



n°27 - MARS 2000

# la grappe d'autan

## SOMMAIRE

### EDITO

### DOSSIER

#### LA STABILISATION TARTRIQUE DU VIN PAR LE PIÈGE FROID

.....page 2

#### VOS RENDEZ-VOUS

..... page 4

### LA VIE DU GIS

#### INTERACTION DU TYPE KILLER SC ETUDES PHYSIOLOGIQUE ET CINETIQUE QUANTIFICATION ET MODELISATION

..... page 6

Le dossier que nous vous présentons dans ces quelques pages, est un dossier à risques. Non pas qu'il est radioactif !!... mais parce qu'encore à ce jour, toutes les barrières techniques n'ont pas été franchies pour être certains de sa concrétisation dans vos chais.

Il illustre le cheminement logique d'une activité de Recherche/Développement, et au-delà l'accomplissement de la mission d'ITV France et de ses partenaires.

La première étape est l'anticipation. Il y a 6 ans, l'idée paraissait saugrenue d'appliquer au vin une technologie du nucléaire. De plus, l'évolution de la réglementation sur les déchets était à peine connue (juillet 92). Or déjà, il fallait imaginer les outils de demain permettant de s'y adapter.

La deuxième étape est la rigueur. Scientifique pour explorer toutes les facettes du sujet, mais aussi, pour garder la clairvoyance dans l'objectif à atteindre, sans se perdre dans d'inutiles recherches pour la recherche. Puis financière, car les démarches d'anticipation présentent des risques financiers importants.

La troisième étape, ciment de la réussite, est la confiance.

Les acteurs du projet sont les seuls à mesurer les portées scientifiques d'un projet nouveau. Confiance absolue doit leur être accordée. Et s'il y a rigueur, il peut y avoir confiance.

Les organismes financeurs, surtout pour des sujets à risques dont l'issue est incertaine, se doivent d'analyser tous les arguments apportés, pour, dans la confiance, oser investir.

Les utilisateurs de demain, avec confiance dans leurs structures de développement, sont les relais de l'aboutissement du projet et de son application pratique. Les sites qui nous accueillent aujourd'hui pour tester le piège froid, montrent leur volonté d'avancer, et sont indispensables dans sa réalisation.

En cette période où s'établissent les schémas, les règles de fonctionnement des activités R/D régionales du XIIème Plan, Anticipation, Rigueur, Confiance sont les maîtres-mots.

*La démarche du projet "piège-froid" en est un exemple.*

**J.François Roussillon,**

*Président de la Station Régionale*

**Brèves... Brèves...****PROJETS NATIONAUX  
ITV FRANCE**

Nos actions régionales s'intègrent dans les projets nationaux d'ITV France, et permettent la validation nationale des travaux conduits par la Station en Midi-Pyrénées.

E. Serrano, L. Cayla, F. Davaux, J.L. Favarel ont participé à de nombreuses réunions dans leurs domaines d'expertise respectifs.

Ils ont présenté l'ensemble des projets (ITV ou partenaires) dans notre région, et montré la cohérence de la démarche régionale.

Contact : J.L. Favarel

**A PARAITRE.....**

Le GIS et la Station Régionale ITV Midi-Pyrénées élaborent une plaquette dont le but est de présenter les deux structures, leurs travaux de recherche et de mettre en avant leur collaboration pour répondre aux attentes de la filière vitivinicole régionale.

Elle sera diffusée fin avril 2000.

Contact : Charlotte Mandroux  
05.63.41.01.54.

**LA STABILISATION TARTRIQUE DU VIN  
PAR LE PIEGE FROID**

L'idée, originale, repose sur un transfert de technologie depuis l'industrie nucléaire et a germé en 1992 dans la tête de M. Claude Laguérie (†), Directeur du Laboratoire de Génie Chimique de l'ENSIGC Toulouse.

L'analogie entre la cristallisation du bitartrate de potassium (THK) dans le vin, et la cristallisation des impuretés du sodium liquide utilisé à la Centrale Super Phénix, a amené les équipes respectives de l'ITV Midi-Pyrénées et de l'ENSIGC à accroître leur collaboration.

Une thèse, soutenue en Novembre 99 (cf Grappe d'Autan n°25), place le transfert de la technologie dans le domaine du réalisable.

Ces travaux démontrent le rôle catalytique d'un garnissage inox sur la nucléation du bitartrate de potassium. En mettant en contact le vin avec une maille en acier inoxydable, il est possible d'induire la formation et le grossissement des cristaux de bitartrate de potassium (THK). La stabilisation tartrique est ainsi "dirigée" de manière exclusive, de telle sorte qu'il n'est plus nécessaire de filtrer le vin en sortie de traitement. Le procédé est d'autant plus efficace lorsque ce maillage estensemencé de cristaux de THK avant tout traitement.

Suite à ces résultats de recherche en laboratoires, un prototype d'une contenance de 10 hl a été mis au point en avril 1999 (avec le soutien de la Sté Vaslin-Bucher). Depuis, des essais sont menés par l'ITV Midi-Pyrénées en collaboration avec l'ENSIGC et le CEA (Commissariat à l'Energie Atomique), afin de valider le procédé à l'échelle semi-industrielle.

Ils s'attachent, dans un premier temps, à démontrer la pertinence du procédé pour l'objectif à atteindre. Dans un deuxième temps, ils visent à définir les conditions opératoires précises, de dimensionnement et les limites du procédé, pour envisager son industrialisation.

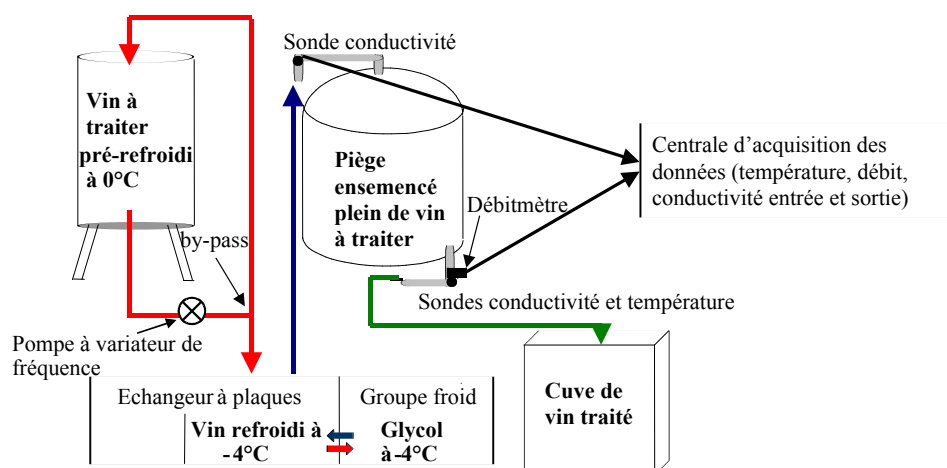
Parallèlement, l'incidence sur la qualité du vin est suivie, pour vérifier son respect qualitatif.

**I - SCHÉMA DE PRINCIPE DU PROCÉDÉ**

L'installation du pilote se compose d'une cuve contenant le garnissage inox sur lequel est dirigée la cristallisation du THK. En amont, est disposé un groupe frigorifique permettant d'abaisser la température du vin à -3 / -4°C, température de traitement.

Le dispositif actuel ne comprend pas d'échangeur récupérateur de frigories, mais le procédé finalisé en comprendra un.

En sortie du piège froid, le vin stabilisé est acheminé vers une cuve de réception. La filtration après stabilisation tartrique, systématiquement pratiquée pour éliminer les cristaux de tartre formés dans les procédés classiques, n'est plus utile.



Description de l'installation pour un traitement continu

## II - MISE EN OEUVRE DU PROCÉDÉ À L'ÉCHELLE PILOTE

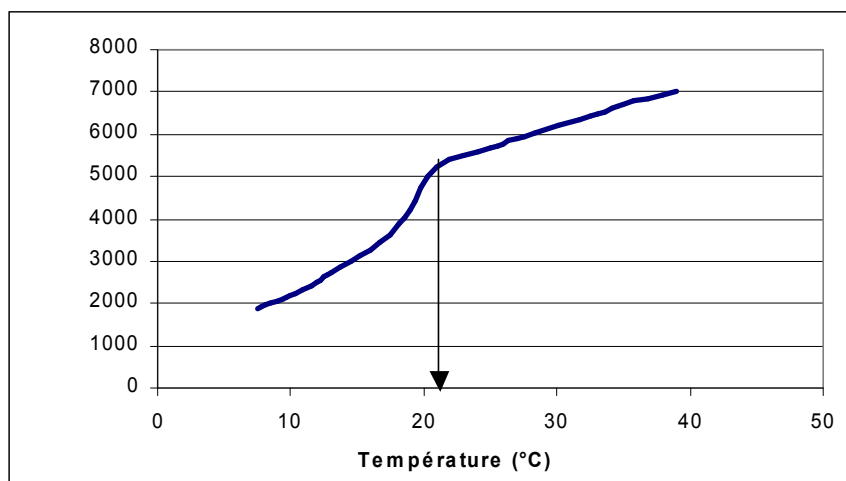
### UN ENSEMENCEMENT PRÉALABLE

Les travaux de thèse ont mis en évidence que l'ensemencement du piège accélère la cinétique de cristallisation. Cette étape, aujourd'hui contraignante, repose sur le refroidissement progressif d'une solution concentrée de THK pour provoquer sa cristallisation sur le garnissage du piège.

La masse de THK mise en jeu n'est que de 4 g/l pour le volume du réacteur. Puisque le système s'auto-enrichit, la consommation de THK est considérablement amoindrie par rapport aux procédés classiques (utilisant 4 g/l de cristaux pour la totalité du volume de vin à traiter).

Les études en laboratoires ont également montré que la valeur de la conductivité évolue de façon linéaire en fonction de la température pour une concentration en THK donnée. Ce paramètre est l'outil de contrôle du procédé.

Lorsque la cristallisation débute, une chute importante de la conductivité est observée car la quantité d'ions dans la solution diminue brutalement. La mesure en ligne de la conductivité permet d'appréhender la concentration en THK en temps réel. La quantité déposée est ainsi contrôlée.



Graphique n°1 : Evolution de la conductivité lors de la chute de température au cours de l'ensemencement - Essais ITV Midi-Pyrénées 1999

## Brèves... Brèves...

### Jury-expert

Les vignobles de Midi-Pyrénées se sont engagés depuis plusieurs années dans une démarche de contrôle de la qualité en amont.

Dans ce cadre, des jury-experts se sont mis en place à Madiran, Jurançon, Fronton, Côtes de Gascogne, Gaillac pour définir la typicité des vins de chaque appellation.

Il s'agit dans un premier temps de former un groupe de producteurs, techniciens sur l'analyse sensorielle, afin d'harmoniser la terminologie des critères de dégustations.

Le jury formé travaille dans un second temps à définir la typicité de l'appellation et à élaborer une fiche de dégustation spécifique.

Maurice Chassin de l'Institut du Goût de Tours, anime, en collaboration avec les responsables locaux, ces jury.

La démarche s'étendra prochainement à tout le bassin de production du Sud-Ouest.

Contact : J.L. Favarel

Pendant cette phase d'étude et d'optimisation de l'ensemencement, les solutions sont analysées avant et après la formation du dépôt. Le pH, la concentration en acide tartrique (TH<sub>2</sub>), l'acidité totale et la concentration en ions potassium (K<sup>+</sup>) sont mesurés.

Le dernier essai mis en oeuvre a permis de traiter un volume total de 200 hl de vin blanc. Au bout d'un mois, les garnissages, non colmatés, n'ont présenté aucune trace de souillures. Il faudra néanmoins vérifier l'hygiène oenologique du piège par des techniques adaptées.

D'autres essais sont en cours pour optimiser cette étape, et la rendre plus aisée dans sa réalisation.

### LE TRAITEMENT DE STABILISATION TARTRIQUE

Avant d'être traité, le vin est refroidi entre -2°C et -4°C, selon ses caractéristiques (degré alcool, niveau de filtration) pour augmenter son état de sursaturation.

#### \* *Les outils de contrôle*

A cours du traitement, la stabilité du vin est contrôlée grâce à la mesure de la température de saturation (T<sub>sat</sub>), de la conductivité (la cristallisation entraîne une chute de la conductivité). Deux conductimètres sont ainsi placés à l'entrée et à la sortie du piège. Un débitmètre et une sonde PT100 (située à la sortie du piège) complètent le dispositif de contrôle. L'ensemble de ces paramètres est enregistré sur ordinateur via une centrale d'acquisition.

#### \* *Incidence du niveau de préparation du vin*

Un premier essai a été conduit sur un vin de cépage Colombard en fin de Fermentation Alcoolique, à l'état brut. Le même a été réalisé après filtration sur kieselghur à 1,5 darcies. L'évolution de la température de saturation au cours du traitement par recirculation est présentée sur le graphe n°2.

.../...

### VOS RENDEZ-VOUS

## Conférences DNOE TOULOUSE

Les étudiants de deuxième année organisent un cycle de conférences, à savoir :

- \* La micro-oxygénation ; l'utilisation des copeaux par P. Ducournau  
**12 Avril à 14 H 00 - ENSAT (\*\*)**
- \* Ingénierie de cave ; activité de négoce  
**3 Mai à 14 H 00 - ENSAT (\*\*)**

(\*\*) ENSAT - Avenue de l'Agrobiopôle - Auzeville - Castanet Tolosan (Amphithéâtre Sabatier)

## JOURNEE TECHNIQUE "ENTRETIEN DES SOLS VITICOLES" 18 Mai 2000

organisée par l'ITV et le DNOE de Toulouse



*la grappe d'autan*

Bulletin bimestriel  
de la Station Régionale  
Midi-Pyrénées du Centre  
Technique Interprofessionnel  
de la Vigne et du Vin  
(ITV France)

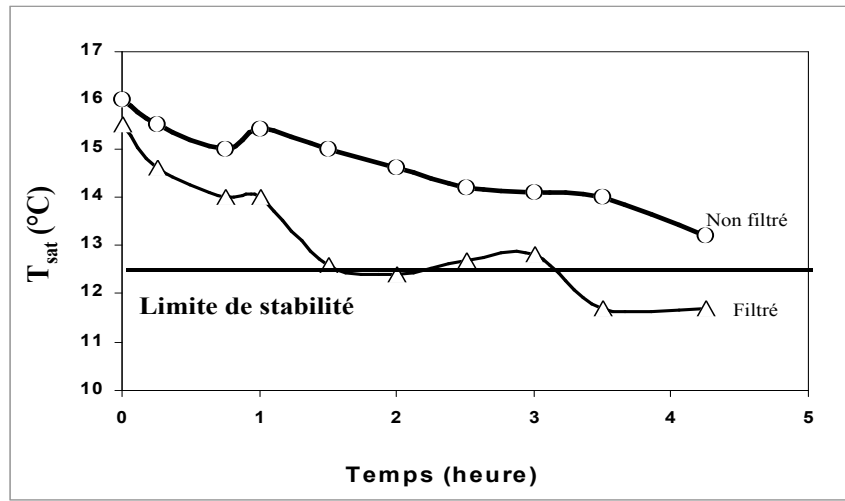
52, place Jean Moulin - BP 73  
81603 GAILLAC Cedex  
Tél. 05 63 41 01 54  
Fax 05 63 41 01 88

Directeur de la publication  
Jean-François Roussillon

Rédacteur en chef  
Jean-Luc Favarel

secrétaire de rédaction  
Liliane Fonvieille

Comité de rédaction  
Brigitte Barthélémy  
Laure Cayla  
François Davaux  
Charlotte Mandroux  
Romain Renard  
Eric Serrano



Graphie n°2 : Evolution de la température de saturation en fonction du temps  
Essais ITV Midi-Pyrénées 1999

Trois conclusions découlent de cet essai :

- \* comme pour tout traitement de stabilisation tartrique, le vin doit être suffisamment préparé
- \* le procédé piège-froid est efficace même quand le vin n'est filtré que sur terre lâche, la stabilité est atteinte rapidement
- \* il n'y a pas de cristaux libres dans le vin traité : la filtration finale est inutile

**\* Mise en oeuvre du traitement en continu**

Afin d'appréhender le débit nécessaire à la stabilisation, un plan d'expérience est mis en oeuvre sur un vin de cépage Colombard instable (TSAT initiale = 15°C. La limite de stabilité se situe à 12°C).

Débit (hl/h)	Tsat finale (°C)
3	12
4	12.7
5	12.7

Tableau n°1 : Résultats de stabilisation à différents débits - Essais ITV 1999

Nous constatons que la stabilisation des vins est complète pour un débit de 3 hl/h. Au-delà, la stabilisation se situe à la limite. Cette donnée est conforme aux dimensionnements prévus. Les essais en cours visent à étendre ces résultats à d'autres vins.

**CONCLUSION**

Les analyses effectuées sur les échantillons prélevés toutes les 1/2 heures ne montrent aucune altération du vin lors des traitements. Les essais ont donc permis de confirmer l'intérêt de la technologie du piège froid pour la stabilisation tartrique du vin. Elle offre l'avantage de supprimer une filtration et donc de diminuer les résidus polluants. De plus, les cristaux de tartre peuvent être facilement récupérés et valorisés. Ce procédé s'inscrit donc dans l'optique de "pratiques œnologiques intégrées". Toutefois, certains points sont encore à étudier comme l'ensemencement du piège, les facteurs de qualité, l'intégration de cette technique dans la chaîne de traitement du vin ou l'efficacité du piège froid pour la stabilisation du Tartrate neutre de Calcium (TCa). Les essais se poursuivent dans ce sens, en se référant aux résultats des travaux de la recherche fondamentale. Ces derniers montrent que l'application d'un potentiel électrique de + 200 mV sur le piège, engendrait un gain de masse de KHT de 30 %. Des expérimentations seront donc mises en place pour valider ce critère d'optimisation qui pourrait permettre d'éviter l'étape d'ensemencement préalable du garnissage.

Contact : Carole Feilhès - J.Luc Favarel - ITV Midi-Pyrénées  
Tél. 05.63.41.01.54.

# *INTERACTION DU TYPE KILLER SC - ETUDES PHYSIOLOGIQUE ET CINETIQUE QUANTIFICATION ET MODELISATION*

*Thèse de Sandrine Alfenore soutenue le 9 décembre 99  
ENS-IGC - Toulouse*

Ce travail analyse les effets physiologiques et cinétiques liés à la manifestation de l'interaction "Killer" chez *Saccharomyces cerevisiae*. Cette interaction est basée sur l'action d'une protéine létale, excrétée par une souche dite "Killer", sur des cellules sensibles.

Dans un premier temps, l'étude axée sur la physiologie des cellules a permis d'apprécier certaines variables qui peuvent influencer la relation d'amensalisme<sup>(\*)</sup>. Initialement, les expériences réalisées avec un milieu préfermenté "Killer" ont permis d'illustrer le rôle essentiel de la concentration en cellules cibles sur l'activité toxique. L'influence de paramètres extérieurs tels que la température, le pH ou le temps d'incubation a également été évaluée.

Une nouvelle méthode de quantification de l'effet toxique a ensuite été développée. Cette technique originale utilise la mesure de l'ATP libéré par les cellules cibles sous l'action de la toxine "Killer". Ce nouveau critère d'estimation a été corrélé à la détermination de l'activité toxique par un test de quantification en milieu liquide. La méthode a été mise en oeuvre sur deux applications relevant du domaine oenologique : la hiérarchisation de sensibilités et du pouvoir "Killer" de souches oenologiques et l'influence d'adjuvants de vinification sur l'activité toxique.

Des études cinétiques ont été réalisées en vue de proposer une modélisation mathématique du phénomène sur la base d'un modèle existant. Tout d'abord, l'hypothèse d'un couplage entre la croissance de la souche "Killer" et l'excrétion de la protéine a été vérifiée et confirmée. Puis, des études dynamiques sur la fixation des protéines "Killer" sur des cellules cibles ont permis d'apporter des modifications à certaines équations de ce modèle.

Mots clés : *Saccharomyces cerevisiae* - interaction "Killer" - quantification de la toxicité - ATPmétrie - cultures mixtes - viabilité - modélisation

(\*) *Amensalisme : inhibition du développement d'une plante par une autre plante*

Contact : Pierre Stréhaiano - ENSIGC  
Tél. 05.62.25.23.47.