



Utilisation de la microfiltration tangentielle au mutage sur vins moelleux et liquoreux : Synthèse de trois années d'essais...

Emmanuel VINSONNEAU - Mickaël ANNERAUD - ITV-France BORDEAUX-BLANQUEFORT
- Tél. : 05 56 35 58 80
F. BENESEAU – P. CHRETIEN - ITV-France ANGERS
- Tél. : 02 41 22 56 67

Article Avenir Agricole Aquitain et Union Girondine – 09/2004

La production de vins à teneurs élevées en sucres résiduels, nécessite des raisins surmûris et une technique de vinification spécifique. La surmaturation de la vendange est obtenue soit par passerillage, soit par l'action du champignon *Botrytis cinerea*, avec développement de pourriture "noble". La fermentation alcoolique de ces jus est usuellement stoppée par un apport massif de dioxyde de soufre (SO₂) après passage au froid et soutirage, lorsque l'équilibre sucre/alcool souhaité, est atteint. Cette opération est appelée le "mutage". Elle permet d'éliminer la flore levurienne encore en activité et d'obtenir alors des vins micro biologiquement stables.

Les vins moelleux et liquoreux, contiennent des quantités plus ou moins importantes de substances carbonylées (aldéhydes et cétones) ayant la capacité à combiner le dioxyde de soufre. Selon le millésime et la qualité de la pourriture présente sur les raisins, le pouvoir de combinaison des vins peut être élevé, nécessitant alors un apport plus important de SO₂ au moment du mutage afin de pouvoir obtenir leur stabilisation microbiologique.

Face à la pression réglementaire sur la limitation de l'utilisation des intrants en œnologie, il est urgent d'acquérir des références sur toutes techniques permettant de diminuer l'emploi de SO₂ pour l'élaboration de ce type de vin, tout en conservant leur niveau qualitatif.

Aussi, dans le cadre d'un programme Alimentation, Qualité, Sécurité (AQS), sur la réduction des doses de SO₂, l'ITV a étudié sur trois ans (1999-2001), dans deux régions viticoles (Aquitaine et Val de Loire) et en collaboration avec de nombreux partenaires, l'intérêt de l'utilisation de la microfiltration tangentielle (MFT) au mutage pour des vins ayant une teneur plus ou moins importante en sucres résiduels (vins moelleux et vins liquoreux).

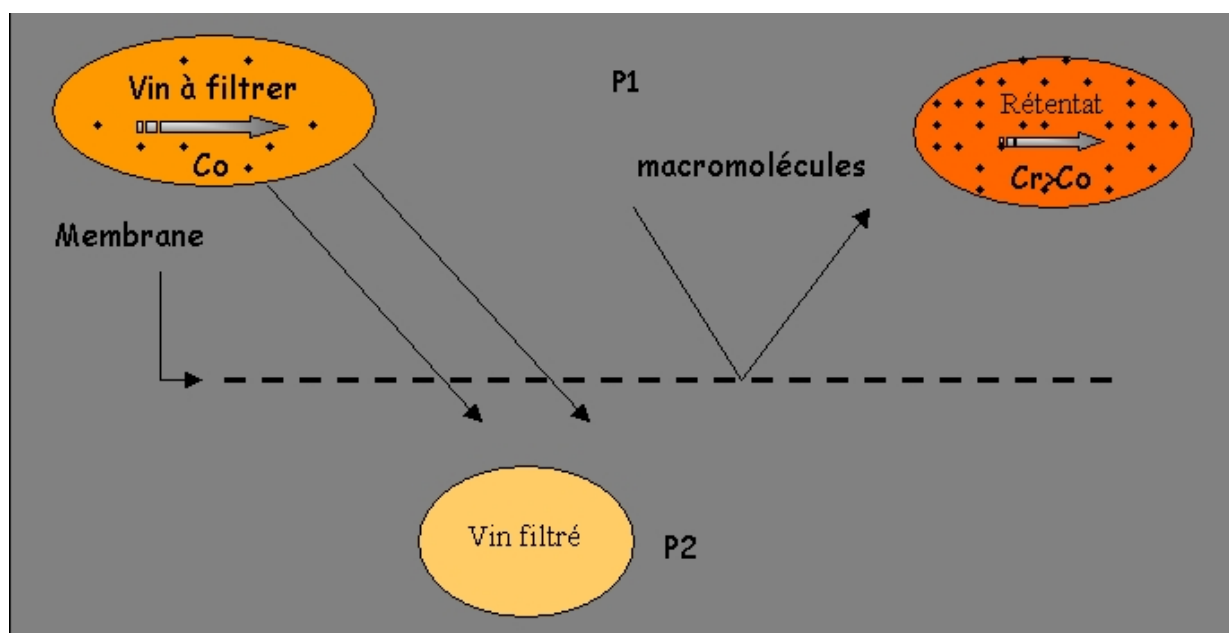
La microfiltration tangentielle : principes et intérêts

La microfiltration tangentielle permet l'élimination de particules microniques en suspension dans le vin par passage dans un milieu poreux sous l'action d'un gradient de pression.

Le vin circule parallèlement le long d'une membrane agissant comme une barrière sélective. Il est soumis à une pression l'entraînant à traverser la membrane poreuse. Les macromolécules sont retenues dans le rétentat qui se concentre progressivement. La microfiltration est définie par un diamètre moyen des pores de 0.2 µm, du fait de son seuil de coupure, elle retient notamment les microorganismes de type levures et bactéries.

Le schéma n°1 présente le principe de base évoqué ci-dessus.
Les membranes de filtration fonctionnent comme des tamis triant les molécules selon leur taille.

Schéma 1 : Principe de base de la microfiltration tangentielle.
Source : TARODO DE LA FUENTE, 1992.



Elles sont caractérisées par leur porosité, l'épaisseur de la couche filtrante et le diamètre moyen des pores. La porosité est une notion essentielle, elle est donnée par le rapport entre le volume des pores et le volume total de la membrane.

Deux <<grandes familles de membranes>> existent :

- membranes organiques constituées de polymères organiques de synthèse dont les principaux sont le polysulfone ou le polyfluorure vinylique,
- membranes minérales ou inorganiques présentant un aspect nodulaire, constituées de couches céramiques poreuses. Elles possèdent une très bonne tenue mécanique, chimique et ont une très longue durée de vie.

Les membranes ainsi constituées sont insérées dans un module dont il existe quatre types : plan, spirale, tubulaire, capillaire.

La microfiltration tangentielle permet d'obtenir simultanément clarification et stabilisation microbiologique des vins.

Dans le contexte actuel de respect de l'environnement, mais aussi de gestion des effluents vinicoles, et de respect de la qualité, cette filtration présente aussi d'autres avantages :

- gain de temps et de main d'œuvre (automatisation du procédé géré par un pilote et nettoyage sans démontage)
- limitation des rejets polluants solides (médiats filtrants, effluents...)
- diminution des pertes de vins par la substitution d'une seule opération à plusieurs traitements
- obtention possible de produits mi-fermentés par arrêt de la fermentation alcoolique (ex : vins moelleux et liquoreux) et meilleur raisonnement de l'utilisation du SO₂
- Stabilisation microbiologique et clarification des jus de raisins, pétillants de raisins ou toutes boissons de faible degré alcoolique
- Traitement préventif ou curatif sur vins en début ou en cours d'élevage dans le but d'éliminer la flore microbienne indésirable ou dans le cas d'un arrêt de fermentation par exemple.
- Clarification pour une mise en bouteilles "pauvre" en germes

Cette technique est une alternative à l'utilisation du SO₂ dans plusieurs situations.

Ces dernières années, quelques essais avaient été réalisés sur vins secs afin d'évaluer les conséquences de sa mise en œuvre sur les caractéristiques analytiques et organoleptiques des vins. Les résultats ont souvent montré que la MFT avait peu d'incidences sur la composition analytique des vins et notamment sur les teneurs en colloïdes ou sur les teneurs en composés phénoliques des vins rouges. Les modifications constatées sont souvent quantitativement peu différentes de celles observées avec une autre technique de filtration comme la filtration sur terres.

Les résultats montrent également que les caractéristiques organoleptiques du vin traité sont peu modifiées par la MFT.

Il semble donc possible, à la vue de ces références, de pouvoir utiliser cette technique sur vins moelleux et liquoreux au moment du mutage du fait du niveau très poussé de stabilité microbiologique et du respect des qualités organoleptiques des vins. Cependant, ces affirmations restaient à confirmer.

Une étude sur trois ans et dans plusieurs vignobles :

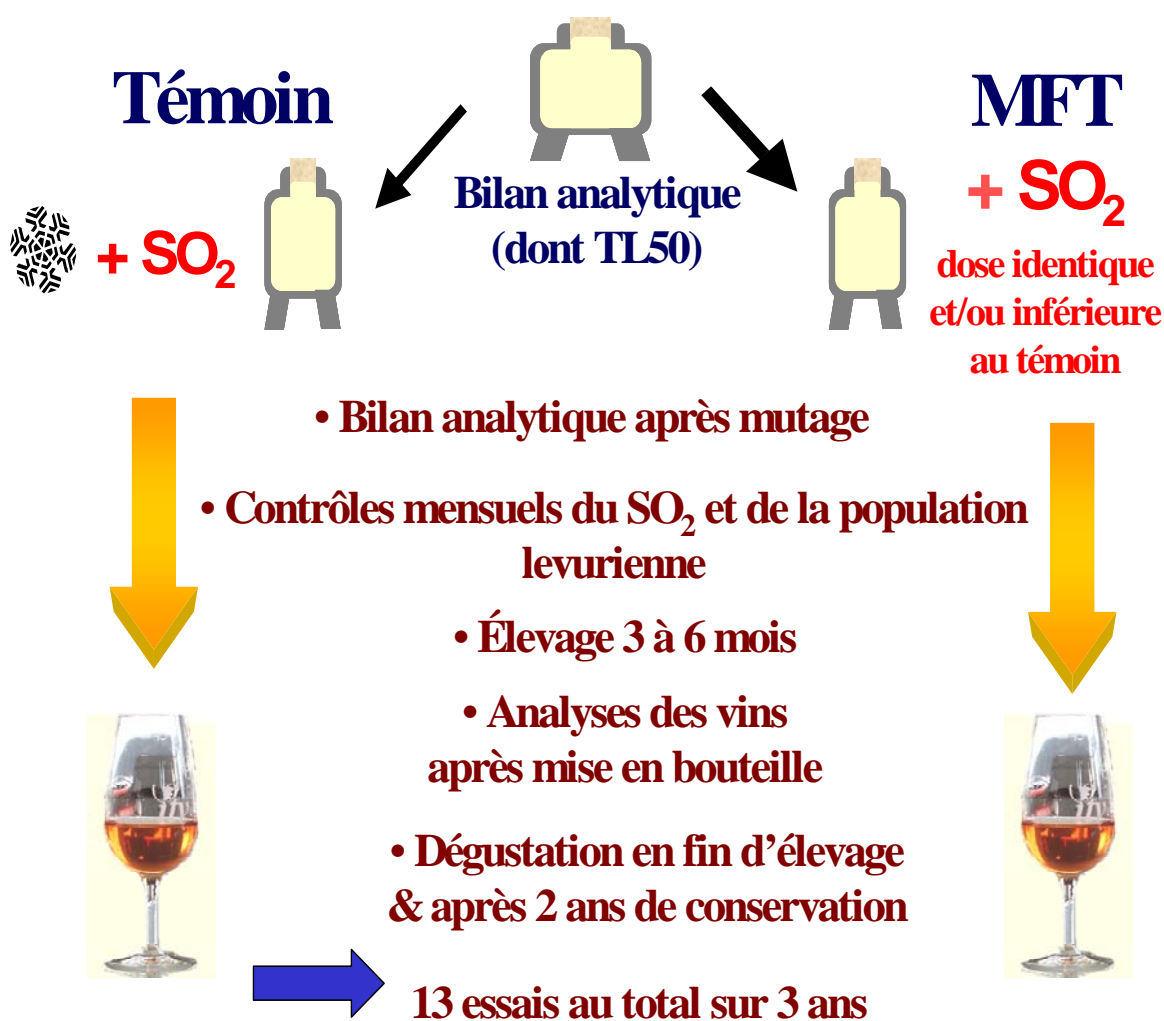
Les essais mis en œuvre récemment par l'ITV ont été réalisés par les unités de Bordeaux-Blanquefort et Angers sur différentes appellations (AOC Sauternes, Monbazillac, Côtes de Bergerac, Coteaux du Layon, Coteaux de l'Aubance, Coteaux du Layon Chaume, cabernet d'Anjou) soit 13 essais au total sur trois millésimes de 1999 à 2001.

L'objectif essentiel est d'obtenir des références sur l'utilisation de la MFT lors du mutage sur des vins à teneurs élevées en sucres résiduels afin de quantifier le niveau de stabilité microbiologique obtenu et l'économie de SO_2 pouvant être réalisée au mutage et en cours d'élevage, du fait de la mise en œuvre de la microfiltration.

L'impact de cette technique sur la composition analytique des vins et sur leurs qualités organoleptiques est également évalué.

Pour chacun de ces essais, réalisés en vraie grandeur sur les propriétés, le même protocole est appliqué (cf. schéma 2).

**Schéma 2 : Protocole d'expérimentation – Essais MFT
ITV France – (1999-2001)**



A partir d'une cuve homogène de vin avant mutage, deux modalités sont constituées et comparées :

- Modalité 1 (témoin) : mutage traditionnel (froid + soutirage + SO₂ avec un objectif de SO₂ libre de 50 mg)
- Modalité 2 : microfiltration tangentielle(MFT) + un apport de SO₂, (dose identique et/ou inférieure à celle de la modalité 1)

Un bilan analytique complet est réalisé sur le vin avant mutage avec notamment la détermination du pouvoir de combinaison des vins (méthode du TL 50 S. Chauvet). Des contrôles mensuels, SO₂ libre, SO₂ total et population levurienne, sont réalisés en cours d'élevage. Les vins sont analysés après mutage et après mise en bouteilles. Selon le type de vins, la durée de l'élevage est de 3 ou 6 mois et les vins sont dégustés en vins jeunes, en fin d'élevage et après deux ans de conservation en bouteilles.

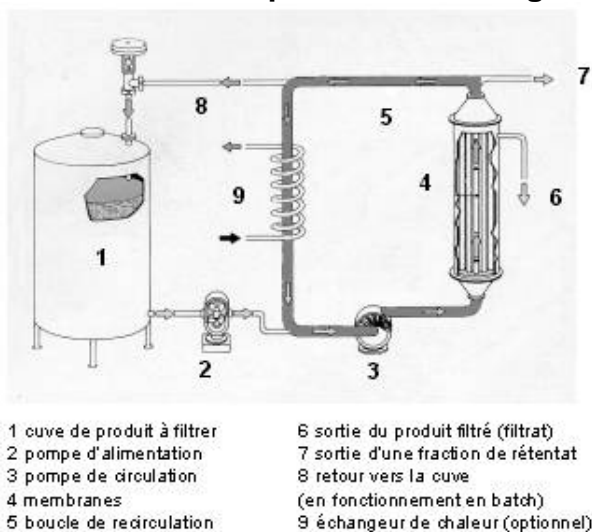


Photo1 : Filtration Tangentielle Vaslin Bücher FM 20 R
ITV France Bordeaux Blanquefort 2002



Photo2 : Filtration Tangentielle Pall Oenoflow
ITV France Nimes 2003

Dans le cadre de ces essais, différents équipements ont été utilisés pour la réalisation de la filtration : Vaslin Bucher (FM 20 R 20m²), Koch (56 m²), Pall (40 m²) cf. photo 1 et 2 et schéma 3.

Schéma 3 : Représentation schématique d'un filtre tangential. Source : Matévi - 1999

Ces modèles ont tous les caractéristiques suivantes, membranes organiques, modules filtrants de type capillaires et diamètre de pores de 0.2 μm . Avant la mise en œuvre de chaque essai, le nettoyage du filtre est effectué selon les préconisations du constructeur.

En cours de filtration, des contrôles microbiologiques sont réalisés régulièrement en sortie de filtre pour vérifier la pérennité de la qualité de filtration.

Des essais sur différents types de vins :

Les profils analytiques des vins de cette étude avant mutage, sont présentés dans le tableau 1. Il apparaît une grande variabilité pour les deux régions, au niveau des caractéristiques analytiques des vins, utilisés dans le cadre de cette étude (Titre Alcoométrique, teneur en sucres, acidité totale, pH, acidité volatile).

Par exemple, en ce qui concerne les essais dans le bordelais, un effet millésime est constaté, au niveau du pouvoir de combinaison des vins, si l'on prend en compte la valeur du TL 50 obtenue avant mutage. En 1999 et dans une moindre mesure en 2000, les vins sont plus combinants, que ceux du millésime 2001 sur vins liquoreux. Cette variabilité analytique est très intéressante dans le cadre de cette étude, elle permet de juger de l'impact de la MFT sur des matières premières de qualité très différente et sur plusieurs types de vins.

Des résultats intéressants sur trois ans

Pour l'ensemble des essais, des analyses ont été réalisées après mise en bouteilles. La synthèse des résultats obtenus montre, dans les conditions de ces essais que la MFT n'a pas eu d'incidence sur la composition physico-chimique des vins. Les différences entre les lots témoins et micro filtrés ne sont pas significatives, comme le montrent les résultats du graphique 1 qui représente pour 10 essais les écarts moyens en pourcentage, des vins micro filtrés par rapport aux témoins, sur les différents paramètres analytiques. Les vins microfiltrés peuvent présenter cependant une intensité colorante (DO420 sous 1 cm) sensiblement plus élevée que les vins témoins. Cette différence s'atténue dans le temps.

Au niveau de la stabilisation microbiologique, la microfiltration tangentielle permet d'éliminer, très tôt dès le mutage, la flore levurienne alors que ce résultat est obtenu plus tardivement dans le cas d'un mutage traditionnel, jusqu'à un mois après mutage selon les essais. Cette stabilité microbiologique peut être conservée dans le temps, si des mesures d'hygiène sont respectées par la suite en cours d'élevage afin de limiter les re-contaminations et si les interventions sur les vins (soutirages et transferts) restent peu fréquentes (cf. tableau 2).

Le vin étant pauvre en micro-organismes, il est alors possible de réduire plus facilement les doses de SO₂ employées au mutage et de conserver en cours d'élevage des teneurs en SO₂ libre plus basses, avec moins de risques de reprise de fermentation.

En ce qui concerne la gestion du SO₂ notamment, les résultats montrent sur l'ensemble des essais que pour une dose identique au mutage et un même objectif en SO₂ libre, la teneur en SO₂ total des vins micro filtrés est plus faible en moyenne de 6 % en fin d'élevage, par rapport au vin témoin, comme le montre le graphique 2. Ce phénomène peut s'expliquer par l'élimination précoce de la flore levurienne et des lies, dans le cas de la modalité filtrée avant mutage par rapport à la modalité témoin.

L'utilisation de la MFT permet, dans les conditions de ces essais, d'obtenir des vins moins riches en SO₂ total pour une même teneur en SO₂ libre c'est à dire en un mot des vins un peu moins combinants.

Même si la valeur de ce gain peut paraître faible, elle va dans le sens d'une diminution des doses de SO₂ sur ce type de produits et toute économie en ce domaine est appréciable.

Les graphiques 3 et 4 représentent pour deux essais l'évolution en cours d'élevage des teneurs en SO₂, des deux modalités (Témoin/MFT), pour un même objectif de SO₂ libre : essai 1 (35 mg/L) et essai 2 (30 mg/L). Les résultats montrent que les vins micro filtrés sont sensiblement moins riches en SO₂ et ont nécessité un niveau de réajustement en cours d'élevage moins important que celui du vin traité contrairement au vin témoin.

Des résultats complémentaires montrent également, dans les conditions des essais, qu'il est possible de pouvoir diminuer par rapport au témoin significativement la dose de SO₂ au mutage – 30% en moyenne en complément de la microfiltration tangentielle, sans mettre en péril la stabilité microbiologique et les qualités organoleptiques des vins. L'économie de SO₂ total, en fin d'élevage a pu être alors dans ce cas de - 20 à - 30 % par rapport à la modalité témoin sur laquelle la teneur en SO₂ apportée au mutage a été prévue pour obtenir une teneur de SO₂ libre de 50 mg/L tout au long de l'élevage.

Tableau 1 : Composition analytique des vins avant mutage – Essais MFT – ITV France 1999-2001

Millésimes	1999						2000				2001		
	AOC Côtes de Bergerac	AOC Monbazillac	Cot. Layon 1	Cot. Aubance	Cot. Layon Chaume	cabernet Anjou	AOC Côtes de Bergerac	AOC Monbazillac	cabernet Anjou	Cot Layon Chaume	AOC Monbazillac	AOC Sauternes	Cot. Aubance
Degré alcoolique acquis (% vol)	11.80	14.00	11.70	14.40	13.50	11.20	12.40	13.10	11.45	13.30	13.20	12.80	12.55
Sucres (g/L)	55	82	71	69	108	38	50	80	26	96	116	96	117
Acidité totale (g/L H ₂ SO ₄)	4.00	6.10	3.65	3.25	4.35	4.25	3.40	3.90	3.40	5.60	4.10	4.30	5.40
Acidité volatile (g/L H ₂ SO ₄)	0.30	0.90	0.29	0.33	0.53	0.22	0.20	0.46	0.63	0.55	0.63	0.58	0.72
pH	3.51	3.47	3.83	3.49	4.01	3.34	3.60	3.90	3.26	3.70	3.89	3.86	3.97
TL 50	215	359	-	-	-	-	147	303	-	-	203	243	-

**Tableau 2 : Evolution de la population levurienne en cours d'élevage
(UFC/mL) AOC SAUTERNES 2001
Essais MFT – ITV France**

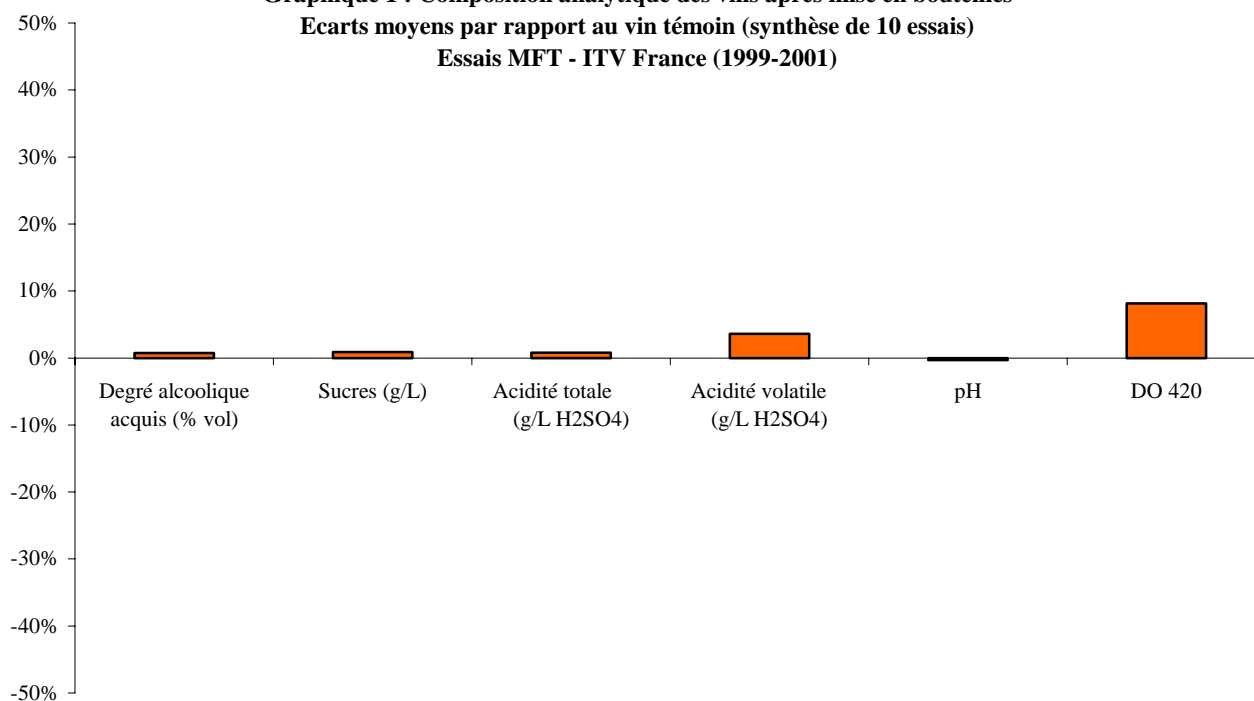
	Avant mutage	J + 7	J + 1 MOIS	J + 2.5 MOIS	J + 3.5 MOIS
<i>Témoin 1</i>	$2 \cdot 10^7$	<1	<1	8	10
MFT 1	$2 \cdot 10^7$	<1	<1	<1	<1
Témoin 2	$2 \cdot 10^7$	<1	<1	3	76
MFT 2	$2 \cdot 10^7$	<1	<1	1	1

NB : Dose de SO₂ au mutage

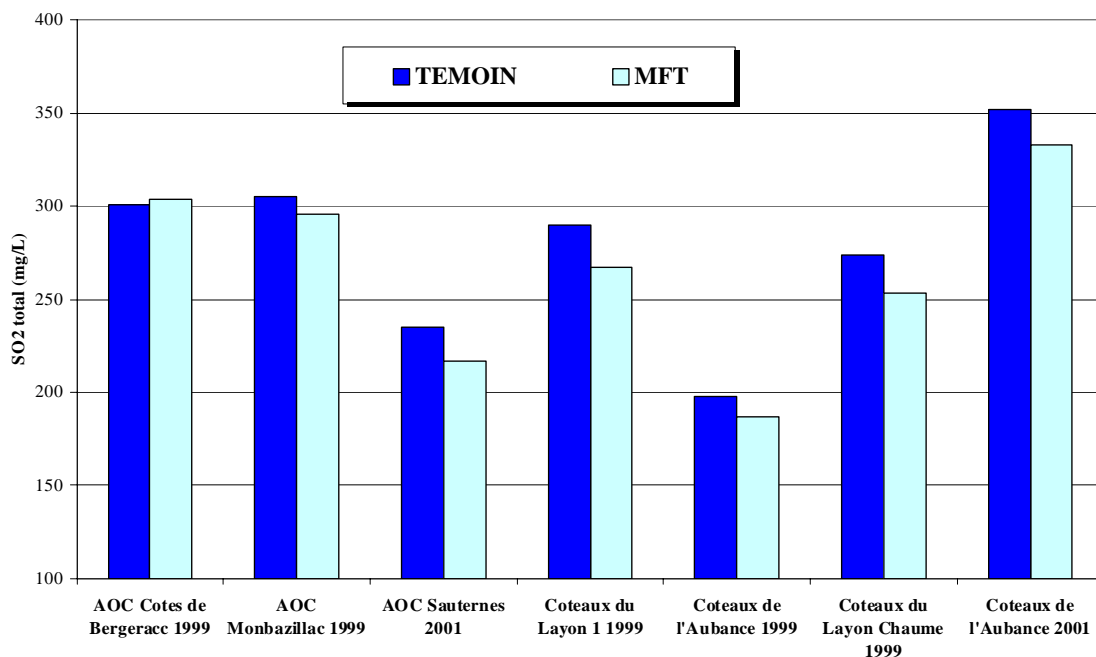
T1 et MFT1 20g/hL

T2 Et MFT2 16g/hL

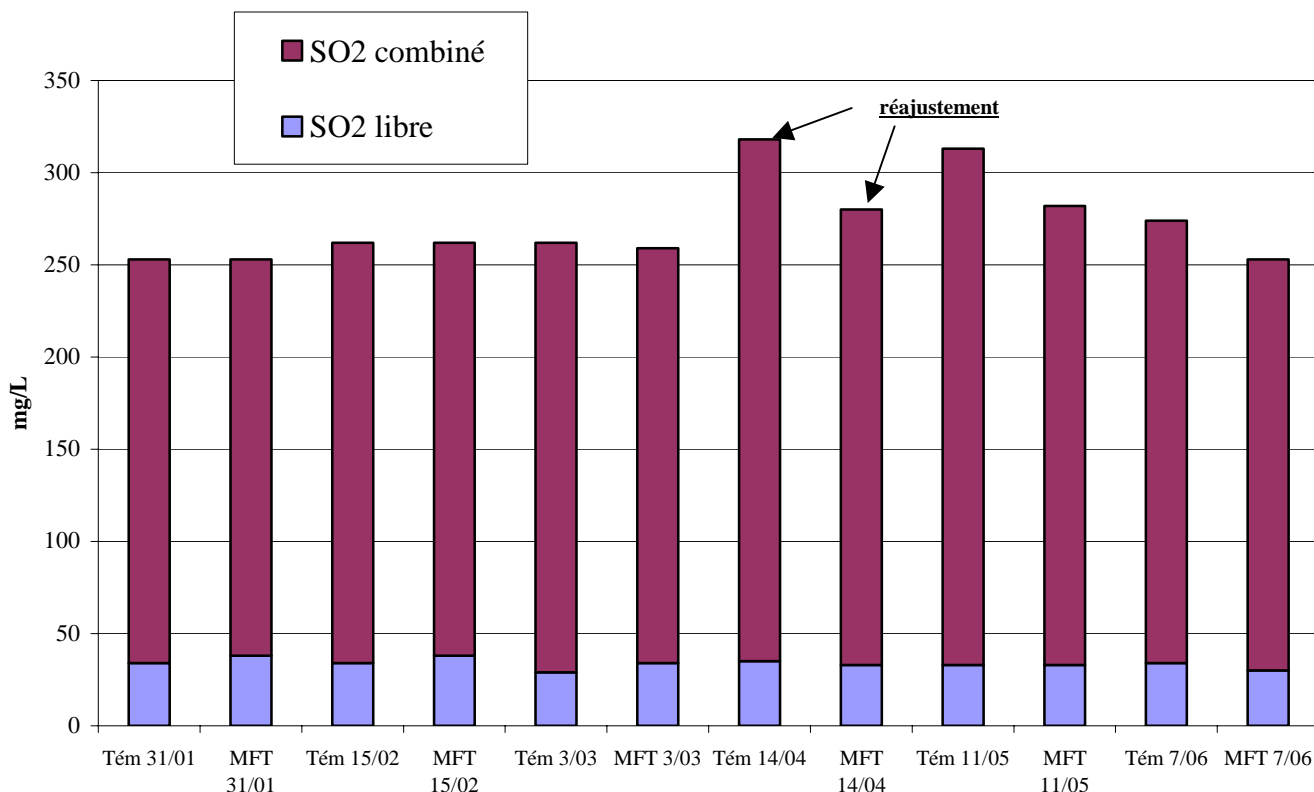
**Graphique 1 : Composition analytique des vins après mise en bouteilles
Ecart moyen par rapport au vin témoin (synthèse de 10 essais)
Essais MFT - ITV France (1999-2001)**



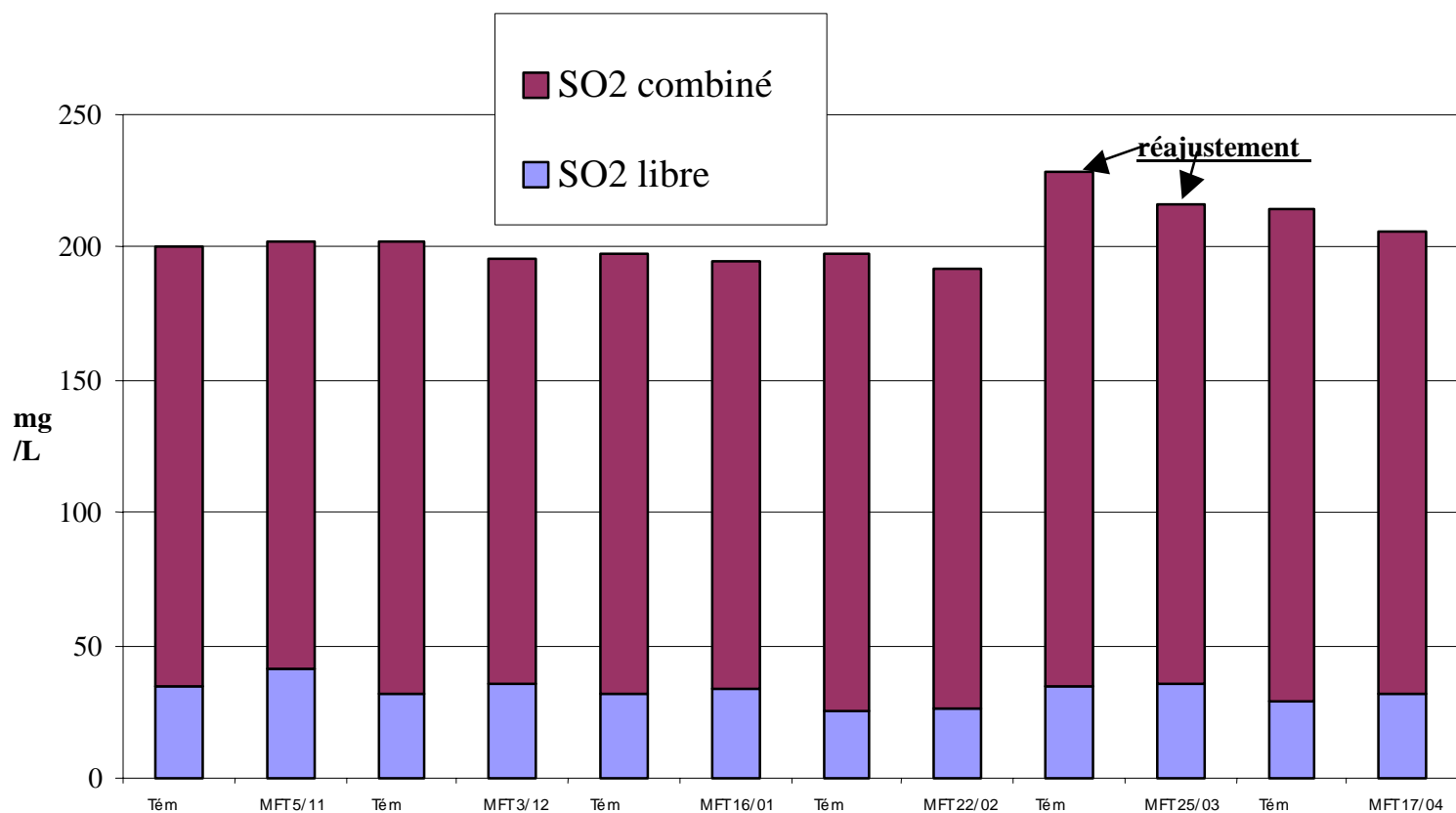
**Graphique 2 : Gestion du SO2 – Teneurs en SO2 total des vins en fin d'élevage
Essais MFT – ITV France (1999-2001)**



**Graphique 3 : Evolution du SO2 en cours d'élevage
Essai 1 : AOC Coteaux du Layon Chaume 1999
Essais MFT - ITV France**



Graphique 4 : Evolution du SO2 en cours d'élevage - Essai 2 : AOC Sauternes 2001
Essais MFT - ITV France



Peu de différences au niveau organoleptique

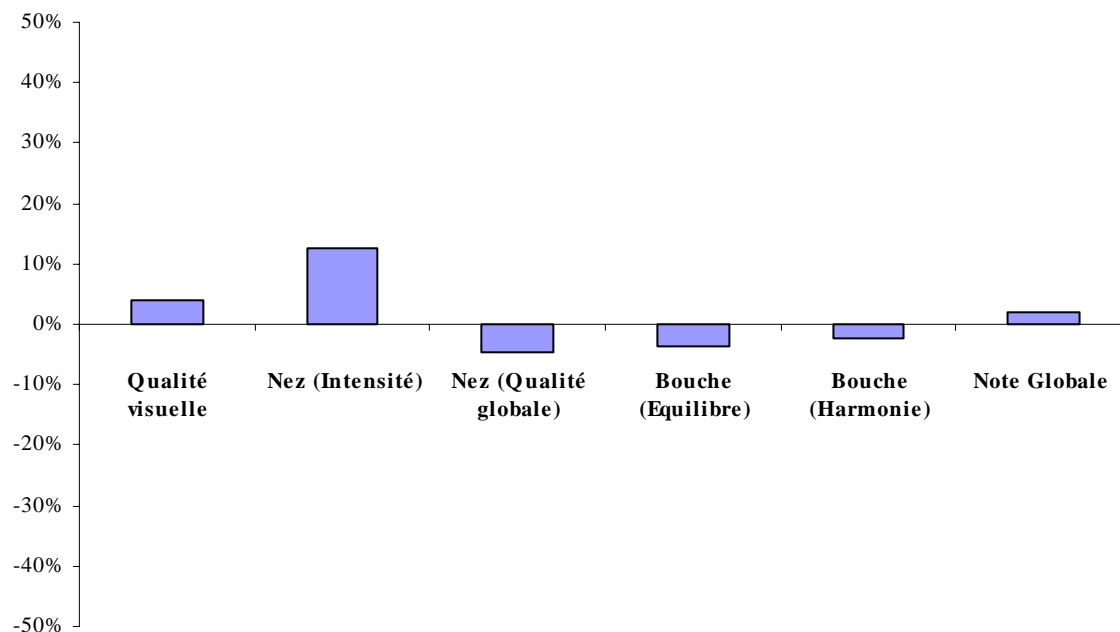
Les vins ont été dégustés après 4 ou 6 mois d'élevage par un jury de professionnels. Une analyse statistique des résultats (analyse de variance et test de Newman Keuls) a été réalisée sur les moyennes des notes pour l'ensemble des critères.

Le graphique 5 représente pour six essais, les écarts moyens de notes du vin microfiltré par rapport au vin témoin sur les critères évalués.

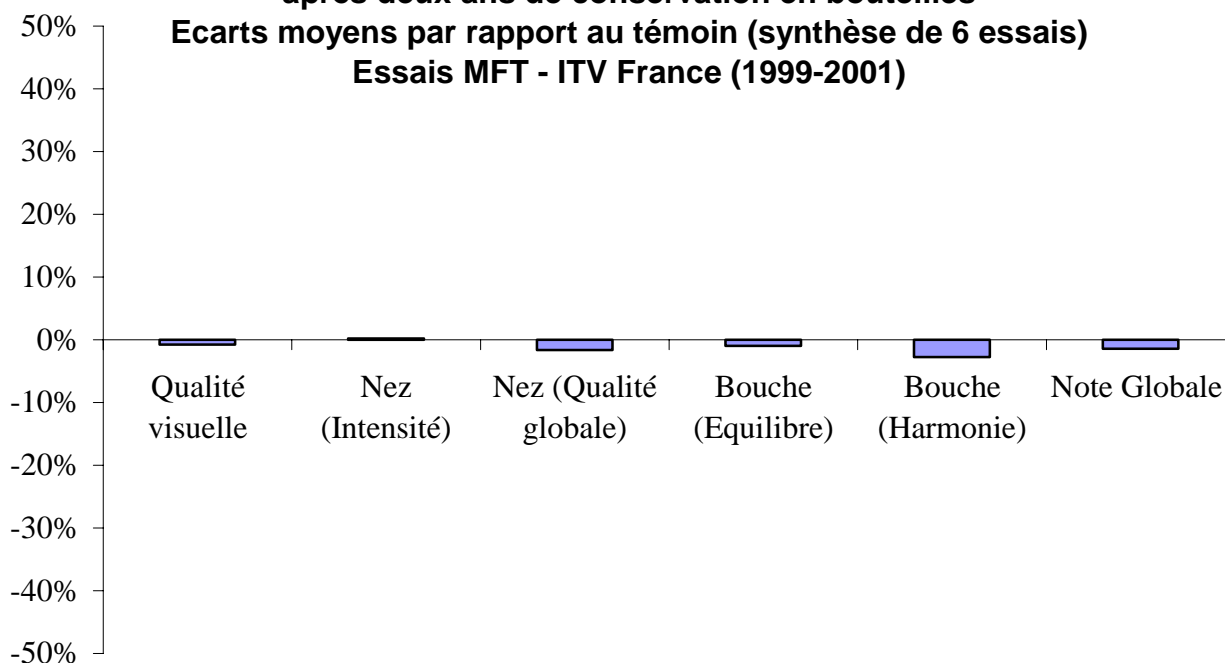
Ces résultats montrent que les deux modalités se différencient entre eux significativement sur peu de critères. En effet, en vins jeunes, les vins microfiltrés sont jugés selon les essais,

un peu plus colorés et un peu plus intenses au nez et d'un point de vue gustatif la microfiltration tangentielle n'a pas d'incidence significative sur la qualité des vins. Après deux ans de conservations en bouteilles, ces résultats se confirment et les écarts observés entre les deux modalités se resserrent.(cf. graphiques 6,7,8).

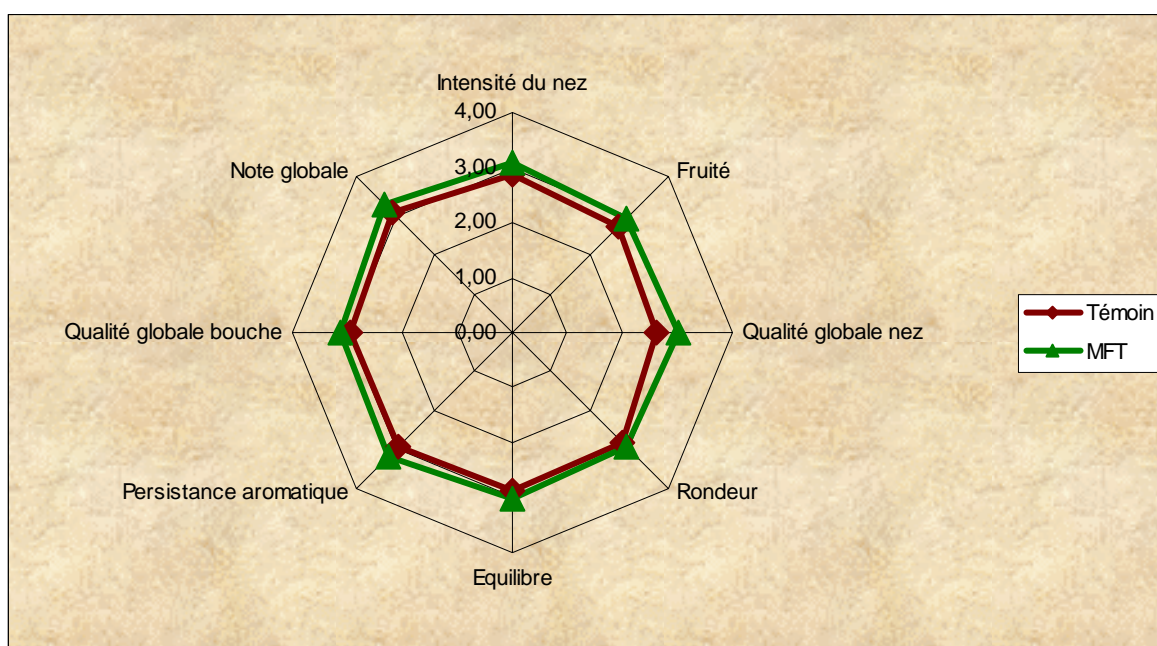
Graphique 5 : Qualité organoleptique des vins - Dégustation en vins jeunes
Écarts moyens par rapport au témoin (synthèse de 6 essais)
Essais MFT - ITV France (1999-2001)



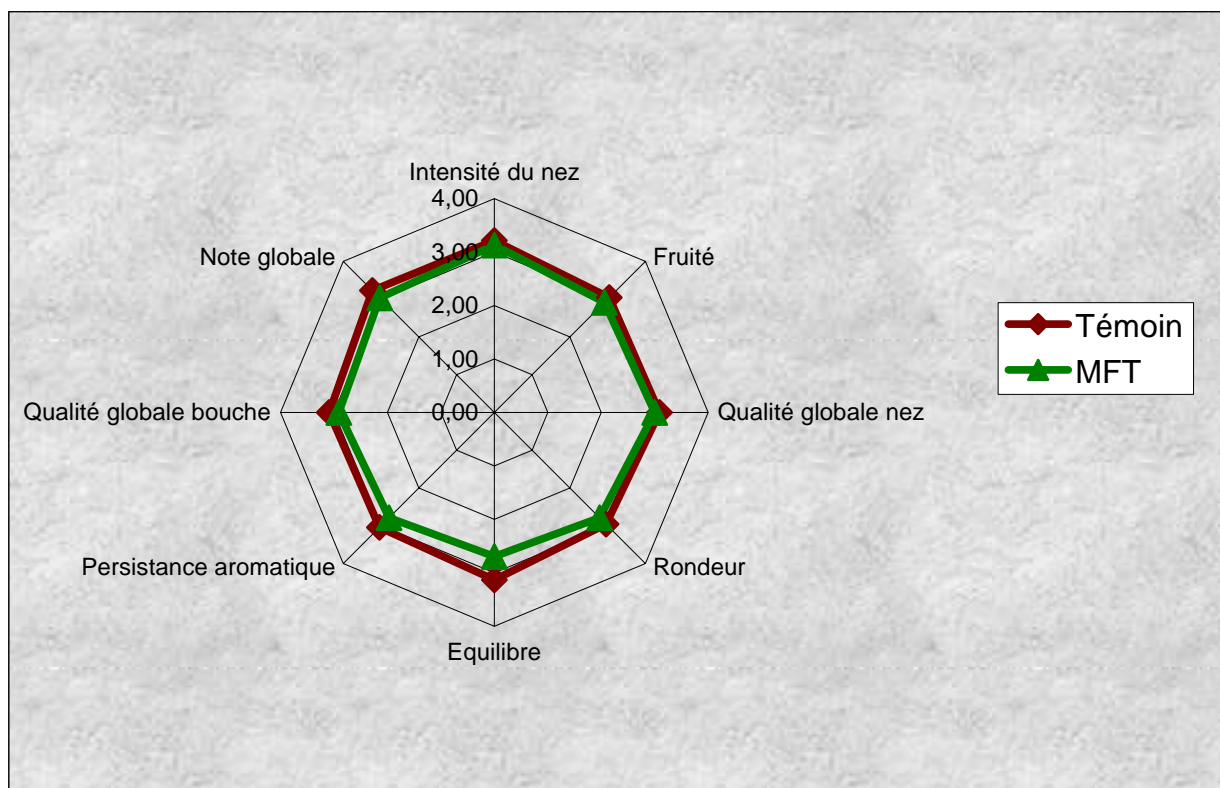
Graphique 6 : Qualité organoleptique des vins - Dégustation après deux ans de conservation en bouteilles
Ecart moyen par rapport au témoin (synthèse de 6 essais)
Essais MFT - ITV France (1999-2001)



Graphique 7 : Examen organoleptique après deux ans de conservation en bouteilles
Essais MFT - AOC Monbazillac 2001



Graphique 8 : Examen organoleptique après deux ans de conservation en bouteilles . Essais MFT - AOC Sauternes 2001- ITV-France.



Ce qu'il faut retenir :

A la suite de ces trois années d'essais, les résultats obtenus font apparaître que la MFT réalisée sur vins moelleux et liquoreux avant mutage, n'a pas eu d'incidence sur la composition analytique et les qualités organoleptiques des vins. Dans un objectif de réduction des doses de dioxyde de soufre, cette technique présente un intérêt plus particulièrement sur des vins combinants pour lesquels, les teneurs en SO₂ peuvent être plus facilement raisonnées à la baisse avec moins de risques de reprise de fermentation en cours d'élevage (vin pauvre en microorganismes). Cependant, il est nécessaire dans ce cas après mutage, de respecter des conditions d'hygiène suffisantes lors des différents traitements des vins en cours d'élevage afin de limiter les risques de recontamination, en levures notamment et de réduire au minimum si possible les soutirages et les transferts des vins.

A la suite de ces travaux et en complément, des essais sont menés actuellement par l'ITV France depuis 2002, sur l'étude et la comparaison de plusieurs techniques de stabilisation physiques sur vins à sucres résiduels (MFT, champs électriques pulsés et flash pasteurisation).

Les auteurs remercient pour leur collaboration à ce programme AQS, les différents participants et partenaires à savoir :

- * ITV France Tours – P. Poupault – A. Bruetschy – C. Cuinier
- * S. Moreau – E. Rongier – T. de Taffin – A. Garçon : stagiaires ITV Bordeaux-Blanquefort
- * La Faculté d'œnologie de Bordeaux – B. DONECHE
- * L'Ensia de Massy – M. BOUIX
- * Les Sociétés Vaslin-Bücher, Pall et Sofralab et les techniciens des différentes propriétés où les essais ont été réalisés.
- * Société Duluc - Budos (33)
- * Société Bonny - Rouffignac (24)
- * Château de Fesles – Thouarcé (49)
- * Domaine de St Anne – Bressac-Quincé (49)
- * Château Chupin – Champs sur Layon (49)
- * Domaine de La Brie – Monbazillac (24)
- * Château La Tour Blanche – Sauternes (33)