution de la turbidité (jusqu'à 50 NTU) dans le temps, pas toujours compatibles avec les dates d'embouteillage prévues (figure 1).

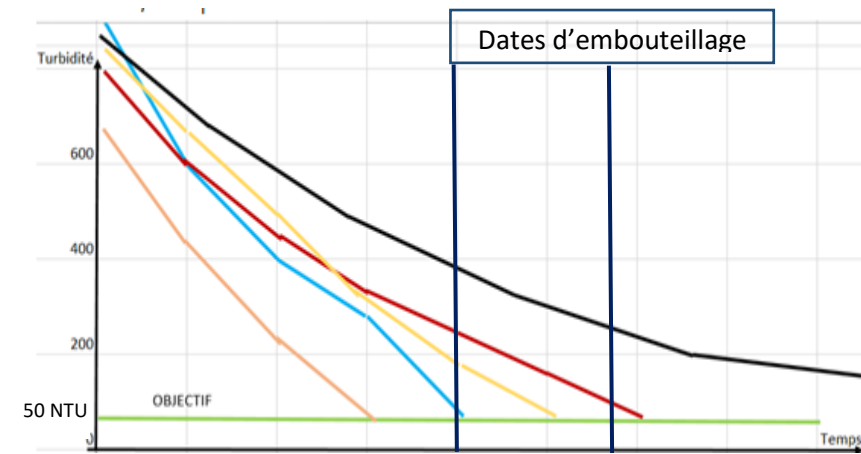


Figure 1 : différentes évolutions de la clarification naturelle dans le temps

Les facteurs d'influence sont multiples, d'origine naturelle ou environnementale :

- **Origine naturelle :**

- **Particules** : taille, quantité et nature
- **Colloïdes**

- . raisin-vinification : pectine, mannoprotéines, matière colorante, colloïdes divers extraits par macération, voire par la chaleur ou par trituration, glucane de Botrytis

- . élevage : glucane de levure, polysaccharides de micro-organismes (levures ou bactéries), polysaccharides du bois ou de certains adjuvants œnologiques

*Remarque* : l'ensemble de ces colloïdes sont susceptibles de constituer un « maillage » pouvant ralentir, voire empêcher, la sédimentation de certaines particules les plus petites, dont les levures et bactéries. Ainsi, de nombreux vins qui restent troublent (> 50 NTU), même après un élevage long (> 12 mois), présentent après centrifugation un culot constitué de micro-organismes et de colloïdes divers, dont parfois de la matière colorante non stabilisée. Dans certains cas, des températures froides (<4°C) peuvent permettre une précipitation de certains amas colloïdaux. Ces observations mériteraient d'être précisées.

- **CO<sub>2</sub>** : le gaz carbonique est susceptible de former des microbulles (suivant la constante-loi de Henry, qui définit un état de saturation ou de sursaturation). Selon la quantité de gaz carbonique il y a un effet de synergie négative avec les mouvements de températures, et la conductivité thermique du matériau de la cuve.

- **Amas particules-colloïdes** : il y a formation d'amas par l'intervention de forces électrostatiques de différentes natures, et par les forces de Van der Waals. Les plus gros et les plus

connus sont les amas cristaux de bitartrate de potassium associés à la matière colorante, qui précipitent assez facilement. Cependant, de nombreux autres agglomérats plus petits, restent en suspension.

- **Environnementaux :**

- **Format de cuverie :** plus les cuves seront grosses et en hauteur, plus la clarification naturelle sera difficile

- **Matériaux de cuverie :** selon la conductivité thermique, ils peuvent favoriser les échanges avec la température extérieure et créer des mouvements de convection empêchant une bonne sédimentation. Hiérarchie de conductivité : Inox isolé = béton > bois > acier > inox non isolé

- **Mouvement de température :** plus un chai est isolé thermiquement, plus la clarification s'opérera facilement, en relation avec le matériau des cuves (mais peut être remise en cause par des courants d'air)

- **Vibrations diverses :** chariot élévateur, voie de roulage de voitures ou de camions à proximité de la cuverie, peuvent transmettre des vibrations et gêner la sédimentation.

- **Temps :** facteur très limitant suivant le type de vin et le circuit commercial. Cependant, même avec un temps d'élevage plus long, pour de nombreux vins, on observe une limite basse de clarification naturelle, souvent très supérieure à 10 NTU.

### Conséquences d'une mauvaise clarification avant filtration

Plus on se rapproche « œnologiquement » de l'objectif final, plus les filtrations préparatoires et/ou d'embouteillage se font dans les meilleures conditions et avec le moins de conséquences organoleptiques négatives.

Si la filtration est très efficace pour retenir des particules dans un liquide assez simple, cela devient plus difficile dans un milieu complexe tel que le vin où se mélangent les 2 fractions particulaire et colloïdale (Romat, 2012). On assiste alors soit à une surfiltration, soit à une mauvaise rétention par encombrement des sites de rétentions disponibles.

- **Surfiltration :** pouvant se définir comme la filtration induite par le colmatage du matériau (souvent en surface, mais possible à l'intérieur) à partir duquel il entraîne une filtration plus stricte que le matériau lui-même, et/ou aléatoire en fonction de la pression (Romat, 2006).

- **Filtration frontale :** ce principe peut alors induire une modification des conditions hydrodynamiques, avec 3 conséquences majeures à débit global constant (cas général avant embouteillage). D'une part un débit/vitesse de fluide plus important se produit dans les pores disponibles, pour compenser les pores obstrués, changeant les conditions de débit limite de bonne rétention ; entraînant par conséquence une moins bonne rétention des particules les plus petites, dont en particulier les micro-organismes. D'autre part, il s'opère une rétention de colloïdes-polysaccharides plus importante, dont certaines macromolécules d'intérêt (dont mannoprotéines). Enfin avec l'augmentation de pression, on observe des relargages aléatoires par rupture/mauvaise cohésion de la couche de colmatage.

- **Filtration tangentielle :** la surfiltration est le principe même de fonctionnement pour retenir les particules en surface du matériau, mais entraînant aussi la rétention de nombreux colloïdes-polysaccharides (dont certaines macromolécules d'intérêt), constituant la couche de polarisation (Vernhet, 1998) ; celle-ci forme un gel qui s'oppose au passage du vin, faisant diminuer le débit et provoquant alors une rétention « négative ». Cela dépend du type de membrane (minérale ou organique, potentiel zêta), de la vitesse de circulation du fluide, de la pression transmembranaire, et de la pression de fonctionnement. Les pressions et les vitesses faibles doivent être privilégiées.

- « **encombrement** » des sites de rétention en filtration frontale : ces filtrations fonctionnent très majoritairement par rétention par piégeage : soit mécanique, soit électrostatique (potentiel zêta), soit par une combinaison des 2. Il faut alors bien intégrer que le nombre de sites actifs constituant les « pièges » sont limités en nombre (en fonction de la surface/volume) ; plus le liquide sera chargé en colloïdes-polysaccharides, plus ceux-ci pourront obstruer les sites (à l'image de la couche de polarisation en filtration tangentielle), et plus la rétention des particules sera gênée, voire empêchée ; ce qui peut poser de nombreux problèmes pour les plus petites, dont en particulier les micro-organismes, et ainsi expliquer de nombreux écueils.

- **Conséquences organoleptiques sur les vins**

Dans le cadre d'une étude (2010-2013) menée avec la Chambre d'Agriculture de la Gironde, l'IFV Bordeaux, et Hervé Romat Conseil, financée par le CIVB et France Agrimer, nous avons procédé à de multiples dégustations avec un jury expert (8 personnes) pour identifier les impacts organoleptiques de différentes filtration sur de nombreux vins (Tableau 2)

*Tableau 2 : Impacts organoleptiques des filtrations frontales et tangentielles*

DESCRIPTEURS	POSITIF	NEUTRE	NEGATIF
INTENSITE COLORANTE			
INTENSITE AROMATIQUE			
FRUITE			
<b>EVOLUTION DU FRUIT</b>			
<b>VEGETAL</b>			
<b>FLORAL</b>			
<b>ANIMAL</b>			
<b>EPICE</b>			
<b>BOISE</b>			
COMPLEXITE			
SUCROSITE			
<b>ACIDITE</b>			
GRAS			
<b>QUALITE DES TANINS</b>			
EQUILIBRE			
<b>AMERTUME</b>			
<b>ASTRINGENCE</b>			
<b>PERSISTANCE-LONGUEUR</b>			

Il ressort que:

- les filtrations qu'elles soient frontales ou tangentielles, peuvent avoir des conséquences négatives et d'autant plus que les vins seront mal préparés.
- l'origine des conséquences peuvent être le matériau filtrant et la technologie les mettant en œuvre, mais s'avère en grande partie surtout due à la préparation du vin par l'importance de la différence entre la turbidité-filtrabilité d'origine au regard de la turbidité-filtrabilité de l'objectif final ; moins la préparation est bonne et plus l'objectif est exigeant, plus les conséquences négatives seront importantes ; cela est généralement en défaveur de la filtration tangentielle, pour être utilisée principalement dans les cas défavorables, voire extrêmes (argument d'utilisation...).
- La modification de couleur est souvent peu importante, sauf cas très particulier, de matière colorante instable (mais de plus en plus constaté), ou très mauvaises conditions de filtration.
- Les impacts aromatiques sont majoritairement sur le fruit en le dégradant, bien que l'élimination de certaines particules végétales peut dans certains cas mettre en valeur plus de fruit (certainement plus en valeur relative qu'en valeur réelle) ; la fraîcheur et l'évolution du fruit sont souvent impactées avec en parallèle, une expression florale et épicée plus prononcée (dans une sorte

de transfert ?), confortant des observations précédentes (Romat, 2005). La note animale n'est pas modifiée. Le boisé est largement amoindri et la complexité générale en est très souvent diminuée.

- Sur le plan gustatif, les impacts sont : pour l'acidité, elle est marquée en position positive, sachant que l'acidité par elle-même n'a pas changé, mais que c'est une sensation plus acide sur certains vins qui est détectée ; neutre à négatif pour la sucrosité, le gras, et l'équilibre ; et négatifs à très négatifs pour la qualité des tanins, l'amertume, l'astringence plus prononcée, et la persistance-longueur plus faible.

On voit donc l'importance d'essayer de bien/mieux préparer les vins en vue de leur filtration, pour tenter de limiter l'ensemble des conséquences négatives décrites.

### **Réalisation d'un outil de prévision de la clarification naturelle**

Dans le cadre de l'étude précédemment citée, et d'une étude complémentaire (2014-2015) menée avec la Chambre d'Agriculture de la Gironde, l'IFV de Bordeaux, et Hervé Romat Conseil, financée par le CIVB et France Agrimer, il a été projeté de réaliser un outil WEB, de prévision de la clarification naturelle (M.I. Furet et al, 2016).

A partir d'observations antérieures (Romat, 2010), une segmentation des différentes clarifications a été proposée, intégrant la date butoir de l'embouteillage (figure 2)

Plusieurs facteurs d'influence peuvent perturber les phénomènes naturels : complexité de la composition du vin (particules et colloïdes) (Romat, 2012), divers facteurs physiques, présence de gaz carbonique, changements de température...Cependant, bien que chaque vin ait sa propre évolution, il est possible de regrouper les différents comportements dans des faisceaux de tendance.

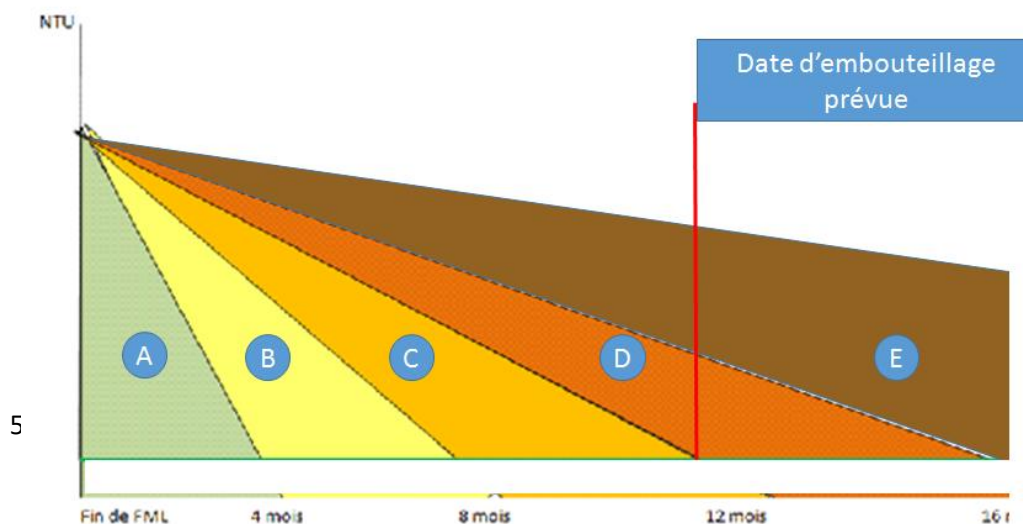


Figure 2 : segmentation en fuseaux de la clarification naturelle

Ensuite, à partir des différents faisceaux (A, B, C, D et E) une modélisation prédictive a été formulée permettant d'anticiper très en amont de l'embouteillage, pour mieux se préparer aux opérations œnologiques et/ou filtrations éventuelles, et être conforme aux objectifs. On remarque que dans de nombreux cas, la mise en œuvre d'opérations œnologiques est bien trop tardive pour avoir tous les avantages escomptés, et même pouvant parfois aggraver la situation initiale (turbidité et/ou filtrabilité), si le délai est trop réduit.

Ainsi, afin de pouvoir utiliser cette prospective de clarification, une application WEB a été développée par la Jeune Entreprise de l'École Nationale Supérieure de Cognitique de Bordeaux (ENSC), et elle est en cours de finalisation. Elle est la propriété de la Chambre d'Agriculture de la Gironde, et elle sera accessible dans les prochains mois.

Puis, les différentes tendances ont été précisées en fonction des objectifs d'embouteillage, et il a ainsi été créé un outil prédictif dénommé « Opti-Mise ». L'utilisation du site WEB dédié permet

alors de visualiser d'une part une projection de la clarification potentielle, et d'autre part d'intégrer l'importance de la filtrabilité en dessous de 50 NTU. Ces informations constituent une véritable aide à la décision et permettent un meilleur pilotage des opérations œnologiques, nécessaires à la meilleure préparation aux filtrations et à l'embouteillage.

### **Nécessité d'une filtration « Œnologique »**

Compte tenu des éléments précités, il est important de s'inscrire dans une filtration « œnologique » (respectueuse des qualités du vin), avec une approche raisonnée des opérations œnologiques de préparation à la filtration finale d'embouteillage. Dans ce sens, au-delà de la mesure de turbidité devenue classique (mais qui reste souvent trompeuse sur le bon déroulement de la filtration), il est absolument nécessaire de prendre en compte la filtrabilité et la microbiologie. Par ailleurs, il faut envisager ces mesures et les actions œnologiques dans un rétro-planning, avec suffisamment de temps d'action (généralement > 6 semaines). Cependant, pour le collage, il ne faut pas non plus le réaliser trop tôt (> 3 mois), pour ne pas fragiliser le vin vis-à-vis des oxydations potentielles (plus le vin sera clarifié et tôt, plus il sera sensible à l'oxygène). Enfin, les matériaux et matériels devront être analysés pour avoir la meilleure adéquation vin/filtration, en particulier en tenant compte de la filtrabilité par le Coefficient de Colmatage CC et en appliquant les CFLA (Critères de Filtration Lamothe et Abiet) pour éviter toute surfiltration (Romat et al, 2007).

### **Conclusion-perspectives**

La clarification n'est en général que très grossièrement suivie, et la préparation des vins à l'embouteillage a été largement négligée ces dernières années, d'une part pour paraître mineure et négligeable devant la qualité des vins (...), d'autre part pour avoir des matériels permettant d'aller plus rapidement, et enfin des pour avoir des temps de logistiques de plus en plus courts, et sans tenir compte des dégradations potentielles ou avérées des vins.

L'observation de la clarification naturelle, et son amélioration revêt donc un intérêt particulier pour améliorer les performances et limiter les conséquences négatives potentielles des filtrations. Un outil WEB (Chambre d'Agriculture de la Gironde) pourra permettre d'anticiper et compléter bénéfiquement la sédimentation, et pouvoir intégrer les opérations œnologiques très en amont de l'embouteillage.

Cependant, de nombreux phénomènes liés à cette clarification naturelle restent encore non définis, et devraient être précisés pour l'améliorer en rapidité et en qualité, en turbidité et en filtrabilité, et ainsi faciliter toutes les opérations postérieures. Et, cela semble d'autant plus compliqué que les vins sont concentrés en matières colorantes et en colloïdes/polysaccharides.

Cependant, si, la qualité d'un grand vin est bien sûr liée à son origine (terroir, élaboration et élevage), mais si ce vin n'est pas bien « accompagné » dans sa clarification naturelle, voire amélioré, et/ou si les opérations œnologiques de clarification et de stabilisation complémentaires ne sont pas spécifiques et adaptées, on peut prédire une dégradation qualitative et de sa stabilité, et du potentiel de vieillissement ; ce qui est malheureusement avéré dans de trop nombreux cas, et se généralisant de plus en plus.

Ainsi, l'ensemble clarification-stabilisation et l'appréhension de la filtration finale d'embouteillage sont des enjeux majeurs, que les techniciens et œnologues devraient mieux prendre en compte pour garantir les meilleurs vins en bouteilles.

### ***Références bibliographiques***

- FURET M.I. et al, 2011 : « *La filtration des vins - Synthèse bibliographique : enjeux et nouvelles pratiques* ». Revue des Œnologues et des Techniques Viti-Vinicoles et Œnologiques, n° 138.
- FURET MI, CRACHEREAU J.C., ROMAT H., 2016 : Opti-Mise : Préparer les Vins à la mise en bouteilles », pp 66 -72, Revue Technique Inter-Rhône.

- ROMAT H., 2005 : « La préservation du fruit dans la préparation du vin a la mise en bouteille ». Journée des Œnologues de Bordeaux. (206)
- ROMAT H. et *al.*, 2006 : « Constats et réflexions sur la filtration des vins», La revue des œnologues et des techniques viti-vinicoles et œnologiques n° 118, pp 51-54. (22, 45, 199)
- ROMAT H., 2007 : « Coefficient de colmatage. Une nouvelle approche de la filtrabilité des vins ». La revue des œnologues et des techniques viti-vinicoles et œnologiques n°123, pp 31-33. (53, 71, 72 )
- ROMAT H. et REYNOU G., 2007, « Proposition de critères de filtration en application du coefficient de colmatage » La revue des œnologues et des techniques viti-vinicoles et œnologiques, n° 124 du 26/06/2007. (53, 74, 75, 104)
- ROMAT H. et *al.*, 2011, « Notion de rhéologie en œnologie. Application à l'influence de la température sur la viscosité et des conséquences sur quelques pratiques œnologiques et sur la filtrabilité des vins ». La revue des œnologues et des techniques viti-vinicoles et œnologiques n° 138.(87,205)
- ROMAT H., 2012, « Approche particulière et colloïdale de la filtration. Définition d'un indice œnologique de filtration et applications pratiques » La revue des œnologues et des techniques viti-vinicoles et œnologiques, n° 143, (92,93)
- ROMAT H., 2014 : « Filtrations en Œnologie », Livre de synthèse publié aux Editions Féret.
- VERNHET A. (1997). "*Wetting properties of microfiltration membrane: determination by means of the capillary rise technique and incidence on the adsorption of wine polysaccharide and tanins.*" Journal of membrane science 128: 163-174.(41)
- VERNHET A., 1999 : "*Relative impact of major wine polysaccharides on the performance of an organic microfiltration membrane.*" Am. J. Enol. Vitic. 50(1): 51-56 - (20, 87, 89,160, 162,168, 170, 176, 182, 183,185).