

Comparaison de différents seuils de filtration au conditionnement : impact analytique et organoleptique

RÉSUMÉ Afin de déterminer dans quelle mesure chacun des itinéraires techniques de préparation du vin à la mise en bouteille (3 seuils de filtration finale : 0,65µm, 2 µm et 5 µm) étaient cohérents avec les objectifs de la cave, afin de mesurer l'impact analytique, microbiologique et organoleptique sur le vin pour chacun de ces procédés, nous avons suivi pendant 1 an, un vin rouge préparé selon les 3 schémas. Une faible charge microbiologique initiale (absence de *Brettanomyces*, de pédiocoques et de lactobacilles), associée à une teneur en SO₂ actif stabilisée entre 0,4 et 0,5 mg/l, a permis la stabilité analytique et microbiologique de toutes les modalités. Les tests triangulaires, effectués par un jury d'oenologues entraînés, n'ont pas mis en évidence de différence significative liée aux itinéraires techniques comparés.

MOTS CLÉS

FILTRATION, SEUIL MICROBIOLOGIQUE
ORGANOLEPTIQUE, CONDITIONNEMENT

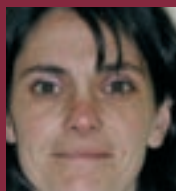
ABSTRACT In order to establish the extent to which each of the technical sequences regarding the preparation of wine for bottling (3 final filtration thresholds: 0,65 µm, 2 µm and 5 µm) were in keeping with the cellar objectives and to measure the analytical, microbiological and organoleptic impact on the wine for each sequence, over a one-year period we monitored a red wine prepared according to the 3 methodologies. A low initial microbiological load (absence of *Brettanomyces*, *Pediococcus* and *Lactobacillus*), combined with a stable active SO₂ content of between 0,4 and 0,5 mg/l, allowed for the analytical and microbiological stability of all the methodologies. The triangle tests performed by a panel of trained oenologists did not reveal any significant differences linked to the technical sequences compared.

KEYWORDS

FILTRATION, TRESHOLD MICROBIOLOGICAL
ORGANOLEPTIC, BOTTLING

Lucile BLATEYRON
Département Recherche et
Développement
Institut Coopératif du Vin
La Jasse de Maurin
34 970 Lattes
lplateyron@icv.fr
04 67 07 04 99

Gisèle ELICHIRY
Institut Coopératif du Vin
313 Bd St Roch
84 240 La Tour d'Aigues
gelichiry@icv.fr
04 90 07 47 10



Lucile BLATEYRON



Gisèle ELICHIRY

Comparaison de différents seuils de filtration au conditionnement : impact analytique et organoleptique

La qualité de la préparation des vins au conditionnement, ainsi que les options techniques à la mise en bouteille, sont des facteurs déterminants pour préserver les caractéristiques analytiques et organoleptiques des vins jusqu'à leur consommation. L'apparition d'altérations microbiologiques après mise en bouteille n'est pas exceptionnelle. Cependant l'absence de germe pathogène connu, dans le vin explique l'absence de normes sur les niveaux de contaminations microbiennes des vins commercialisés.

Quel est l'impact des traitements de stabilisation microbiologique des vins sur les caractéristiques organoleptiques de ces derniers ? La question est souvent posée par les opérateurs.

Parmi les études conduites sur ce thème, peu abordent la comparaison des différents seuils de filtration lors d'une filtration sur membrane.

A la demande de clients et avec l'aide financière la région PACA, l'ICV a conduit des travaux qui avaient deux objectifs principaux : premièrement, déterminer dans quelle mesure chacun des itinéraires techniques de préparation du vin à la mise en bouteille était cohérent avec les objectifs de la cave et, deuxièmement, mesurer l'impact analytique, microbiologique et organoleptique sur le vin pour chacun de ces itinéraires techniques.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

• Le vin

Le vin sur lequel nous avons travaillé est un vin Grand Luberon à base de syrah et grenache, du millésime 2001. La cave a sélectionné ce vin, pour lequel la question se pose de l'itinéraire optimal de préparation à la mise en bouteille. En effet, ce produit est vendu tant en France qu'à l'export et doit donc résister à des conditions de stockage et de transport qui révèlent parfois sa fragilité microbiologique.

• Trois itinéraires techniques comparés

Les itinéraires techniques que la cave se propose de comparer conduisent à trois seuils de



Profil analytique du vin

tableau 1

Sucres en g/l	TAV en %	Ac Tot en g H2SO4/l	Ac Vol en g H2SO4/l	pH	IC	NU	DO280
1.6	12,95	3,45	0.46	3,55	7	0,8	54

Modalité	Germes en UFC/ml			
	Levures	Bactéries lactiques	Bactéries acétiques	Levures Brettanomyces
Vin filtré sur terre 2 darcy	>3000	1500	1100	<10
Vin filtré sur terre 0,02 darcy	2980	800	400	<10

tableau 2

Charge microbologique des vins avant passage sur cartouche

filtration finale : 5 µm, 2 µm et 0,65 µm. Selon ce seuil, la préparation des vins diffère (figure 1). Pour les trois modalités, une filtration sur terre (2 darcies) est réalisée. Seuls les vins qui, au final, seront filtrés sur cartouches de 2 µm ou (2 µm + 0,65 µm) font aussi l'objet d'une filtration sur terre à 0,2 darcie.

Comparison of different final filtration thresholds: analytical and organoleptic impact



57



Comparaison de trois itinéraires techniques de préparation à la mise.

figure 1

Pour les trois itinéraires techniques, la teneur en SO_2 actif du vin avant filtration est réajustée à 0,5 mg/l. Les trois itinéraires techniques ont été mis en œuvre le même jour. Les vins ont été conditionnés en allant de la filtration la plus serrée à la plus lâche. Toutes les bouteilles ont été bouchées avec des bouchons en liège issus d'un même lot de production.

SUIVI ANALYTIQUE, MICROBIOLOGIQUE ET SENSORIEL

• Contrôle des populations viables

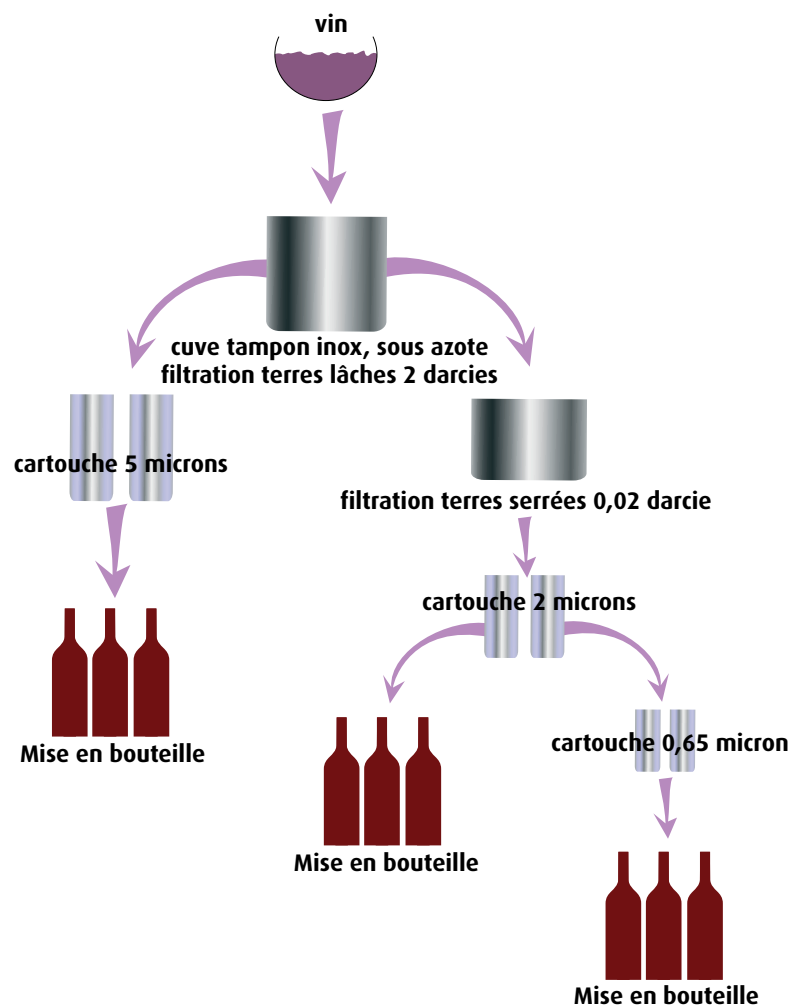
Pour chacun de ces itinéraires techniques, nous avons mis en place un suivi microbiologique. L'objectif était d'isoler et de dénombrer les levures de type *Brettanomyces*, les bactéries lactiques et les bactéries acétiques. Les milieux de culture employés ont été ceux recommandés par l'OIV (YEPD + cycloheximide et Tomate). Les conditions d'incubation ont été de 72 heures pour les bactéries acétiques, de 10 jours à 28°C pour les levures non *saccharomyces* et de 5 jours à 28°C pour les bactéries lactiques.

Selon le niveau de population viable supposée, nous avons soit effectué un étalement direct de 0,1 ml de solution mère, soit travaillé par filtration de 100 ml d'échantillon sur membrane de 0,45 μm .

Ces analyses ont été effectuées, d'une part, au moment du conditionnement des vins filtrés sur terre, pour chacun des deux niveaux de filtration avant filtration sur cartouche, et d'autre part sur les vins conditionnés à 1 mois, 3 mois, 6 mois et 1 an de conservation en bouteille.

• Analyses chimiques

Les analyses œnologiques de routine ont été effectuées sur chaque modalité à 1 mois, 3 mois, 6 mois et 1 an de conservation. Les méthodes d'analyses employées ont été celles du laboratoire ICV de Maurin, accrédité COFRAC pour l'analyse œnologique.



Chaque analyse a été faite sur deux bouteilles par modalité, afin de prendre en compte une éventuelle variabilité intra modalité, liée à l'hétérogénéité des lots de bouchon.

• **Analyse sensorielle**

Afin de déterminer s'il y a des différences organoleptiques significatives entre les vins obtenus avec les trois itinéraires techniques, nous avons réalisé des tests triangulaires en suivant la norme NF V 09-013.

Ces tests ont été réalisés en verre noir, par des œnologues, à 1 mois, 3 mois, 6 mois et 1 an de conditionnement. Selon les dates, il a été possible de réaliser entre 22 et 28 tests triangulaires comparant les seuils de filtration 2 à 2.

PRINCIPAUX RÉSULTATS

• **Faible pression des contaminants microbiologiques sur l'ensemble des itinéraires techniques**

Les filtrations sur terre ont pour objectif de préparer les vins à la filtration sur cartouche, en réduisant suffisamment leur charge microbiologique. Cela, afin d'assurer l'efficacité des filtrations finales et la viabilité des cartouches (Gautier, 1984 ; Salgues *et al*, 1982 ; Serrano, 1998 ; Flanzy *et al*, 1998).

Les contrôles réalisés le jour du tirage sur les vins filtrés sur terre (tableau 2) montrent que le vin est globalement peu chargé en germes. En particulier, il ne présente pas de population de

germes d'altération inquiétante : levures *Brettanomyces*, bactéries lactiques type *Pediococcus* ou *Lactobacillus* (Flanzy *et al*, 1998).

Sur les vins conditionnés, seul l'itinéraire technique aboutissant à une filtration finale de 5 µm conduit à la présence de levures viables, détectables après 1 mois de stockage (tableau 3). A partir de 2 µm, seules des populations bactériennes sont encore détectables. Avec une filtration à 0,65 µm, l'objectif de vin « pauvre en germes » (<1 UFC/100ml) est atteint. Les populations bactériennes restent viables sur les vins filtrés à 2 ou 5 µm, jusqu'à 6 mois de stockage. A partir d'un an de stockage, nous ne détectons plus de germes viables, quel que soit le seuil de filtration.

Chacun des itinéraires techniques mis en place a donc bien répondu aux objectifs pour lequel il avait été choisi. Dans les trois cas, il est notable qu'aucun des germes d'altération les plus redoutables n'est apparu.

UN PROFIL ANALYTIQUE STABLE DÈS 1 MOIS DE STOCKAGE

Les composantes analytiques des vins varient très peu entre 1 mois et 1 an de stockage et ceci, quel que soit l'itinéraire technique concerné (tableau 4). Nous notons en particulier que le SO₂ actif se maintient à une valeur supérieure à 0,4 mg/l (entre 0,5 et 0,4 selon les répétitions). Ce niveau de SO₂ actif doit permettre de réduire notablement les populations de bactéries lactiques,

Suivi de la charge microbiologique au cours du stockage

Moment d'analyse	Modalité	Germes UFC/100ml				UFC/ml		
		Levures	Bactéries lactiques	Bactéries acétiques	Levures Brettanomyces	Levures	Bactéries lactiques	Bactéries acétiques
1 mois	L5047 5µm	>250	<1	<1	<1	220	Nd	Nd
	L5047 2µm	<1	>250	>250	<1	Nd	800	1000
	L5047 0,65µm	<1	<1	<1	<1	Nd	Nd	Nd
3 mois	L5047 5µm	<1	<1	>250	<1	Nd	Nd	950
	L5047 2µm	<1	<1	>250	<1	Nd	Nd	500
	L5047 0,65µm	<1	<1	<1	<1	Nd	Nd	Nd
6 mois	L5047 5µm	<1	<1	>250	<1	Nd	Nd	500
	L5047 2µm	<1	<1	>250	<1	Nd	Nd	300
	L5047 0,65µm	<1	<1	<1	<1	Nd	Nd	Nd
1 an	L5047 5µm	<1	<1	<1	<1	Nd	Nd	Nd
	L5047 2µm	<1	<1	<1	<1	Nd	Nd	Nd
	L5047 0,65µm	<1	<1	<1	<1	Nd	Nd	Nd

Nd : non déterminé

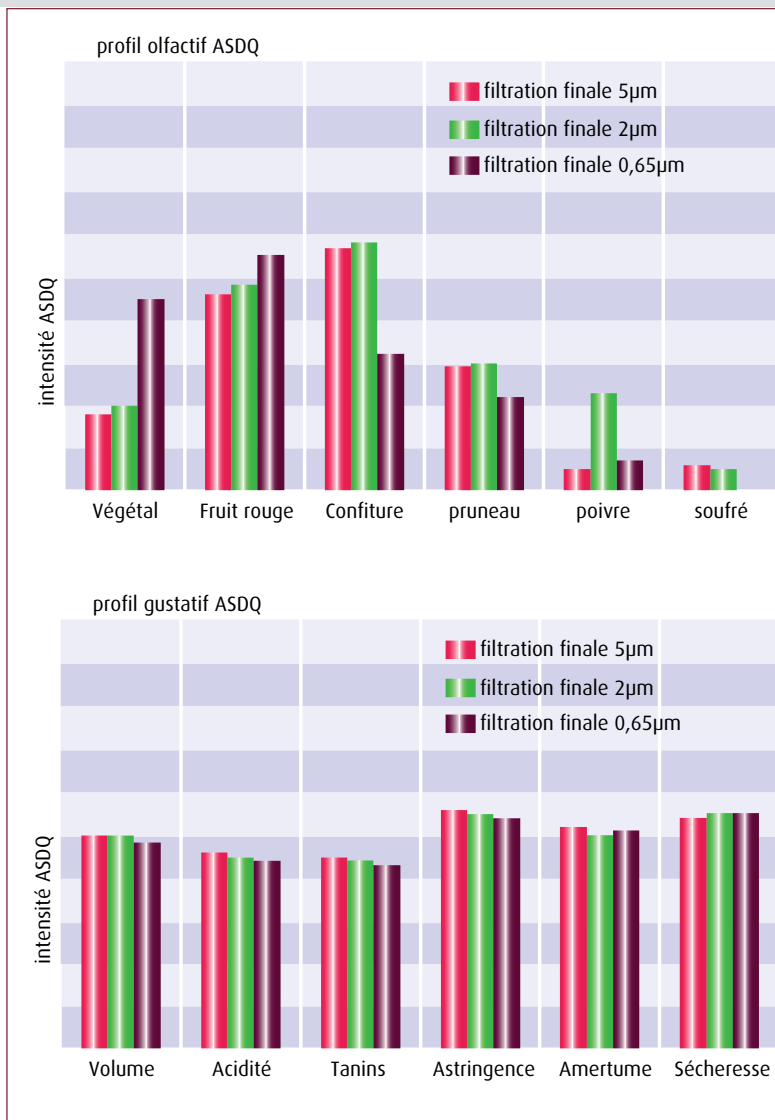


figure 2

Profils sensoriels des vins en ASDQ à 1 an de stockage

sans pour autant assurer leur élimination totale. Celles-ci sont en effet plus sensibles au SO₂ que les bactéries acétiques (Millet et Louvaud-Funel, 1999).

En outre, aucune différence analytique sensible n'est mise en évidence entre les trois itinéraires techniques, notamment en ce qui concerne l'intensité colorante, la nuance et l'indice des polyphénols totaux. Il ne semble donc pas, au regard de ces analyses, que l'itinéraire de préparation à la mise en bouteille ait modifié la composition polyphénolique des vins.

PAS DE DIFFÉRENCE ORGANOLEPTIQUE PERCEPTIBLE EN TESTS TRIANGULAIRES

La réalisation des tests triangulaires entre les vins issus de chacun des trois itinéraires techni-

ques n'a pas mis en évidence de différence significative entre les vins, jusqu'à 6 mois de stockage (tableau 5).

Cependant, à un an de stockage, le vin issu d'une filtration finale à 2 µm a été perçu significativement différent des deux autres vins.

Par contre, aucune différence significative n'a été mise en évidence entre les vins issus de 0,65 µm et 5 µm.

Les commentaires des dégustateurs, lors de la réalisation des tests triangulaires, ont mis en évidence un caractère moisi-terreux prononcé sur le vin issu de la filtration finale à 2 µm.

Afin de déterminer si ce phénomène était imputable à l'itinéraire technique de préparation à la mise, ou à un bouchon défectueux, nous avons effectué un profil sensoriel par Analyse Sensorielle Descriptive Quantifiée (Delteil, 2000). Ces profils sensoriels n'ont mis en évidence ni la présence d'un caractère moisi terreux sur la bouteille de la modalité 2 µm ouverte à cette occasion, ni de profils sensoriels notablement différents entre les trois modalités (figure 2).

Les trois itinéraires techniques mis en œuvre n'ont pas induit de différences sur les profils organoleptiques des vins, ni à court terme, ni sur l'évolution en cours de stockage à un an. Les seules différences perçues ne sont pas liées aux itinéraires techniques eux-mêmes mais à un défaut lié au bouchage.

DISCUSSION

Les trois itinéraires techniques mis en œuvre, sur ce vin rouge destiné en partie à l'export, ont permis de comparer des filtrations dites lâches (5 µm et 2 µm) à d'autres, dites serrées (0,65 µm). Dans les trois cas, les vins avaient été suffisamment bien préparés (mises au propre successives, ajustement du SO₂ actif, filtrations sur terres) pour assurer, d'une part l'absence de germe d'altération majeur (levures *Brettanomyces*, bactéries lactiques *Lactobacillus* ou *Pediococcus*), et d'autre part une très faible contamination initiale des vins. En effet, l'importance des soutirages dans la gestion de la stabilité microbiologique des vins a été mis en évidence par plusieurs auteurs (Vincent, 2006 ; Renouf et Louvaud-Funel, 2004 ; Delteil, 2003).

Comparaison de différents seuils de filtration au conditionnement : impact analytique et organoleptique

60

date	bouteille	seuil filtration en µm	sucres	TAV	AT	AV	SQ2T	SO2L	SO2 actif	seuil filtration en µm	PH	IC	NU	DO280
1 mois	Bout 1	0,65	1,6	12,94	4,04	0,48	79	24	0,3	0,65	3,91	7	0,7	53
1 mois	Bout 2	0,65	1,6	12,95	3,45	0,46	69	19	0,5	0,65	3,55	8	0,8	54
3 mois	Bout 1	0,65	1,9	12,96	3,54	0,48	67	18	0,5	0,65	3,55	7	0,8	56
3 mois	Bout 2	0,65	2,1	12,95	3,54	0,47	63	18	0,5	0,65	3,56	7	0,8	58
6 mois	Bout 1	0,65	1,9	13,01	3,49	0,44	62	17	0,4	0,65	3,57	7	0,8	59
6 mois	Bout 2	0,65	1,8	12,99	3,47	0,42	61	18	0,4	0,65	3,56	7	0,8	59
1 an	Bout 1	0,65	1,5	13,06	3,52	0,43	60	16	0,4	0,65	3,56	7	0,8	56
1 an	Bout 2	0,65	1,6	13,04	3,47	0,45	60	16	0,4	0,65	3,57	7	0,8	60
1 mois	Bout 1	2	1,6	12,94	3,56	0,48	77	23	0,6	2	3,53	7	0,8	58
1 mois	Bout 2	2	1,6	12,94	3,51	0,46	65	17	0,5	2	3,51	7	0,8	60
3 mois	Bout 1	2	2,2	12,92	3,55	0,47	59	14	0,4	2	3,53	7	0,8	61
3 mois	Bout 2	2	2,4	12,95	3,54	0,47	63	16	0,4	2	3,53	7	0,8	59
6 mois	Bout 3	2	2,1	12,99	3,51	0,47	64	15	0,4	2	3,53	7	0,8	60
6 mois	Bout 4	2	1,9	12,98	3,52	0,46	63	16	0,4	2	3,52	7	0,8	59
1 an	Bout 1	2	1,5	13,01	3,42	0,46	65	18	0,5	2	3,52	6	0,8	58
1 an	Bout 2	2	2,0	13,04	3,49	0,47	65	18	0,5	2	3,53	7	0,8	58
1 mois	Bout 1	5	1,6	12,96	3,51	0,50	74	24	0,7	5	3,51	7	0,8	61
1 mois	Bout 2	5	1,6	12,94	3,54	0,49	61	15	0,4	5	3,51	7	0,8	59
3 mois	Bout 1	5	2,2	12,97	3,52	0,50	58	15	0,4	5	3,56	8	0,8	59
3 mois	Bout 2	5	2,0	12,98	3,47	0,49	58	15	0,4	5	3,52	8	0,8	60
6 mois	Bout 3	5	1,9	13,01	3,47	0,49	58	16	0,4	5	3,52	8	0,8	61
6 mois	Bout 4	5	2,0	12,99	3,46	0,48	57	17	0,4	5	3,54	8	0,8	62
1 an	Bout 1	5	1,5	13,03	3,40	0,53	59	17	0,4	5	3,55	8	0,8	64
1 an	Bout 2	5	1,7	13,05	3,45	0,49	58	17	0,4	5	3,56	8	0,8	63

tableau 4

Evolution des paramètres analytiques en fonction du seuil de filtration finale.

Cette faible contamination initiale, associée à l'absence de sucre et d'acide malique résiduels, ainsi qu'au maintien d'une teneur en SO₂ actif de 0,4 à 0,5 mg/l, a permis la stabilité microbiologique de toutes les modalités. De plus, aucune dérive analytique ou organoleptique n'est ainsi apparue jusqu'à un an de stockage. C'est bien la combinaison de tous ces éléments qui a assuré la stabilité microbiologique des vins, car le niveau de SO₂ actif maintenu dans les bouteilles n'aurait pas forcément évité le développement de *Brettanomyces*. En effet, ces levures sont généralement présentées comme relativement résistantes au SO₂ (Godden *et al.*, 2004).

Le suivi analytique classique, associé à un suivi sensoriel, n'a pas mis en évidence d'effet

particulier de la filtration serrée par rapport aux filtrations lâches, tant sur le plan de la composition polyphénolique (intensité colorante, indice des polyphénols totaux, nuance) que sur les descripteurs organoleptiques (volume, sécheresse, intensité et équilibre des différents descripteurs aromatiques).

Les résultats obtenus dans ce travail ne peuvent en aucun cas être étendus à un vin dont le niveau de charge microbiologique initiale serait plus important, tant quantitativement que qualitativement (présence de *Brettanomyces* ou de *Pediococcus* par exemple). Il serait alors à craindre qu'une filtration lâche maintienne une population importante dans les vins conditionnés et que la multiplication de ces germes, même présents initialement à faible niveau, engendre des différences entre modalités dues à l'apparition des caractères phénolés (Gerbaux 2005).

Les résultats de ces travaux vont à l'encontre de préjugés qui attribuent à la filtration serrée une perte organoleptique sur le vin par «décharnement et appauvrissement» de son profil gustatif.

Synthèse des résultats des tests triangulaires

tableau 5	Différence significative au seuil de 5 %			
	1 mois	3 mois	6 mois	1 an
Durée de stockage				
Nombre de tests	24	26	22	28
entre 0,65 µm et 2 µm	Non	Non	Non	Oui
entre 0,65 µm et 5 µm	Non	Non	Non	Non
entre 2 µm et 5 µm	Non	Non	Non	Oui



CONCLUSION

Cette série d'essais a démontré qu'une filtration dite serrée n'était, en aucun cas, préjudiciable au profil organoleptique du vin. En effet, des œnologues entraînés n'ont pu mettre en évidence de différence significative entre le vin conditionné après une filtration sur 0,65 µm et les vins filtrés à 5 µm ou 2 µm.

Il est notable que ce vin, par son historique et sa préparation, ne présentait pas de charge microbiologique à risque (tant quantitativement que qualitativement) après conditionnement, et ceci quel que soit le seuil de filtration finale. De ce fait, la filtration finale à 0,65µm ne présente ni intérêt, ni inconvénient majeur par rapport aux autres itinéraires techniques.

La reconduite de cette action, sur un produit moins «sain» d'un point de vue microbiologique, devrait permettre d'évaluer de manière plus complète l'intérêt d'une filtration finale «stérilisante».



REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier le directeur et les œnologues du Cellier de Marrenon grâce auxquels ces essais ont été possibles, ainsi que Jacques Mathieu, Caroline Bonnefond, Marlène Garcia et Claire Marty.

BIBLIOGRAPHIE

- Delteil D., 2000. Exemples de mises au point de méthodes d'analyse sensorielle. *Revue des œnologues* n°97 p36 à 39 et n°98 p29 à 26.
- Delteil D., 2003. Prévention des risques microbiens dans les vins méditerranéens et rhodaniens. *Flash Info Vendange* n°13. www.ICV.fr.
- Flanzly C. et al, 1998. ŒNOLOGIE, fondements scientifiques et technologiques. Collection sciences et techniques agroalimentaires. Chapitre 19 : p942 à 957. Edition lavoisier.
- Flanzly C. et al, 1998. ŒNOLOGIE, fondements scientifiques et technologiques. Collection sciences et techniques agroalimentaires. Chapitre 11.3 : p536 à p553. Edition lavoisier.
- Gerbaux V., 2005. Influence des niveaux de filtration et de sulfitage à la mise en bouteille sur la conservation des vins de pinot noir. *RFoe* n°214, p30à34.

- Gautier B., 1984. Aspects pratiques de la filtration des vins. Collection avenir Oenologie.
- Godden P. et al, 2004. Rapport annuel AWRI. www.awri.com.au. P11-P13
- Millet V., Lonvaud-Funel A., 1999. Incidence du dioxyde de soufre sur les micro-organismes pendant l'élevage des vins rouges. *J.Sci.Tech. Tonnellerie*, 5, 27-35.
- Renouf V., Lonvaud-Funel A., 2004. Les soutirages sont des étapes clés de la stabilisation microbiologique des vins. *J.Int. Sci. Vigne Vin*, 39, n°4-219-224.
- Salgues M., Dumont C., Maris F., 1982. Etude de quelques conditions influençant la filtration des vins sur membrane. *Connaissance de la Vigne et du vin*, n°4.
- Serrano M., 1998. La filtration sur cartouche préfiltre et membrane. Mode d'utilisation et résultats d'essais. *J.Int.Sci. Vigne Vin*, n°HS : Traitements physiques des moût et des vins. P41 à 42.
- Vincent B., 2006. Dynamique des populations de *Brettanomyces* dans les vins de pinot noir de Bourgogne en cours d'élevage : effet souche et influence du traitement par le SO₂. *RFoe* n°219.