Impact de pulvérisations foliaires azotées réalisées à la véraison sur les caractéristiques aromatiques des vins rouges

Olivier Geffroy[1], Thierry Dufourcq[2], Ricardo Lopez[3], Eric Serrano[1], Elisa Gracia-Moreno[3], Juan Cacho[3], Vicente Ferreira[3]

[1]Institut Français de la Vigne et du Vin Pôle Sud-Ouest, LISLE SUR TARN
[2]Institut Français de la Vigne et du Vin Pôle Sud-Ouest, CAUSSENS
[2]Laboratorio de Análisis del Aroma y Enología. Universidad de Zaragoza, ZARAGOZA, Espagne
Email : olivier.geffroy@vignevin.com

Communication orale présentée par Carole Feilhès

Introduction

Depuis 2004, l'IFV Sud-Ouest étudie l'intérêt de pulvérisations foliaires d'azote réalisées à la véraison afin d'améliorer le fruité des vins issus de cépages dont le potentiel aromatique s'exprime par la présence de thiols variétaux comme le Colombard ou le Sauvignon. La technique, qui a fait l'objet de nombreuses communications ces dernières années (Charrier et Dufourcq 2007, Lacroux et al 2008, Charrier et al. 2009, Dufourcq et al. 2009), a connu un réel essor dans la plupart des vignobles français et particulièrement ceux du Sud-Ouest. Si ce type de fertilisation, parfois couplée à des apports de soufre élémentaire, est également utilisé avec succès sur cépages rouges en vinification en rosé, son adaptabilité pour l'élaboration de vins rouges continue de soulever certaines interrogations. En favorisant l'apparition de tenaces notes de réduction en cours de fermentation, l'association azote/soufre qui permet d'enrichir les teneurs en 3-mercaptohexanol (Dufourcq et al. 2009), est difficilement applicable. Dans ces conditions, l'intérêt de ce type de fertilisation demeure incertain. Afin de mieux évaluer l'impact de la technique sur la qualité aromatique des vins rouges, des pulvérisations foliaires d'azote uniquement, à la dose de 20 kg/ha, ont été réalisées au cours de la dernière année du projet VINAROMAS. Ce travail, réalisé sur des parcelles de Fer Servadou et de Carignan, devrait permettre d'évaluer l'incidence de pulvérisations foliaires azotées sur une large palette de composés aromatiques.

1. Rappels des connaissances acquises sur cépages blancs

1.1 Incidence sur la teneur des raisins en azote

Au cours des expérimentations conduites par l'IFV entre 2004 et 2009 -une centaine de modalités a été traitée- l'azote pulvérisé sur vigne sous forme d'urée à la véraison a entrainé, dans la plupart des situations, une augmentation de la concentration en azote du moût (figure 1). Les apports correspondant à des quantités d'azote (en unité fertilisante) comprises entre 10 kg et 20 kg par hectare sont pratiquées en deux fois en encadrement de la véraison et à des volumes par hectare de l'ordre de 400L. En moyenne, l'augmentation de l'azote du moût observée est linéaire et pour 10 kg d'azote pulvérisés par hectare, on peut attendre une augmentation de 50% de la concentration en azote du moût alors que pour 20 kg par hectare cette augmentation est doublée (+100%). La variabilité des résultats est assez importante et dans certains cas, aucun effet n'a pu être remarqué. De nombreux facteurs peuvent en effet influencer la qualité de la pulvérisation au vignoble : la dose employée et la formulation de l'urée, la période et le moment d'application, le réglage du pulvérisateur, l'état de stress de la végétation et les conditions climatiques. Les spécialités présentes sur le marché en viticulture conventionnelle ont un coût d'environ 10 € HT par unité fertilisante et par hectare de vigne pour une concentration en azote variant entre 200 et 350g/L. D'autres travaux conduits par l'IFV ont permis de comparer les effets sur l'azote assimilable du moût de pulvérisations associées d'azote et de soufre en comparaison à des apports d'azote seul. Des résultats d'étude sur blé (Téa, 2004) suggèrent des effets synergiques de l'emploi du soufre dans l'assimilation de l'azote par la plante. Dans nos conditions, il n'apparait pas de différences entre les deux systèmes et il est ainsi possible de considérer qu'un mélange d'azote et soufre pulvérisé sur vigne n'augmente pas le niveau d'azote du moût en comparaison à une même dose d'azote seul pulvérisée dans les mêmes conditions. L'association du soufre à l'azote permet en revanche d'enrichir le moût en métabolites soufrés comme le glutathion ou la cystéine. Ces composés soufrés interviennent et participent à la genèse de composés odorants en vinifications. Réalisée de manière raisonnée, l'utilisation de l'azote n'engendre pas d'effets secondaires sur la vigne (brûlure, augmentation de la vigueur).

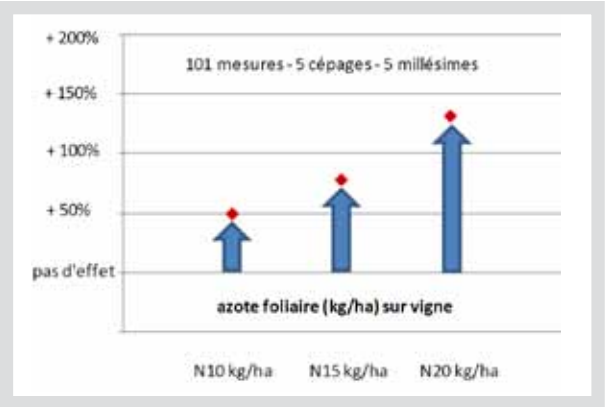

Figure 1 : gain en azote assimilable du moût après pulvérisation foliaire d'azote par rapport à un témoin non traité (101 mesures, 5 cépages, 5 millésimes)

1.2 Impact sur la teneur des vins en arômes variétaux et fermentaires

Dans les différents essais réalisés par l'IFV, la pulvérisation en mélange d'azote ou d'azote et soufre a été pratiquée en deux passages en commençant aux environs de 20% de véraison des baies. Les thiols variétaux dosés dans les vins ont été comparés aux témoins non traités. Ces dosages concernent le 3-MercaptoHexan-1-ol ou 3MH aux arômes de pamplemousse et l'acétate de 3-MercaptoHexyle ou Ac3MH aux aromes de fruit tropical et de buis produit par la levure par estérification du 3MH. La production d'Ac3MH dépend du métabolisme de la levure et de sa capacité à estérifier le 3MH. Il a été systématiquement observé un gain en thiols variétaux dans les vins issus des modalités pulvérisées en comparaison au témoin. En moyenne, on observe quatre fois plus de composés aromatiques dans les vins et ce même lorsque le témoin présente un haut niveau en thiols (10 à 40 nanomoles par litre). Cela suggère que cette technique influence de manière importante la production de ce type de composés en vinification. Lorsqu'un niveau plus faible de thiols est présent dans les vins témoin (0,4 à 6 nanomoles par litre) le gain moyen est de cinq fois plus que le témoin. Nous avons également pu observer que les vins des modalités intégrant un apport d'azote, que

ce soit à la vigne ou au chai, sont plus riches en acétates d'alcools supérieurs (aromes fruités de banane, de poire). Sur ce point, la pulvérisation foliaire a un impact plus significatif que l'ajout de sels ammoniacaux au chai (Charrier et al 2009).

1.3 Effets secondaires potentiels lies aux apports azotés

Au cours de nos expérimentations, nous n'avons pas noté d'augmentation de vigueur, ni du niveau de pourriture lié au Botrytis cinerea. Cependant sur cépages sensibles et sur raisins altérés, des baies plus riches en azote favoriseront un développement plus rapide du champignon si celui-ci est présent.

Dans nos conditions expérimentales, les pulvérisations d'azote foliaire réalisées n'ont pas entraîné d'augmentation dans les vins de la teneur en protéine instable, les vins témoin et traité se situant dans la même gamme d'instabilité protéique.

2. Matériel et méthodes

Les fertilisations foliaires azotées ont été réalisées à la dose de 20 kg/ha à l'aide de la spécialité Folur (Tradecorp, Belgique). Les apports ont été fractionnés en deux (2 x 10 kg/ha) de manière à encadrer la véraison, à un volume de bouillie pulvérisé de 400L/ha. Ces traitements (VINAZO) ont été mis en œuvre sur des rangs d'une parcelle de Fer Servadou (AOP Gaillac) et de Carignan (DO Cariñena). Sur chaque parcelle, des rangs voisins ont été conservés afin de servir de témoin (VINA).

Après récolte, des lots homogènes de 60 kg ont été constitués dans le chai expérimental de l'IFV Sud-Ouest. Sur ces lots et pour chaque cépage, 8 techniques de macération ont été mises en œuvre. L'ensemble des modalités a été fermenté à l'aide la souche de levure Anchor NT116 (Anchor Yeast, Afrique du Sud).

Des paramètres œnologiques classiques ont été suivis par l'IFV Sud-Ouest sur moûts et dans les vins en bouteille. 78 composés aromatiques différents ont été dosés dans les vins par l'équipe du LAAE. L'analyse sensorielle a été réalisée, un mois environ après leur mise en bouteille, par le jury expert de l'IFV Sud-Ouest composé de 8 dégustateurs entrainés régulièrement. Deux sessions de dégustation (une par cépage) ont été organisées. Les vins ont été notés sur une échelle discontinue de 0 à 5 au moyen de 23 descripteurs sensoriels.

L'ensemble des données recueillies sur moût a été analysé statistiquement, à l'aide du logiciel Xlstat, grâce à une ANOVA mono factorielle suivie d'un test de comparaison de moyenne de Fisher au seuil de 5%. Les données sur vins ont été traitées statistiquement par la société Ondalys basée à Prades-Le-Lez à l'aide d'une ANOVA à 3 facteurs (cépage x azote x macération) avec interactions de 1er ordre. Les résultats présentés dans cet article seront limités aux effets induits par le facteur azote.

3. Résultats / discussions

3.1 Incidence des pulvérisations azotées sur les caractéristiques analytiques des moûts

L'incidence des pulvérisations azotées sur les caractéristiques analytiques des moûts est résumé dans le tableau 1 ci-dessous. Sur les deux cépages, les traitements foliaires se sont avérés efficaces afin de corriger le statut azoté des raisins puisque des gains respectifs en azote de 65% et de 33% sont observés sur Fer Servadou et sur Carignan. Le gain en azote est moins marqué sur le cépage qui possède le niveau d'azote assimilable initial le plus élevé. Les gains en azote sont moins élevés que le gain moyen attendu (figure 1). Les pulvérisations modifient faiblement mais de manière significative l'acidité des moûts en provoquant une augmentation du pH et de la teneur en acide malique. Ces variations ont été préalablement décrites dans le cas de fertilisations azotées au sol et sont résumées dans un article de revue (Bell et Henscke 2005). En favorisant le maintien d'un feuillage plus vert et plus fonctionnel pendant la période véraison-récolte, les apports azotés réalisés ont pu contribuer à une meilleure assimilation du potassium à l'origine d'une augmentation de pH et à une synthèse supérieure d'acide malique dans les feuilles. Ce phénomène, plus marqué sur le vignoble espagnol soumis à une contrainte hydrique supérieure, s'accompagne également, sur cépage Carignan, d'une augmentation du degré potentiel. Cette augmentation de la teneur en sucre des moûts peut être une conséquence de la stimulation de la production de sucres par les ions potassium.

3.2 Incidence des pulvérisations azotées sur les caractéristiques analytiques des vins

Les mesures réalisées sur les vins en bouteilles viennent confirmer les observations sur moûts (Figure 2). Les traitements foliaires azotés ont induit une modification de l'acidité des vins qui se manifeste par une augmentation du pH, de la teneur en potassium et une diminution de l'acidité totale des vins. L'effet sur le degré potentiel des moûts n'est pas confirmé statistiquement sur vins. Les vins des modalités « pulvérisées » présentent des valeurs moyennes d'IPT de quelques points significativement inférieures (4 en moyenne) à celles du témoin (Figure 2). Au seuil de 5%, les teneurs en anthocyanes ne sont pas impactées significativement. Il a été démontré récemment que la voie de biosynthèse des procyanidines dans les raisins était sous la gouvernance de nombreux gènes réprimés lors d'une nutrition azotée excessive de la plante (Lilo et al, 2008).

3.3 Incidence des pulvérisations azotées sur la composition aromatique des vins

Sur les 78 composés aromatiques suivis dans les vins par le LAAE, seuls 18 permettent de discriminer significativement les modalités VINA et VINAZO (Figure 3). Ces composés appartiennent à plusieurs familles chimiques dont celle des esters (succinate de diéthyle, butanoate d'éthyle), des acétates (acétate de butyle, acétate d'éthyle), des alcools (1-butanol, 2-phényléthanol, méthionol, alcool benzylique), des aldéhydes et des cétones (diacétyle, γ-décalactone), des monoterpènes et norisoprénoïdes (géraniol, β-damascénone), des

Cépage	Modalité	Degré potentiel [% Vol]	AC Totale [g/l H_2SO_4]	pH	Tartrique [g/l]	Malique [g/l]	Azote α-aminé [mg/l]	Azote ammoniacal [mg/l]	∑ (α-aminé + ammoniacal) [mg/l]
Fer Servadou	Témoin	12.11	3.46	3.24 b	3.61	3.03 b	81 b	75 b	156 b
	Fertilisation foliaire (20 kg N/ha)	12.24	3.42	3.32 a	3.66	3.16 a	131 a	116 a	257 a
Carignan	Témoin	13.64 b	2.33	3.72 b	3.74	1.87 b	187 b	71 b	258 b
	Fertilisation foliaire (20 kg N/ha)	13.95 a	2.37	3.83 a	3.77	2.35 a	250 a	92 a	342 a

Tableau 1 : Incidence des pulvérisations foliaires azotées (20 kg N/ha) sur les caractéristiques analytiques des moûts. Moyenne de 8 répétitions. Les différentes lettres correspondent à des différences significatives observées au seuil de 5% par le test de comparaison des moyennes de Fisher.

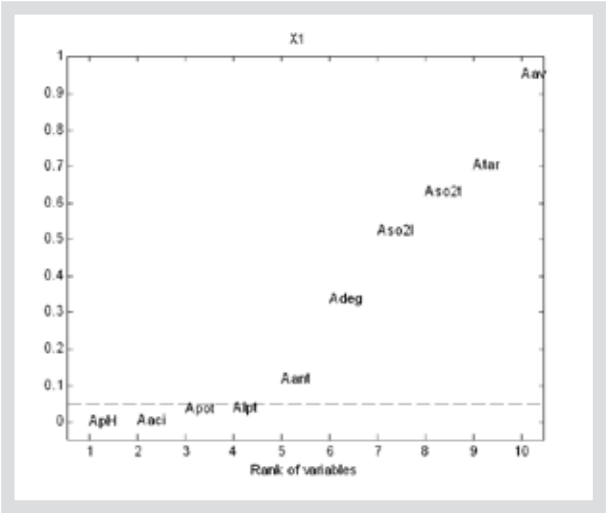

Figure 2 : p-value de l'ANOVA à 3 facteurs réalisée sur l'ensemble des données récoltées en 2011 pour les variables œnologiques classiques (n=24). Le seuil de significativité de 5% est représenté par la ligne en pointillé. pH, acidité totale (aci), potassium (pot), IPT(ipt), anthocyanes (ant), Degré acquis (deg), SO2 libre (SO2l), SO2 total (SO2t), acide tartrique (tar), acidité volatile (av)

phénols (2,6-dimethoxyphenol, 4-vinyl-phénol, eugénol, gaïacol), des cinnamates (dihydrocinnamate d'éthyle) et des mercaptans (H2S). L'impact des traitements azotés sur les teneurs des vins en ces composés est résumé dans le tableau 2. L'un des effets attendus, induit par l'augmentation de la teneur en azote des moûts, est la diminution des composés responsables des notes de réduction dans les vins (Rauhut 2005). Si cet impact est observé sur le methionol (note aillées), ce n'est pas le cas pour l'hydrogène sulfureux (notes d'œuf pourri). D'une manière générale, les modifications induites par le traitement azoté demeurent faibles en intensité (<50% par rapport au témoin en moyenne – résultats non présentés) et concerne des molécules possédant un impact aromatique faible et/ou présentes à des concentrations largement inférieures à leurs seuils de perception dans les vins.

Contrairement aux observations précédemment réalisées sur vins blancs et rosés, la teneur des vins en 3-mercaptohexanol (p-value > 0.9) n'est pas impactée par les pulvérisations foliaires (en vert sur la figure 2). Il en est de même pour la 4MMP et l'acétate de 3MH dont la teneur reste faible dans les conditions de vinification en rouge. Plusieurs hypothèses peuvent être avancées afin d'expliquer ces phénomènes :

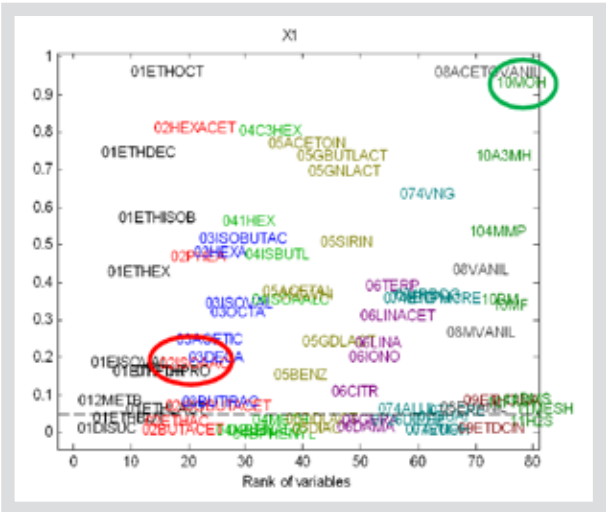

Figure 3 : p-value de l'ANOVA à 3 facteurs réalisée sur l'ensemble des données récoltées en 2011 pour les composés aromatiques des vins (n=24). Le seuil de significativité de 5% est représenté par la ligne en pointillé. Les p-values des variables acétate d'isoamyle (ISOAAC) et 3-mercaptohexanol (MOH) sont signalées respectivement par des cercles rouge et vert.

- des perturbations pour ces variables liées à un fort effet matrice observée par l'équipe du LAAE lors de leurs dosages

- des conditions œnologiques de vinification en rouge (température, turbidité) peu favorables à la libération de ces composés dans les vins. Cette hypothèse va dans le sens que l'augmentation des thiols observée sur vins blancs serait plus due à une augmentation de l'azote assimilable induite, qu'à l'augmentation directe des teneurs en précurseurs. En effet, il est admis que l'impact du niveau azoté des moûts sur l'aromatique des vins est moindre dans le cas des vinifications en rouge.

- l'absence d'utilisation de soufre au cours des pulvérisations foliaires. Au cours des nombreux essais menés depuis 2004 par l'IFV, si un gain est systématiquement observé sur la composante « thiol » pour des pulvérisations « azote-soufre », les pulvérisations d'azote seul ont une incidence moindre sur cette famille de composé aromatique. Dans les travaux de Lacroux (2008), les teneurs en 3-mercaptohexanol ne sont pas améliorées dans le cas de fertilisation d'azote seul.

De la même manière, la composante fermentaire des vins à travers notamment la teneur en acétate d'isoamyle (en rouge sur la figure 2) n'est pas (ou très peu) modifiée par les traitements azotés. Les conditions œnologiques de vinifications en rouge, faisant intervenir des moûts turbides et des températures supérieures, sont en effet moins favorables à la production d'esters et d'acétates par la levure au cours de la fermentation (Moreno et al, 1988).

Famille chimique	Composé aromatique	Impact du traitement azoté	Niveau dans les vins[a]
Esters	Succinate de diéthyle	+	>
	Butanoate d'éthyle	+	>
Acétates	Acétate de butyle	+	>
	Acétate d'éthyle	+	>
Alcools	1-butanol	+	<
	2-phényléthanol	-	<
	Méthionol	-	=
	Alcool benzylique	+	<
Aldéhyde et cétones	Diacétyle	+	>
	γ-décalactone	+	<
Monoterpènes et norisoprénoïdes	Géraniol	+	=
	β-damascénone	+	>
Phénols	2,6-dimethoxyphenol	-	<
	4-vinyl-phénol	+	<
	Eugénol	+	<
	Gaïacol	-	<
Cinnamates	Dihydrocinnamate d'éthyle	+	=
Mercaptans	H2S	+	=

Tableau 2 : impact du traitement foliaire azoté sur la composition aromatique des vins. « + » = gain significatif ; « - » perte significative. aLe niveau dans les vins se réfère aux concentrations retrouvées et à leur positionnement par rapport au seuil de perception de la molécule. « = » autour du seuil de perception ; « < » inférieur au seuil ; « > » supérieur au seuil

3.4 Impact des pulvérisations azotées sur le profil sensoriel des vins

L'impact des traitements foliaires azotés sur le profil sensoriel des vins rouges est résumé sur la figure 4. Aucun impact sensoriel significatif n'est observé à la dégustation. Cependant la technique semble légèrement favoriser les notes florales des vins (p value =0.06). Cette augmentation est à mettre en relation avec les teneurs supérieures en dihydrocinnamate d'éthyle et également en β-damascénone mises en évidence dans les vins. L'importance de cet effet, même s'il peut être recherché dans le cas notamment des vins élaborés par macération carbonique, doit être relativisée compte tenu du faible gain observé (+0.2/5 en moyenne sur le caractère floral).

Cet effet sensoriel nul peut être nuancé par l'existence de fortes perturbations liées au déroulement de la dégustation. En effet, les vins ont été testés par série de cépage, toutes techniques de vinifications confondues. En ce sens, le fort impact sensoriel des différentes modalités de macération a pu perturber la notation du jury.

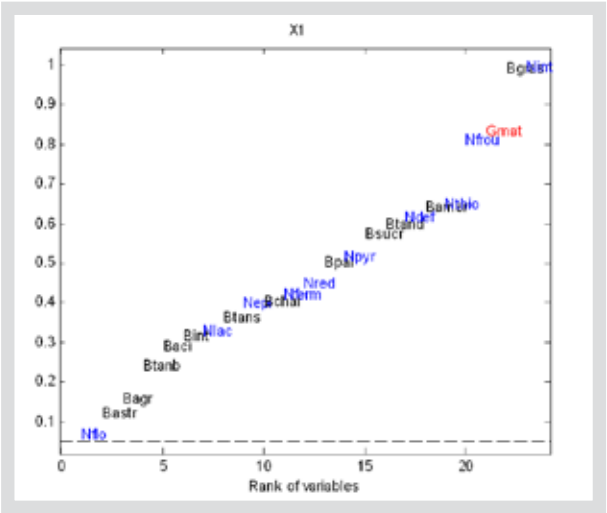

Figure 4 : p-value de l'ANOVA à 3 facteurs réalisée sur l'ensemble des données sensorielles de dégustation (n=24). Le seuil de significativité de 5% est représenté par la ligne en pointillé. La p-value la plus proche du seuil de significativité est obtenue pour le descripteur sensoriel associé aux notes florales (Nflo).

Conclusion

L'étude, réalisée au cours de la dernière année du projet VINAROMAS, sur les cépages Fer Servadou et Carignan, a permis d'évaluer l'intérêt d'apports d'azote foliaires à la véraison à la dose de 20 unités par hectare en vinification en rouge. Outre le gain en azote des moûts, les pulvérisations, en favorisant l'assimilation du potassium, ont provoqué une baisse de l'acidité des vins associée sur la variété Carignan à une augmentation de la teneur en sucre. Une baisse significative de quelques points a également été observée sur l'IPT des vins. D'un point de vue aromatique, dans notre essai, les effets induits par la technique demeurent très limités : aucune modification de la teneur en thiols variétaux et un gain très limité en esters et acétates (succinate de diéthyle, butanoate d'éthyle, acétate de butyle et acétate d'éthyle). Ce résultat est vraisemblablement à mettre en relation avec les conditions œnologiques particulières de la vinification en rouge mise en œuvre au cours de ce travail (macération, turbidité, température) qui semblent défavorables à la formation de ces molécules aromatiques. Cet effet mineur sur la composition aromatique des vins est de plus confirmé à travers l'analyse sensorielle. Ainsi, dans nos conditions et sur ces deux cépages, la pulvérisation foliaire d'azote à véraison n'a pas présenté d'intérêt technique évident.

Références bibliographiques

Bell, S-J. and Henschke, P.A. (2005) Implications of nitrogen nutrition for grapes, fermentation and wine. Australian Journal of Grape and Wine Research 11, 242–295.

Charrier F. et Dufourcq T., 2007. Influence de l'apport d'azote foliaire sur le potentiel aromatique des vins blancs. 8ème Symposium d'œnologie de Bordeaux (France).

Charrier F., Pain A., Dufourcq T., Schneider R., Berger J.L., 2009. Effets technologiques compares d'une pulvérisation foliaire d'azote a la vigne et d'un ajout de sels ammoniacaux au mout en cave. XXIIème Congrès International de l'OIV, Zagreb (Croatie), du 29 juin au 3 juillet 2009.

Dufourcq T., Charrier F., Poupault P., Schneider R., Gontier L., Serrano E., 2009. Foliar spraying of nitrogen and sulfur at veraison: a viticultural technique to improve aromatic composition of white and rosés wines. 16th International GiESCO Symposium, Davis (USA) p379-383

Lacroux F, Tregoat O, Leeuwen CV, Pons A, Tominaga T, Lavigne-Cruège V & Dubourdieu D. 2008. Effect of foliar nitrogen and sulphur application on aromatic expression of Vitis Vinifera L. cv. Sauvignon Blanc. J. Int. Sci. Vigne Vin 42(3):125-132.

Lillo C., Lea U. S., Ruoff P. 2008. Nutrient depletion as a key factor for manipulating gene expression and product formation in different branches of the flavonoid pathway. Plant, Cell and Environment 31(5), 587-601.

Moreno, J., Median, M. and Garcia, M.D. (1988) Optimization of the fermentation conditions of musts from Pedro Ximénez grapes grown in Southern Spain. Production of higher alcohols and esters. South African Journal of Enology and Viticulture 9, 16-20.

Téa I., 2004. Contribution à l'amélioration de la qualité technologique des farines panifiables de blé par l'apport foliaire d'azote et de soufre : implication des protéines de réserves et du glutathion. Thèse de doctorat de l'INP Toulouse. 173p.