

Diminution de la teneur en SO₂ : Importance de la maîtrise de l'oxygène à la mise en bouteille et pendant la conservation

Philippe COTTEREAU¹, Dominique SOLANET¹, Christophe RIOU¹, Jean-Baptiste DIEVAL², Maurizio UGLIANO² et Stéphane VIDAL²

¹ Institut Français de la Vigne et du Vin - Domaine de Donadille, 30230 Rodilhan, France

² Nomacorc - Domaine de Donadille, 30230 Rodilhan, France

Email: philippe.cottereau@vignevin.com

Introduction

Depuis de nombreuses années, en raison de l'évolution de la réglementation mais aussi de la demande du consommateur, l'ensemble de la filière vinicole travaille à la recherche de solutions alternatives à l'utilisation des sulfites (Usseglio-Tomasset et al, 1985), (Caboulet et al, 2002), (Salmon et al, 2009).

Par ailleurs, les démarches expérimentales se sont souvent inscrites dans la voie de l'optimisation et non de la suppression de l'emploi de sulfites. Ainsi, l'option d'une production de vins sans ou avec peu de sulfites a toujours été considérée comme irréaliste, sous peine de modifier substantiellement les caractéristiques sensorielles des vins, à moins de maîtriser parfaitement les apports d'oxygène pendant l'élevage et au conditionnement.

Les études présentées ici ont été réalisées sur des cépages dont la dominante « thiols » est faible et non recherchée pour le profil olfactif des vins élaborés. Les résultats sur les diminutions de doses de SO₂ seront d'abord détaillés puis une attention particulière sera portée à l'effet du conditionnement et de la conservation sur les vins à faibles teneurs en SO₂.

Matériel et méthodes

Matière première, préparations et suivi des essais

L'essai a été vinifié à l'IFV de Rodilhan. Une vendange de chardonnay, issue d'une parcelle bio de la commune d'Aimargues a été répartie en 3 lots de 400 kg environ. Chaque lot a été égrappé et foulé (sulfité selon les modalités du **Tableau 1**). Après pressurage, le jus a été enzymé à la dose de 2g/hl (Lafazym) et chaque cuve a été régulée à 12°C pendant 24h. Les lots après débourbage (environ 240 L) sont vinifiés selon un schéma standard prédéfini, mais en prenant soin de travailler au maximum à l'abri de l'air (saturation CO₂ par gaz ou utilisation de pellets). Tous les lots ont été inoculés avec la même levure (Anchor VIN 13). Un apport de 30 g/hL de thiazote a été réalisé après une perte de vingt points de densité pour apporter de l'azote ammoniacal et de la thiamine en début de fermentation (azote assimilable sur les moûts inférieur à 140 mg/L). Les cinétiques fermentaires ont été quasiment identiques pour toutes les modalités.

Tableau 1. Doses de SO₂ utilisées pendant l'élaboration des vins – Réduction du SO₂ – Chardonnay Millésime 2011.

Modalité	SO ₂ encuvage	Pressurage	Fin FA	Malo	Fin FML	Mise en bouteille
SO ₂	3g /100 kg	2 + 1 g/hL	0	oui	4g SO ₂ /hL	1g SO ₂ /hL
SO ₂ ^{1/2}	1,5g /100 kg	1,5 + 1 g/hL	0	oui	4g SO ₂ /hL	1g SO ₂ /hL
Sans SO ₂	0	0	0	oui	0	/
0+2	0	0	0	oui	0	2g SO ₂ /hL

En fin FA, les vins ont été soutirés en cuve de 2hL à plafond mobile, placés à 18°C, puis ensemencés en VITILACTIC F. Les fermentations malolactiques ont toutes été très lentes. Les lots SO₂ 1/2 et Sans SO₂ se terminent vers le 15 décembre (ensemencement le 10 septembre). Par contre le lot SO₂ (témoin) est encore plus lent et il a été décidé de sulfiter le vin le 31 janvier, afin de ne pas avoir trop de décalage avec les autres cuvées de l'essai, mais la fermentation malolactique est restée incomplète. Cette modalité était donc plus riche en acide malique, entraînant une acidité totale plus forte. Le pH était cependant proche des autres lots.

Les sulfitages réalisés sont présentés dans le tableau 1, permettant de réaliser 4 modalités (SO₂, SO₂ 1/2, Sans SO₂ et 0 +2). Le lot 0 + 2 (vin sans SO₂ et avec sulfitage juste avant la mise) est obtenu avec le lot Sans SO₂.

Les quatre modalités ont été mises en bouteille sans précaution particulière (Pratique standard) avec un bouchon Nomacorc Select 300. Les modalités SO₂, SO₂ 1/2 et Sans SO₂ ont aussi été mises en bouteille avec une optimisation de la protection contre l'oxygène (Pratique optimisée) et 2 bouchons Nomacorc Select 100 et 300 ont été utilisés.

Mise en bouteille

Pratique standard :

Le vin est poussé par pression d'azote à travers deux cartouches à membrane (1.5 et 0.6µ). Il est récupéré dans une bonbonne en verre de 30L préalablement inertée à l'azote. Les bouteilles sont remplies à l'aide d'une remplisseuse à légère dépression (Enolmatic), puis bouchées avec une boucheuse semi-automatique GAI sans système de vide et un bouchon Nomacorc Select 300. La quantité totale d'oxygène emprisonnée dans la bouteille est de 3 mg/L.

Pratique optimisée :

Par rapport à la pratique standard, les bouteilles sont préalablement inertées à l'azote avant remplissage et le bouchage est réalisé avec une boucheuse manuelle (Rapid44, Elvamac) avec inertage de l'espace de tête au CO₂. La quantité totale d'oxygène emprisonnée dans la bouteille est de 0.5 mg/L.

Analyses physico-chimiques et microbiologiques

Les analyses physico-chimiques ont été réalisées au laboratoire accrédité COFRAC d'Inter Rhône.

Les analyses microbiologiques sur moût ont été réalisées au laboratoire d'inter Rhône et celles sur vins à l'IFV Nantes.

Analyses des arômes

Les analyses sont réalisées en bouteille, proche de la première date de dégustation, par la société Nyséos (thiols variétaux, esters éthyliques, acétates d'alcool, C13 Norisoprénolide).

Analyses sensorielles

Une première dégustation a été réalisée à 3 mois le 15 juin 2012 pour comparer les effets des différentes modalités de baisse de SO₂ étudiées avec la mise standard.

Les modalités SO₂, SO₂ ½ et Sans SO₂ ont été ensuite dégustées modalité par modalité pour comparer les effets des OTR Select 100 et 300. Une première dégustation a eu lieu à 3 mois, le 27 juin 2012, au cours de laquelle les deux types de mises en bouteille (classique/optimisée) ont été comparées pour la modalité 0 SO₂. Une seconde dégustation a été effectuée à 12 mois, le 25 mars 2013.

Résultats et discussions

Lors de la vinification, les différentes stratégies de sulfitage n'ont pas engendré de différences entre les lots au niveau physicochimique, excepté l'acidité un peu plus forte sur le lot SO₂ due à la FML incomplète.

Par contre, les analyses microbiologiques révèlent des différences (Tableau 2).

Après débouillage, les niveaux de population en levures et bactéries lactiques sont très proches pour les 3 modalités mais relativement élevés, notamment et logiquement, pour le lot sans SO₂.

En fin FA, les populations levuriennes et bactériennes sont identiques avec une très faible présence de bactéries.

En fin FML, les populations levuriennes sont très faibles et proches entre les lots. Par contre, le lot non sulfité se caractérise par une population bactérienne beaucoup plus forte que les 2 autres lots.

Avant la mise en bouteille (avant filtration), on observe une présence assez élevée de levures au niveau du lot Sans SO₂. Il en est de même pour la présence de bactéries lactiques.

Tableau 2. Analyses microbiologiques Levures et Bactéries lactiques – Réduction du SO₂ – Chardonnay Millésime 2011.

Levures UFC/ml	SO ₂	SO ₂ ^{1/2}	Sans SO ₂	0+2
Débouillage	1,80E+04	3,00E+03	1,00E+05	/
après FA	6,70E+06	1,70E+07	2,20E+07	/
après FML	< 10	< 10	< 10	/
avant mise	< 10	< 10	3,40E+03	/
+ 3 mois mise	< 1	< 1	290	< 1
Bactéries lactiques UFC/ml	SO ₂	SO ₂ ^{1/2}	Sans SO ₂	0+2
Débouillage	< 10	10	40	/
après FA	< 10	10	10	/
après FML	< 10	< 10	1,20E+06	/
avant mise	< 10	< 10	2,30E+03	/
+ 3 mois mise	< 1	< 1	3,40E+05	< 1

A la mise en bouteilles, les objectifs initiaux sur le sulfitage des vins (Tableau 3) sont atteints avec 20 mg de libre pour le lot SO₂ et une concentration en SO₂ totale de 90 mg/L. Pour le lot SO₂ ½, on retrouve la même concentration en SO₂ libre mais pour une concentration en SO₂ total de 40 mg/L. Les lots Sans SO₂ et 0+2 sont très proches et à la limite du dosage pour le lot 0+2.

Tableau 3. Analyses physico-chimiques classiques des vins – Réduction de SO₂ – Chardonnay Millésime 2011.

Modalités	SO ₂	SO ₂ ^{1/2}	Sans SO ₂	0 + 2
Fin FA	05/09	05/09	05/09	/
SO ₂ libre mg/L	<4	<4	<4	/
SO ₂ total mg/L	34	<20	<20	/
Fin FML	02/12	02/12	02/12	/
SO ₂ libre mg/L	<4	<4	<4	/
SO ₂ total mg/L	27	<20	<20	/
Mise en bouteille	23/03	23/03	23/03	23/03
SO ₂ libre mg/L	19	17	<6	<6
SO ₂ total mg/L	88	39	<20	22

Trois mois après la mise en bouteille, une évaluation complète des vins a été faite.

Au niveau microbiologique, la charge en levures et en bactéries lactiques reste élevée pour le lot Sans SO₂. L'ajout de SO₂ seulement lors de la mise en bouteilles (0+2) sur ce même lot Sans SO₂ permet d'avoir une quasi absence de micro-organismes comme pour les lots SO₂ et SO₂ ½.

Au niveau des composés volatils (Tableau 4), il existe des différences très marquées pour le 3-mercapto-hexanol (3-MH), avec une diminution de 50% du lot SO₂ ½ par rapport au témoin et 80% pour le lot Sans SO₂. Pour l'acétate de 3-MH, seul le témoin a une concentration au dessus du seuil d'analyse.

Tableau 4. Analyses des arômes – Réduction de SO₂ – Chardonnay Millésime 2011.

	Modalité		SO ₂	SO ₂ ^{1/2}	Sans SO ₂
Thiols	3MH	ng/L	924	458	181
	A3MH	ng/L	24	nd	nd
Esters	2-phényléthanol	(mg/L)	11,14	10,14	10,52
	Acétate d'hexyle	(mg/L)	0,087	0,061	0,047
	Acétate d'isoamyle	(mg/L)	3,676	2,068	1,780
	β-phenylethyl acétate	(mg/L)	0,180	0,124	0,045
	Décanoate d'éthyle	(mg/L)	0,260	0,346	0,368
	Hexanoate d'éthyle	(mg/L)	0,779	0,645	0,669
	Octanoate d'éthyle	(mg/L)	0,916	0,771	0,799
C13	TDN	(ng/L)	59,1	77,9	87,9
	α-ionone	(ng/L)	13,5	15,9	13,8
	β-damascénone	(ng/L)	2498,0	2465,0	4017,0
	β-ionone	(ng/L)	68,7	77,1	37,7

Pour les esters, les écarts sont beaucoup plus faibles avec une légère diminution avec la baisse de SO₂, c'est surtout notable pour l'acétate d'isoamyle.

Au niveau des norisoprénoïdes, la différence principale est notée sur la valeur beaucoup plus importante de -damascénone pour le lot Sans SO₂, résultat déjà observée les années antérieures. Ceci est en accord avec la capacité du SO₂ pouvant se lier à la -damascénone, comme à tout autre composé carbonyle, et ainsi former un composé non volatil.

A trois mois, les résultats de dégustation montrent qu'au niveau olfactif (Figure 1), le critère intensité aromatique globale est significatif au seuil de 5%. Les lots SO₂ ½ et 0 + 2 à la mise sont significativement moins intenses que les deux autres lots. Il ne semble pas que cela soit lié à l'intensité du fruité car les lots les plus fruités seraient le lot SO₂ et le lot 0 + 2.

Au niveau qualitatif, le lot Sans SO₂ se distingue des autres lots

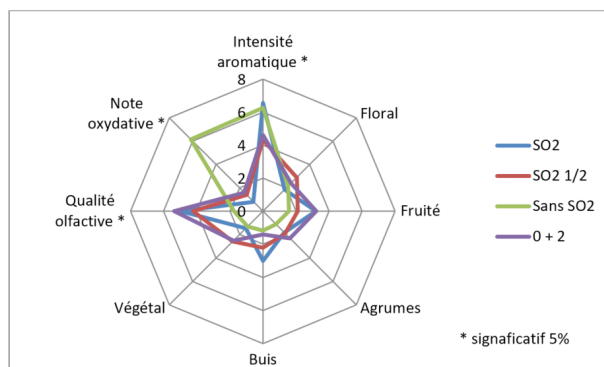


Figure 1. Analyses sensorielles – Réduction de SO₂ – Mise « Pratique classique » - Chardonnay Millésime 2011.

par un caractère « oxydé » significativement plus intense que les autres au seuil de 1%, confirmant les résultats sur les composés volatils.

La note de qualité des arômes en bouche n'est pas significative au seuil de 5%, donc l'oxydation n'impacterait pas la qualité du vin à ce niveau. Il y a donc une distinction faite par le jury entre le rejet au nez de l'oxydation et un caractère moins dégradé en bouche avec des modalités assez proches.

La modalité Sans SO₂ a été dégustée à 3 mois pour comparer l'effet des pratiques de mise en bouteilles (standard et optimisée) et de l'obturateur.

Les résultats sont présentés dans la figure 2. Le jury a clairement noté l'échantillon « pratique standard » comme étant significativement oxydé (p value 1.1%). Il présentait aussi des notes d'évolution (miel/caramel) plus marquées, même si ce n'est qu'une tendance (p value 14.5%), ceci pouvant être mis en relation avec les teneurs en -damascénone plus importantes.

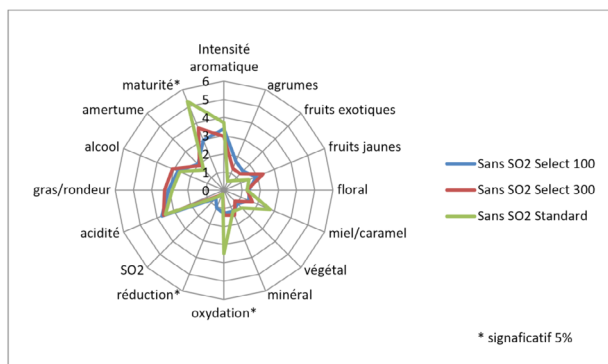


Figure 2. Analyses sensorielles à 3 mois – Comparaison des bouchons Nomacorc - Modalités Sans SO₂ - Mise « Pratique optimisée » - Chardonnay Millésime 2011.

Les deux autres échantillons ne présentaient pas de notes oxydatives. Au contraire, l'échantillon avec Select 100 a même été jugé significativement plus réduit au seuil de 5%.

La présence de 3 mg/L d'oxygène à la mise en bouteille a donc été très défavorable pour la conservation de ce Chardonnay sans SO₂. La mise en bouteille est incontestablement une étape cruciale pour la bonne conservation d'un vin blanc sans SO₂. (Dimkou et al. 2011, 2013)

L'analyse sensorielle à 1 an a été réalisée sur les modalités mises en bouteilles avec la pratique optimisée.

Pour les vins sans SO₂, la modalité Select 300 montre après un an une oxydation significative (<1%) par rapport à la modalité Select 100 (Figure 3). Or, la différence d'apport d'oxygène sur cette période entre ces 2 obturateurs est de 1.5 mg/L (Tableau 5). Au cumulé, pour la modalité Select 300, le vin a réagi avec 3.7 mg/L d'oxygène, contre 2.2 mg/L pour la modalité Select 100. Ces chiffres sont à comparer aux valeurs à 3 mois pour les modalités Select 300 pratique optimisée et Select 300 pratique standard, respectivement de 2.3 et 4.8 mg/L. Quel que soit le temps d'exposition à l'oxygène (3 mois ou 1 an), une exposition de ce Chardonnay sans sulfite à 2 mg/L d'oxygène n'a pas suffi à l'oxyder. Par contre, 4.8 mg/L à 3 mois ou 3.7 mg/L à 1 an ont engendré une oxydation marquée.

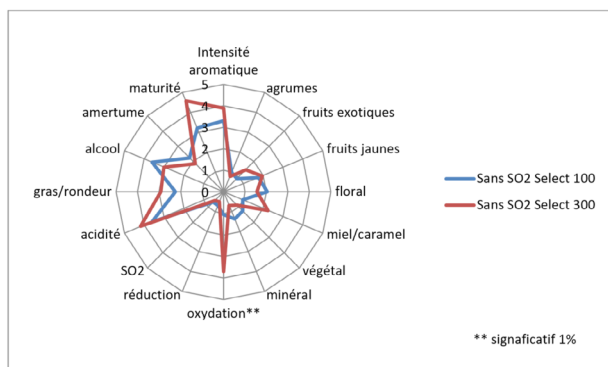


Figure 3. Analyses sensorielles à 3 mois – Comparaison des bouchons Nomacorc - Modalités Sans SO₂ - Mise « Pratique optimisée » - Chardonnay Millésime 2011.

Tableau 5. Oxygène total consommée par modalité.

Mise en bouteilles	Obturateur	Oxygène total consommé (mg/L)	
		à 3 mois	à 1 an
standard	Select 300	4,8	/
optimisée	Select 300	2,3	3,7
optimisée	Select 100	1	2,2

Pour les vins SO₂ ½ pratique optimisée, aucune différence n'est trouvée entre les 2 modalités de bouchage (Figure 4). L'effet de l'oxygène a donc été tamponné par la présence de sulfites, et les 3.7 mg/L (Select 300 à 1 an) d'oxygène consommés par le vin n'ont pas engendré d'évolution négative du vin.

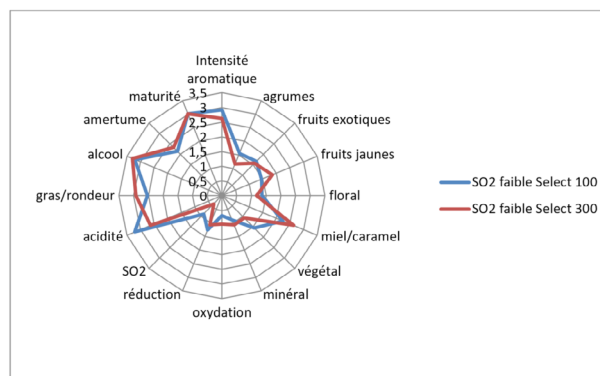


Figure 4. Analyses sensorielles à 1 an – Comparaison des bouchons Nomacorc - Modalités SO₂ ½ - Mise « Pratique optimisée » - Chardonnay Millésime 2011.

Conclusion

La production de vins à faible teneur en SO₂ reste toujours un challenge pour l'industrie, même si cela n'est pas impossible. Pour les vins sans SO₂, il n'y a pas le droit à l'erreur, ni au niveau de l'hygiène, ni en ce qui concerne la protection vis-à-vis de l'oxygène. En maîtrisant l'oxygène à la mise en bouteilles puis au cours de la conservation par la perméabilité du bouchon, nous avons pu montrer qu'un vin blanc sans sulfite peut ne pas montrer de signe d'oxydation au bout d'un an en bouteille. Une autre approche consiste à ajouter une dose minimale, et non dosable, de SO₂ à la mise en bouteilles permettant de diminuer fortement le risque microbiologique et l'effet de la mise en bouteille.

Les stratégies de réduction, voire de suppression, des teneurs en sulfites sont techniquement réalistes, mais elles sont à appliquer à bon escient, en fonction des conditions du millésime et des possibilités de chaque cave.

Remerciements

Ce travail a été réalisé en partie avec la participation financière de FranceAgriMer dans le cadre du groupe national « réduction des sulfites ».

Références bibliographiques

- Usseglio-Tomasset L., et al. (1985). Les technologies de vinification permettant de diminuer les doses de SO₂. Bul. OIV, vol 58 - 606-644
- Caboulet D. et al (2002). La maîtrise du sulfitage des moûts et des vins. Les cahiers itinéraires d'ITV France, 20 pages.
- almon JM., Cottereau P., Jonis M., (2009). Programme ORWINE. Des pistes pour la réduction des sulfites en vinification. Revue des œnologues, N°132
- Dimkou, E. et al. (2011). Impact of headspace oxygen and closure on sulfur dioxide, color, and hydrogen sulfide levels in a Riesling wine. Am. J. Enol. Vitic. 62:261-269.
- Ugliano, M. et al. (2011). Evolution of 3-mercaptohexanol, hydrogen sulfide, and methyl mercaptan during bottle storage of Sauvignon blanc wines. Effect of glutathione, copper, oxygen exposure, and closure-derived oxygen. J. Agric. Food. Chem. 59:2564-2572.
- Dimkou, E. et al. (2013). Impact of dissolved oxygen at bottling on sulfur dioxide and sensory properties of a Riesling wine. Am. J. Enol. Vitic. 64:325-332.