Journal International des Sciences de la Vigne et du Vin, 1991, **25**, N°1, 1-35

ESSAIS D'ENRICHISSEMENT PARTIEL DE MOUT DE RAISIN PAR OSMOSE INVERSE

C.DELFINI*, Donatella GIACOSA*, G. NICOLINI**,
Laura BARDI*, D.LANATI*, A. PAGLIARA*, Daniela BORSA* et
Emilia GARCIA-MORUNO*

*Istituto Sperimentale per l'Enologia, Asti, (Italie)
**Istituto Agrario Provinciale, San Michele all'Adige, Trento, (Italie)

Résumé : *Pendant les vendanges 1988 et 1989, les auteurs ont procédé à des essais d'enrichissement par osmose inverse et par addition de moût concentré rectifié sur 9 variétés différentes de moût (Barbera, Cabernet, Chardonnay, Cortese, Muscat, Pinot, Riesling, Schiava, Nebbiolo), en prenant comme base un moût brut. L'appareillage employé a été fabriqué par la SNAMPROGETTI BIOTECNOLOGIE et peut traiter 100 hl par heure.*

L'analyse de la composition des moûts a démontré une augmentation du degré sucré, de l'extrait net, des cendres, de l'alcalinité des cendres et de l'acidité totale en fonction du pourcentage d'eau enlevée. L'acidité totale se rééquilibre lors de la vinification surtout au niveau des sels d'acide tartrique. Le pH reste à peu près identique dans les 3 lots de moût comparés. Les perméats, diffusés au travers des membranes ne présentent pas ou peu de composés présents dans le moût frais. Pour la vinification des vins rouges, il est nécessaire d'équilibrer les substances en excès dues au rapport pellicules/moût par effet de la concentration par osmose inverse. Aucune perte en substances colorantes n'a été observée pendant la concentration.

Les résultats d'analyses chimiques et organoleptiques de vins obtenus indiquent que ceux traités par osmose inverse sont dans la plupart des cas nettement différents de ceux traités par addition de moût concentré rectifié et sont préférés à ceux non enrichis. Pour le Cortese de Gavi, l'échantillon enrichi par osmose inverse a été nettement préféré à celui additionné de moût concentré rectifié, alors qu'aucun échantillon additionné de moût concentré rectifié n'a été préféré par rapport à un échantillon "osmose inverse".

INTRODUCTION

Nombreux sont les auteurs qui se sont intéressés au procédé d'osmose inverse pour la concentration partielle des moûts de raisins (PEYNAUD et ALLARD, 1970 ; PERI et *al.*, 1973; PERI et POMPEI, 1975 ; WUCHERPFENNIG, 1980 ; DRIOLI et *al.*, 1981 ; GUIMBERTEAU et BOUCHEREAU, 1985 ; BUI et *al.* , 1988). Dans cette technique, on exerce sur le moût en contact avec une membrane, une pression supérieure à la force (pres-

sion osmotique) avec laquelle l'eau est retenue dans le moût. Le moût est poussé par une pompe dans une structure tubulaire contenant la membrane semi-perméable en forme de spirale, et à sa sortie le moût doit vaincre la résistance d'une soupape tarée à une pression supérieure à 50 bar, force supérieure à celle à laquelle, généralement, l'eau est retenue dans les moûts de raisin (de 30 à 50 bar environ pour des solutions contenant 7 à 18 p. cent de sucre) (PERI et POMPEI, 1975).

Il existe plusieurs types de membranes semi-perméables qui se distinguent par leur composition (polymères organiques ou minéraux), par leur structure (homogène, asymétrique, hétérogène) et enfin par leur configuration (membranes planes, en spirales, tubulaires) (GUIMBERTEAU et BOUCHEREAU, 1985).

Dans nos essais nous avons utilisé une membrane particulièrement appropriée à la séparation de l'eau des jus naturels (de fruits, de tomates, etc...). Elle est perméable à l'alcool éthylique donc inutilisable pour la concentration des moûts de raisin partiellement fermentés, sous peine d'une élimination de l'éthanol formé.

Le but de notre étude était de comparer entre eux, les vins obtenus à partir de moûts non enrichis, enrichis par addition de moût concentré rectifié et enrichis partiellement par osmose inverse.

Le programme de recherche prévoyait des essais de concentration partielle par osmose inverse de différents moûts, blancs et rouges, sur plusieurs années. Dans ce travail nous rendons compte des résultats obtenus au cours des vendanges 1988 et 1989.

Il faut noter, pour 1988, d'une part le caractère préliminaire des essais et d'autre part le fait des conditions climatiques très favorables; la maturation fut précoce et les moûts relativement riches en sucre.

En outre, des difficultés d'ordre pratique, dues aux manipulations nécessaires lors de l'utilisation de quantités importantes de moût et de vin, ont rendu difficile la mise en oeuvre en cave d'une méthodologie expérimentale absolument rigoureuse surtout avec la vendange vinifiée en rouge ; la présence des parties solides empêche la division en plusieurs parties identiques de grande masse de raisin foulé. Ce fait a entraîné, dans quelques cas, des différences appréciables de l'intensité colorante, de la teneur en polyphénols et de l'extrait sec ; la comparaison entre les différents vins était donc difficile. Aussi nous ne rapporterons pas les résultats de l'essai conduit avec les raisins rouges. On soulignera simplement qu'à partir des raisins rouges les moûts non clarifiés et non filtrés, ont été concentrés sans difficulté. La membrane utilisée a remarquablement fonctionné et sans colmatage, ce qui est remarquable. Les variations des débits de perméat (800 litres/heure pour l'essai n°1, 500 pour l'essai n° 2 et 350 pour l'essai n° 3) doivent être attribuées aux différents paramètres appliqués (pression et température) et à la concentration initiale du moût.

La composition du perméat obtenu lors de la concentration partielle par osmose inverse d'une vendange de raisin Barbera est semblable à celle des perméats obtenus lors des essais conduits sur moûts de raisins blancs comme nous le verrons par la suite.

MATÉRIELS ET MÉTHODES

I — MATÉRIEL D'OSMOSE INVERSE

En 1988, nous avons utilisé un appareil pilote d'osmose inverse permettant de traiter 7 hl de moût à l'heure. En 1989, en plus de l'appareil pilote, nous avons travaillé avec un matériel industriel ROMAS pouvant traiter jusqu'à 100 hl de moût à l'heure, avec une membrane d'osmose inverse en spirale enroulée de nature polymérique (polyamide modifiée) distribuée en film mince.

Ces deux appareils ont été conçus et réalisés par la société SNAMPROGETTI BIOTECNOLOGIE s.p.a avec l'aide financière de la C.E.E..

En ce qui concerne la technique d'utilisation de l'appareillage d'osmose inverse, il convient de faire une différence entre la vinification en blanc et la vinification en rouge. Dans le premier cas, on a appliqué les traitements de clarification spontanée ou provoquée par des adjuvants de clarification, et/ou de filtration sur perlite, et/ou de terres d'infusoires, alors que dans le second cas on a expérimenté les deux techniques suivantes de clarification sur la partie de moût à concentrer :

1 - la clarification statique à froid
2 - la centrifugation.

Ces deux techniques ont été choisies car elles permettent de récupérer complètement le dépôt ou la partie solide et permettent de les réunir ensuite dans la cuve de fermentation avec le moût concentré. Il est, ainsi, possible de ne pas modifier la composition d'origine et d'expérimenter la concentration par osmose inverse avec les caractéristiques de vinification en rouge identique à celles employées pour les lots "moût brut" et "moût additionné de moût concentré rectifié".

La méthode de séparation des moûts en rouge a été la suivante :

1) foulage des raisins rouges dans une seule cuve de grande capacité.

2) séparation du raisin foulé en trois parties de même volume dans trois cuves identiques

3) pour la partie "osmose inverse" seulement :

- séparation de 50 % des pellicules à l'aide d'un cylindre métallique perforé ou d'un pressoir horizontal,
- centrifugation du moût (ou clarification statique à froid si la centrifugeuse n'est pas disponible)
- passage immédiat du moût centrifugé dans l'appareillage de concentration par osmose inverse avec élimination d'un certain volume de perméat sur la base de la masse initiale. En effet, l'appareillage de concentration ne peut traiter qu'un volume réduit de moût en recyclage, en le concentrant jusqu'au maximum consenti par les membranes (environ 30 brix

pour plus de 50 Atmosphères, dans des conditions adéquates).

Dans l'annexe I sont présentés : la variété du moût, les volumes traités destinés à l'essai, la méthode de préparation des moûts et les exploitations où ont eu lieu les expériences d'enrichissement par osmose inverse.

L'addition de moût concentré rectifié dans les moût vinifiés en rouge a été réalisée graduellement pendant la fermentation alcoolique après avoir déterminé au préalable, le degré alcoolique, grâce à la connaissance approximative du volume de moût et à la concentration en sucres dans les parties "moût concentré rectifié".

II — PRÉLEVEMENT DES ÉCHANTILLONS, ANALYSES CHIMIQUES ET ÉVALUATIONS ORGANOLEPTIQUES

Dans chaque partie de moût (moût brut, moût brut + moût concentré rectifié, moût brut concentré par osmose inverse) on a prélevé un échantillon immédiatement après le traitement, pendant, en fin de fermentation alcoolique et après stabilisation des vins par le froid . Un échantillon de chaque partie a été congelé, un autre a été stérilisé à 70°C pendant 30' après avoir été dilué deux fois avec de l'eau distillée.

Tous les essais ont subi les traitements technologiques jugés nécessaires par l'œnologue responsable de la cave afin d'optimiser le résultat final de toutes les parties comparées pour chaque qualité de vin. Les données analytiques de l'évolution des composants pendant la vinification enregistrent donc fidèlement tout ce qui compose l'échantillon prélevé, sans tenir compte des éventuelles acidifications ou des précipitations tartriques.

Les paramètres suivants : SO_2, acide tartrique, pH, peuvent donc présenter des valeurs différentes dans le temps.

Les analyses élémentaires des moûts, des vins et des perméats ont été effectuées par les méthodes officielles CEE; les métaux sont dosés par spectrophotométrie d'absorption atomique ; les acides organiques, l'alcool éthylique et l'ion ammonium des perméats par méthode enzymatique (BOEHRINGER, 1988) ; le glycérol et le 2,3 butanediol par chromatographie en phase gazeuse (GARCIA - MORUNO et DI STEFANO, 1989). Les acides organiques dans les moûts et les vins ont été déterminés par HPLC.

Les flavonoïdes totaux, les antocyanes libres et les polyphénols totaux ont été évalués avec la méthode décrite par Di STEFANO ET CRAVERO, (1989), Di STEFANO et *al.*, (1989) et par GLORIES, (1984). L'intensité colorante, ou teinte (C) et la tonalité de la couleur (H) ont été évalué selon la méthode CIELAB (MACDOUGALL, 1986).

Les évaluations organoleptiques ont été réalisées par des tests Duo-Trio et des tests de préférence, sur les vins en cuve, après stabilisation au froid et sur les vins en bouteilles. Les résultats ont été traités selon les méthodes décrites par ROESSLER et *al* (1978).

RESULTATS ET DISCUSSION

I — EMPLOI DE LA TECHNIQUE D'OSMOSE INVERSE

Les nombreuses techniques employées pour la préparation des moûts blancs et rouges (limpidité partielle) afin de faciliter le passage par les filtres protecteurs des membranes de concentration, ont permis d'obtenir les informations nécessaires à la mise en oeuvre des conditions d'emploi optimales de la technique d'osmose inverse et donc de son application concrète.

La décantation statique à froid des moûts n'évite pas l'engorgement des filtres protecteurs à cause du départ rapide de la fermentation ou parce que le liquide en phase de séparation de la portion à concentrer se trouble à nouveau. La centrifugation nous est apparue comme plus rationnelle avec un effet de nettoyage plus sûr et plus facile à appliquer. Cette technique permet, éventuellement, de séparer la partie non limpide dans la cuve de fermentation (ce qui se produit surtout dans le cas de la vinification en rouge). La centrifugation semble également utile pour les moûts blancs surtout s'ils n'ont pas été clarifiés avec des adjuvants et filtrés.

Dans le cas des moûts , la décantation à froid s'est révélée suffisante une fois sur trois seulement, alors que la centrifugation a remédié à l'échec de la première.

La concentration est simple et ne demande aucune attention spéciale pendant son déroulement (une seule personne suffit). Le lavage des membranes à la fin des opérations s'effectue en une demi-heure environ.

Le calcul du volume de perméat à ôter du volume initial (Vi) afin d'obtenir une augmentation de n degrés en sucre est facile, il suffit d'appliquer la formule $nVi/(Zi+n)$ et de déterminer le degré réfractométrique initial, traduit en degré pour cent (Zi), avec un réfractomètre optique muni d'une échelle Babo.

La quantité de perméat éliminée peut être facilement suivie à l'aide du compteur volumétrique placé sur l'appareillage d'osmose inverse.

Nous avons également du faire face à l'engorgement du pré-filtre protecteur de la membrane (la membane semi-perméable doit être protégée des matériaux solides en suspension à action abrasive-perforante, tels que les pépins et leurs fragments en utilisant un filtre en ester de cellulose ayant une porosité de 20 µm).

Afin de pallier à cet inconvénient, il est important d'effectuer la concentration immédiatement après la clarification du moût, (par filtration, centrifugation, ou par débourbage statique), surtout s'il a été préalablement refroidi. Un repos, même de quelques heures, peut en effet favoriser la formation de nouvelles substances colloïdales, engorgeant rapidement les cartouches de protection. Cette difficulté a été presque totalement éliminée par l'emploi de filtres tubulaires en acier inoxydable ayant une porosité de 150 µm, facilement régénérables par lavage. Ces filtres s'engorgent moins rapidement que ceux en polyester. Cependant, il reste nécessaire d'effectuer la concentration partielle le plus vite possible après la clarification.

Il est conseillé de prélever le moût à concentrer par le robinet de décantation et non par celui de vidange totale, placée sur le fond de la cuve. Même un dépôt infime, constitué de particules solides ou colloïdales peut engorger le filtre de protection de la membrane.

II — ASPECTS MICROBIOLOGIQUES

De ce point de vue, l'osmose inverse apparaît intéressante sous trois aspects principaux:

Le premier est en relation avec la pression exercée sur le moût (plus de 50 bars). Celle-ci pourrait éventuellement endommager les cellules microbiennes et, en conséquence, réduire la population des cellules indigènes des moûts traités. Les résultats de l'examen microscopique nous indiquent clairement que seul un faible pourcentage (environ 5 %) de cellules présente des lésions aux parois. De plus, dans tous les échantillons de moût prélevés stérilement à la sortie de la soupape de pression, la fermentation alcoolique a immédiatement commencé. Donc, le moût obtenu après concentration ne doit pas être considéré comme moins stérilisé. De toute façon, il est préférable d'ajouter une levure sélectionnée au moût déjà concentré afin d'éviter les pertes de cellules actives et utiles.

Le deuxième aspect découle de l'application de la technique de l'osmose inverse. La clarification et la filtration des moûts aussi poussées que possible avant le passage à travers la membrane semi-perméable pour obtenir le meilleur rendement possible par m_2 de membrane et par unité de temps pourrait entraîner des difficultés fermentaires. Cela n'a pas été observé..

Comme troisième aspect intéressant, on peut noter qu'il a été démontré que le processus de concentration partielle par osmose inverse peut se faire sans filtration poussée préalable des moûts. Il est suffisant de protéger l'intégrité de la membrane, à l'aide d'un tamis métallique, (maillage 0,1 - 0,15 mm de diamètre), qui permet d'arrêter les corpuscules solides, tels que les pépins et leurs fragments. On peut appliquer l'osmose inverse à une partie du volume total à concentrer en évitant ainsi la clarification et la filtration de la plus grande partie du moût qui sera, ensuite, ajoutée à celle concentrée.

III — CALCUL DU VOLUME D'EAU A ELIMINER PAR OSMOSE INVERSE

Le volume d'eau (RVt) à éliminer à partir de 100 unités de moût ayant Zi grammes de sucres pour cent, afin d'atteindre le degré sucré final désiré (Zf) peut se calculer sur la base du total des sucres avant et après la concentration par osmose inverse. Il faut appliquer la formule suivante:

$$Zi \times 100 = Zf \times Vf \qquad (1) \text{ avec}$$

$$Vf = \frac{Zi \times 100}{Zf} \qquad (2)$$

Zi = contenu initial en sucres (en %)

Zf = contenu final en sucres (en %)
100 = volume initial de moût en hl (contenant la quantité désirée de Zf à obtenir en Vf hl du volume final)
Vf = volume final du moût en hl

La réduction en pourcentage du volume initial de moût (RVi %) nécessaire pour la concentration de sucres préfixée est donc égale à :

$$RVi\ \% = 100 - Vf \qquad (3)$$

Si on remplace Vf par (2), on obtient :

$$RVi\ \% = 100 - \frac{100\ Zi}{Zf} = \frac{Zf - Zi}{Zf} \times 100 \qquad (4)$$

Pour connaître la réduction en pourcentage de volume de moût pour obtenir 1 % de sucre en plus, on peut appliquer, en se basant sur les précédentes relations où Zf = (Zi + 1) :

$$RVi\ \% = \frac{1}{Zi + 1} \times 100 \qquad (5)$$

La relation (5) donne le nombre d'hectolitre d'eau devant être enlevé à 100 hl de moût pour obtenir 1 % de sucre en plus par rapport à celui initial (Zi). En général, pour calculer la réduction globale du volume de moût (RVg) pour obtenir n % de sucre en plus, sur la base d'un volume initial Vi et un volume final Vf, les relations (2) et (3) se transforment respectivement :

$$Vf = \frac{Vi \times Zi}{Zf} \qquad (6) \qquad RVg = Vi - Vf \qquad (7)$$

En donnant la valeur (Zi + n) à Zf, on obtient :

$$Vf = \frac{Vi \times Zi}{Zi + n}$$

En remplaçant Vf de la relation (7) et en développant les passages algébriques nécessaires, on obtient la formule générale suivante :

$$RVg = Vi - \frac{Vi \times Zi}{Zi + n} = \frac{n \times Vi}{n + Zi} \qquad (8)$$

IV — AVANTAGES HYGIENIQUES

Ceci est le troisième aspect intéressant de l'osmose inverse comme technique de concentration des moûts frais. L'osmose inverse permet d'assurer l'hygiène (santé humaine et technologie) pour le déroulement des fermentations.

L'osmose inverse n'entraîne aucune addition de substances externes; de plus, son appareillage complètement stérilisable permet de prévenir les contaminations et la propagation des microorganismes, surtout en cas de non-utilisation de l'appareil. C'est un avantage considérable par rapport aux techniques d'enrichissement par addition de moût concentré ou de moût de raisin concentré rectifié pouvant apporter des contaminations microbiennes non négligeables, même si, par utilisation correcte de ces produits, elles peuvent être limitées.

V — RESULTATS DES ANALYSES

a) Vendange 1988

Résultats analytiques

Les résultats des essais n° 1 et n° 2 sont semblables.

De l'analyse des paramètres chimiques de moûts avant et après l'enrichissement (tableaux I et II) et des vins obtenus (tableaux III et IV) et celle des composants des perméats (tableau V), on note une bonne concordance des valeurs, tout en tenant compte de la différence des pourcentages de dilution dans les portions de moût enrichies avec du moût concentré rectifié et celles concentrées par osmose inverse (tableau VI). En particulier le contenu en sucre des portions additionnées en moût concentré rectifié est presque le même que celui des portions soumises à l'osmose inverse : 208,0 et 208,1 g/l dans l'essai n° 1 et 206,0 et 208,4 g/l dans l'essai n° 2.

Ce résultat était voulu afin d'éliminer les différences de degré alcoolique final dans les échantillons soumis à la comparaison organoleptique.

Les densités et les extraits varient, également, selon les traitements d'enrichissements effectués : avec le moût concentré rectifié on peut observer une dilution d'environ 1,033 fois (3,3 %), avec l'osmose inverse on obtient une concentration proportionnelle à la perte d'eau. Cette dernière a été de 350 litres pour 28,5 hl de moût traité dans l'essai 1/1988 et de 280 litres pour 27,8 hl de moût traité dans l'essai 2/1988. En pourcentage, ces quantités d'eau enlevées ont entrainé une perte de volume de moût égale à environ 12 % dans l'essai n° 1 et 10 % dans l'essai n° 2 (tableau VI).

En comparant les teneurs en sucres réducteurs et l'extrait total relevés après la concentration par osmose inverse avec ceux calculés sur la base du volume d'eau enlevée, on note (tableau VI) une bonne corrélation de valeurs, surtout si l'on tient compte du fait que les calculs des volumes initial et final du moût traité par osmose inverse ont été faits par approximation.

TABLEAU I

Résultats analytiques des moûts de Riesling-Essai n°1/1988

	Moût témoin	Moût témoin enrichi par osmose inverse	Moût témoin enrichi de moût concentré rectifié
Densité	1,0767	1,0868	1,0841
Extrait total (g/l)	199,6	226,2	219,2
Sucres (g/l)	183,9	208,1	208,0
Extrait sec (g/l)	15,7	18,1	11,2
Acidité total (meq/l)	86,0	99,3	83,0
Acide malique (g/l)	3,22	3,52	3,21
Acide citrique (g/l)	0,26	0,26	0,25
pH	3,26	3,24	3,23
Cendres (g/l)	2,59	2,91	2,46
Alcalinité des cendres (meq/l)	30	31	26
Azote total (mg/l)	285,0	380,8	358,4
NH_4 (mg/l)	88,0	113,5	97,1
Glycérol (mg/l)	334	350	300
Sulfates (mg/l)	438,7	562,5	559,5
Phosphates (mg/l)	172,5	198,6	166,0
Potassium (mg/l)	1248	1254	1062
Sodium (mg/l)	14	15	13
Calcium (mg/l)	83	97	81
Fer (mg/l)	0,3	0,2	0,4
Zinc (mg/l)	2,6	4,2	2,4
Cuivre (mg/l)	3,0	3,6	3,8
Magnésium (mg/l)	88,0	105	82
Manganèse (mg/l)	0,6	0,6	0,7
Polyphénols totaux (mg/l d'acide gallique)	36	32	43

Le déroulement de la fermentation a été régulier et la production d'acide acétique s'est révélée acceptable, surtout par rapport au développement des bactéries malolactiques survenu vers la fin de la fermentation alcoolique en présence de sucres (tableau III, essai 1/1988 et tableau IV, essai 2/1988).

La composition du perméat s'est avérée quasiment la même dans les deux essais faits sur des moûts de raisin blanc (essai 1 et 2/1988) et dans l'essai effectué sur des moûts de raisins rouges (essai 3/1988), ce qui démontre l'absence pratiquement totale de tout soluté organique et inorganique des moûts de départ (tableau V) bien que le perméat puisse être facilement contaminé par les restes de moût, surtout lorsqu'on opère, comme dans notre cas, en cave. Ceci est le premier résultat important en faveur de l'osmose inverse démontrant que tous les composants restant dans le moût concentré sont dans les mêmes rapports quanti-

tatifs que ceux du moût d'origine. Ce fait a également été confirmé par les résultats analytiques de la densité, de l'extrait, de l'acidité totale ainsi que de la détermination de chaque composant organique et inorganique (tableaux III et IV).

Il est, cependant, nécessaire de réfléchir et de se demander si une telle identité de rapports de quantité pour chaque composant au niveau des moûts bruts et concentrés bien qu'en partant de valeurs absolues différentes, évoluera dans le vin d'une façon toujours aussi proportionnée (même en présence de précipitations tartriques).

TABLEAU II

Résultats analytiques des moûts de Riesling - Essai n°2/1988

	Moût témoin	Moût témoin enrichi par osmose inverse	Moût témoin enrichi de moût concentré rectifié
Densité	1,0786	1,0876	1,0848
Extrait total (g/l)	204,7	228,4	221,0
Sucres (g/l)	187,0	208,40	206,0
Extrait sec (g/l)	17,7	20,0	15,0
Acidité total (meq/l)	84,9	86,0	83,5
Acide malique (g/l)	3,48	3,72	3,18
Acide citrique	0,28	0,38	0,22
pH	3,25	3,23	3,24
Cendres (g/l)	2,77	2,92	2,46
Alcalinité des cendres (meq/l)	27	30	21
Azote total (mg/l)	201,6	215,6	224,0
NH_4 (mg/l)	153	164	147
Glycérol (mg/l)	373	396	285
Polyphénols totaux (mg/l acide gallique)	87	121	91
Leuco-antocyanes	17,0	17,4	17
Cathéchine (mg/l)	5,6	5,8	3,6
Sulfates (mg/l)	571	613	452
Phosphates (mg/l)	106	118	96
Potassium (mg/l)	1168	1172	1092
Sodium (mg/l)	8,1	7,2	6,3
Calcium (mg/l)	100	110	98
Fer (mg/l)	1,4	2,6	1,6
Zinc (mg/l)	2,2	2,2	1,6
Cuivre (mg/l)	1,5	1,8	1,3
Magnésium (mg/l)	92	100	92
Manganèse (mg/l)	0,5	0,6	0,4

TABLEAU III

Comparaison analytique des trois vins blancs provenant d'une même vendange de Riesling - Essai n°1/1988

		Enrichissement	
	Témoin	Osmose Inverse	Moût de raisin concentré rectifié
Titre alcoométrique (% vol)	11,4	12,55	12,33
Densité	0,9920	0,99075	0,9905
Extrait total (g/l)	18,50	18,8	17,5
Sucres (g/l)	0,0	0,0	2,5
Extrait sec (g/l)	18,50	18,8	15,0
Acidité totale (meq/l)	80,0	86,9	76,0
Acidité volatile (g/l)	0,31	0,41	0,41
pH	3,31	3,13	3,15
Acidité malique (g/l)	0,2	2,46	2,47
Acidité lactique (g/l)	1,61	0,22	0,20

TABLEAU IV

Comparaison analytique des trois vins blancs provenant d'une même vendange de Riesling - Essai n°2/1988

		Enrichissement	
	Témoin	Osmose Inverse	Moût de raisin concentré rectifié
Titre alcoométrique (% vol)	10,99	12,47	12,37
Densité	0,9919	0,9919	0,9908
Extrait total (g/l)	17,00	21,50	18,40
Sucres (g/l)	3,00	0,0	0,0
Extrait sec (g/l)	14,00	21,50	18,40
Acidité totale (meq/l)	65,00	84,00	78,9
Acidité volatile (g/l)	0,71	0,41	0,40
pH	3,25	3,13	3,15
Acidité malique (g/l)	0,05	2,32	2,20
Acidité lactique (g/l)	1,55	0,37	0,38

Résultats organoleptiques

L'analyse statistique des réponses fournies, au cours de 3 dégustations, par les 14 dégustateurs au test Duo-Trio et au test de préférence, montre une nette différence entre les vins obtenus par enrichissement et ceux non enrichis sauf dans un cas (première dégusation de l'essai n° 2 où, il n'y a pas de différence entre le témoin et le vin obtenu à partir du moût enrichi par addition de moût concentré rectifié).

Entre les vins provenant d'une part, de moûts enrichis partiellement par osmose inverse et d'autre part, de moûts additionnés de moût concentré rectifié, aucune différence significative à noter n'a été relevée, sauf pour la deuxième dégustation de l'essai n° 1. Le test de préférence ne s'est jamais révélé significatif, sauf dans l'essai 2/1988 deuxième dégustation entre le moût brut et le moût concentré rectifié (tableau VII).

On peut donc en conclure que le procédé d'enrichissement des moûts de raisin par osmose inverse des essais décrits appliqué aux moûts de raisin blanc n'a pas fourni d'indications organoleptiques particulièremeent significatives par rapport à l'enrichissement par addition de moût concentré rectifié.

En examinant ces résultats, il faut tenir compte de la composition initiale des moûts qui étaient déjà riches en sucres, à cause des conditions climatiques particulièrement favorables en 1988.

TABLEAU V
Composition analytique des perméats des trois essais conduits en1988*

	Essai 1	Essai 2	Essai 3
Densité	1,0006	1,0004	1,0005
pH	3,97	4,12	5,39
Cendres (g/l)	0,09	0,24	0,06
Alcalinité des cendres (meq/l)	1,00	0,00	2,00
Glycérol (mg/l)	traces	0,00	0,00
Ac.ur.libres mg/l)	68,00	55,00	11,20
Azote total (mg/l)	17,00	9,80	11,20
NH_4 (mg/l)	0,31	0,50	0,76
Phosphates (mg/l)	3,50	5,20	8,90
Chlorures (mg/l)	0,023	0,02	0,03
Potassium (mg/l)	6,00	7,00	11,00
Magnésium (mg/l)	91,00	38,00	57,00
Sodium (mg/l)	3,00	1,50	1,00
Calcium (mg/l)	7,00	0,00	6,0
Zinc (mg/l)	0,10	0,20	0,10
Fer (mg/l)	0,10	0,20	0,15
D.C.O. (mg/l)	390	--	26

*Les sucres, l'acide malique, l'acide citrique, les acides uroniques libres et les polyphénols totaux étaient absents dans tous les essais.

TABLEAU VI

Résultats analytiques des moûts enrichis par osmose inverse ou par addition de moût concentré rectifié - Vendange 1988 -

	Moût concentré par osmose inverse			Moût additionné de MCR*	
	1/1988 Riesling	2/1988 Riesling	3/1988 Barbera	1/1988	2/1988
Densité initiale du moût	1,0767	1,0786	1,0934	1,0767	1,0786
Densité finale du moût	1,0868	1,0876	1,1011	1,0841	1,0848
Extrait total initial	199,6	204,7	243,3	199,6	204,7
Extrait total final	226,2	228,4	263,90	219,2	221,0
Extrait total initial/Extrait total final	1,1333	1,1158	1,0847	1,0982	1,0796
Sucres initiaux	183,9	187,0	214,20	183	187,0
Sucres finaux	208,0	208,4	225,12	205,0	206,0
Sucres finaux/Sucres initiaux	1,1310	1,1144	1,0509	1,110	1,116
Volume initial de moût traité	28,50	27,80	26,00	24,25	48,0
Volume final de moût traité	25,0	25,0	25,0	25,05	49,6
Volume de perméat (en litre)	350	280	200		
% de réduction du volume de moût	12,281	10,072	7,692		
Facteur de concentration	1,140	1,112	1,040	0,968	0,968
Sucres calculés après traitement (g/l)	209,65	207,94	222,77		

* Moût concentré rectifé

TABLEAU VII

Résultats des analyses organoleptiques test Duo-Trio et test de préférence effectuées par 14 dégustateurs sur des vins enrichis par osmose inverse
- Vendange 1989, 22 Mai 1989 -
- Tableau de signification selon ROESSLER et *al*, 1978 -

Comparaison test Duo-Trio nombre de réponses correctes			Niveau de signification	Test de Préférence nombre de réponses concordantes		Niveau de signification
a)	b)		Essai — 1/1988	a)	b)	
Tq	MCR	11	S	5	9	NS
Tq	OI	14	SS	5	9	NS
MCR	OI	11	S	11	3	NS
a)	b)		Essai — 2/1988	a)	b)	
Tq	MCR	13	SS	12	2	S
Tq	OI	12	SS	8	6	NS
MCR	OI	10	NS	--	--	--

Le test de préférence n'a été réalisé que si le test Duo-Trio était significatif.

T : vin obtenu à partir d'un moût témoin
O.I. : vin obtenu à partir d'un moût enrichi par osmose inverse
MCR : vin obtenu à partir d'un moût enrichi par addition de moût concentré rectifié
S : jugement siginificatif à 95 %
SS : jugement significatif à 99 % NS : non significatif

b) Vendange 1989

Perméats

La composition des perméats est résumée dans le tableau VIII a et b. La pauvreté quasie totale en métaux et en ions acides inorganiques et organiques est confirmée par la valeur de la conductivité des perméats qui oscille autour des valeurs de l'eau distillée. L'absence de substances organiques est confirmée non seulement par les résultats de la détermination des polyphénols totaux, des acides organiques et des sucres mais également par la détermination du DCO (demande chimique en oxygène), qui varie, dans le cas des moûts sans alcool, entre des valeurs acceptables et par les spectres d'absorption en UV et dans le visible; sauf pour les perméats n ° 8, 11a, 11b, 11c, obtenus à partir de moûts en partie fermentés.et qui contiennent de l'alcool.

Enfin, il faut noter que, dans tous les perméats obtenus, les teneurs élevées en magnésium, observées dans les essais conduits en 1988, ne sont plus apparues en 1989. Ce fait est probablement dû, non seulement à des membranes différentes, mais aussi aux meilleures conditions de travail des membranes elles-mêmes (température du moût à l'entrée, obtention de la pression maximale de travail et de concentration).

TABLEAU VIII a

Analyses relatives aux perméats obtenus dans les essais de concentration par osmose inverse en 1989

Perméat	Densité	Ethanol (mg/l)	Glucose + fructose (mg/l)	Conductivité mS	Demande chimique en oxygène (mg/l)	Spectre d'Absorption DO 190 nm	DO 210 nm	DO 242 nm	Polyphénols totaux*
1 Pinot	1,0004	0,03	96	0,1	368	0,5502	0,2540	0,0036	0,39
2 Riesling	1,0005	0,04	120	0,1	213	0,5324	0,1519	0,0111	0,79
3 Chardonnay	1,00010	0,10	192	0,1	436	0,7288	0,2312	0,0084	1,18
4 Schiava	1,00010	0,06	182	0,1	358	1,2450	0,1999	0,0172	1,97
5 Barbera	1,00007	0,08	211	0,1	726	0,9767	0,2546	0,0238	3,15
6 Cortese	1,00005	0,40	125	0,1	949	0,4191	0,1168	0,0060	0,79
7 Nebbiolo/C	1,00009	0,08	250	0,1	407	0,8305	0,3525	0,0392	0,79
8 Moscato/F	0,99982	1,31	115	0,1	3098	0,4835	0,1410	0,0047	0,79
9 Nebbiolo/F	0,99992	0,83	365	0,1	2759	1,0010	0,3959	0,0153	0,79
10 Bonarda	1,00006	0,11	182	0,2	465	1,3930	0,3394	0,0132	1,97
11a Moscato	0,99999	0,80	144	0,1	1704	0,6218	0,2432	0,0108	1,18
11b Moscato	0,99982	0,95	154	0,1	1462	0,8849	0,2584	0,0383	0,79
11c Moscato	0,99982	1,51	211	0,1	2759	1,0200	0,3875	0,0499	0,39
12 Cabernet	0,99981	0,11	221	0,1	2904	0,9120	0,3684	0,0441	0,79

* en acide gallique (mg/l)

TABLEAU VIII B

Résultats analytiques des perméats après essai de concentration par osmose inverse*
— Vendange 1989 —

Perméat	pH	Acidité totale (meq/l)	Acides organiques et inorganiques			Métaux (mg/l)				NH4 (mg/l)
			acide malique	acide tartrique	PO_4	K	Mg	Ca	Na	
1 Pinot	4,25	0,60	5,41	2,95	0,70	2,3	0,0	0,0	0,2	4,5
2 Riesling	4,15	0,25	5,44	6,48	0,18	1,7	0,0	0,0	0,2	3,9
3 Chardonnay	4,36	0,50	16,86	9,54	-	8,3	0,1	0,0	0,1	3,5
4 Schiava	4,15	0,70	10,13	4,13	0,36	11,3	0,1	0,0	0,1	8,5
5 Barbera	3,84	0,80	3,82	3,91	0,25	5,8	0,1	0,0	0,3	3,0
6 Cortese	4,50	0,85	2,75	1,14	0,25	2,1	0,0	0,0	0,4	4,3
7 Nebbiolo/C	4,16	0,65	5,76	2,24	0,31	5,6	0,1	0,0	0,3	3,6
8 Moscato/F	4,15	1,10	4,16	1,06	0,24	3,8	0,0	0,0	0,1	3,2
9 Nebbiolo/F	4,13	0,70	14,05	4,88	0,33	6,1	0,3	0,7	1,0	8,4
10 Bonarda	3,60	0,70	32,96	8,76	0,30	3,5	0,1	0,0	0,1	1,9
11a Moscato	4,15	0,80	3,24	1,27	0,28	5,2	0,0	2,2	0,1	5,5
11b Moscato	5,38	0,30	6,56	1,79	0,74	6,0	2,3	0,0	9,1	7,5
11c Moscato	4,37	0,70	7,69	2,19	0,33	14,0	0,1	0,0	0,3	7,1
12 Cabernet	4,30	1,10	8,85	4,21	0,30	8,1	0,1	0,0	0,2	1,3

* L'acide citrique, le SO_4 et le cuivre étaient absents dans tous les essais.

TABLEAU IX a

Densité et acidité relevées dans les moûts enrichis ou non — Essais sur la vendange 1989 —

	Chardonnay			Riesling			Pinot			Cortese		
	T	OI	MCR	T	OI	MCR	T	OI	MCR	T	OI	MCR
Densité	1,07515	1,09630	1,09310	1,07685	1,09142	1,08640	1,07195	1,08325	1,0830	1,0645	1,0800	1,07555
Extrait total (g/l)	195,6	251,20	242,80	200,00	238,4	225,1	187,25	216,85	216,20	167,70	208,80	196,50
Glucose + fructose (g/l)	175,80	225,48	225,67	181,62	216,60	208,00	170,01	199,08	198,83	152,40	190,00	181,00
Extrait réduit (g/l)	19,80	25,72	17,13	18,38	21,80	17,10	17,24	17,77	17,37	15,30	18,80	15,50
pH	3,03	3,05	3,03	3,05	3,02	3,06	3,08	3,07	3,10	3,22	3,20	3,26
Acidité totale (meq/l)	123	158	115	99	119	99	119	136	113	120	130	112
Acide tartrique (g/l)	5,49	6,40	5,31	6,00	6,64	6,06	5,03	5,49	4,50	4,67	4,75	4,80
Acide malique (g/l)	5,37	6,75	4,85	1,90	2,38	1,82	4,48	5,18	4,32	4,83	5,74	4,29
Acide citrique (g/l)	0,19	0,23	0,16	0,15	0,20	0,14	0,22	0,35	0,20	0,26	0,39	0,23

T : Moût témoin
OI : Moût enrichi par osmose inverse
MCR : Moût enrichi par addition de moût concentré rectifié

Moûts concentrés par osmose inverse

Les 11 essais effectués sur les 10 variétés différentes de moûts, dont 4 de raisins blancs, ont confirmé les résultats des 3 essais de la vendange 1988 : l'enrichissement par osmose inverse permet non seulement une augmentation de la concentration des sucres, mais aussi de toutes les substances qui concourent à la formation de l'extrait net (tableaux IX a, b, c,). Ce résultat était prévisible car il y avait une absence quasie totale de composants du moût dans les perméats, sauf bien sûr l'alcool éthylique pour les moûts en partie fermentés. Pour mieux démontrer l'importance de cet évènement technologique auquel on attribue les conséquences organoleptiques d'un certain relief dans les vins obtenus, nous avons reporté dans le tableau IX d, certaines valeurs densimétriques de la teneur en sucres et de l'extrait réduit des moûts de raisins rouges bruts ou concentrés par osmose inverse et prélevés à la sortie de l'appareil de concentration avant d'être dilués avec les pellicules.

Les teneurs en certains composés de l'extrait dans les moûts (sels minéraux, sels d'acides organiques, polyphénols, protéines, lipides, etc...) sont augmentées, même après vinification et phase d'affinement. Il faut cependant envisager la possibilité d'un comportement opposé (pouvant se vérifier dans le temps) des composés solubles en partie dans le moût et dans le vin (sels de l'acide tartrique, substances colloïdales, protéines, lipides, etc...), pouvant former des macromolécules complexes caractérisées par des équilibres de solubilité très instables. Une augmentation trop importante de leur concentration dans le moût pourrait amener à des précipitations plus importantes dans le vin et donc à des résultats qualitatifs différents de ceux attendus.

TABLEAU IX b

Densité et acidité relevées dans les moûts enrichis ou non
- Essais sur la Vendange 1989 -

	Schiava			Cabernet	
	Témoin	Osmose inverse	Témoin	Osmose inverse	Moût concentré rectifié
Densité	1,06591	1,06785	1,08286	1,09492	1,09074
Extrait total (g/l)	171,30	176,50	215,80	247,55	236,65
Glucose + fructose (g/l)	155,36	159,90	200,40	230,16	222,6
Extrait réduit (g/l)	16,00	16,65	14,15	16,99	13,54
pH	3,54	3,45	3,57	3,59	3,63
Acidité totale (meq/l)	90,00	95,00	80,00	86,00	78,00
Acide tartrique (g/l)	3,88	3,99	4,37	5,08	n.d.
Acide malique (g/l)	4,08	4,69	3,62	4,30	n.d.
Acide lactique (g/l)	0,15	0,18	0,18	0,48	n.d.

n.d. : non déterminé

TABLEAU IX c

Densité et acidité relevées dans les moûts enrichis ou non — Essais sur la vendange 1989 —

	Barolo/C		Bonarda			Barolo/F		
	T	OI	T	OI	MCR	T	OI	MCR
Densité	1,10250	1,10371	1,07960	1,08719	1,0850	1,10305	1,10750	1,10624
Extrait total (g/l)	267,60	270,70	207,40	227,30	221,51	272,80	280,80	277,40
Glucose + fructose (g/l)	248,90	252,08	180,82	198,27	197,51	230,19	240,85	240,59
Extrait réduit (g/l)	18,70	18,62	26,58	28,90	24,00	42,61	32,05	36,81
pH	3,11	3,20	3,02	3,05	3,02	3,29	3,21	3,31
Acidité totale (meq/l)	88	79	178	186	172	94	101	93
Acide tartrique (g/l)	6,52	5,60	8,19	7,9	8,0	6,00	5,44	n.d.
Acide malique (g/l)	2,21	2,34	5,92	6,40	5,51	3,38	3,87	n.d.
Acide citrique (g/l)	0,22	0,21	0,35	0,38	0,32	0,25	0,28	n.d.

T : Moût témoin
OI : Moût enrichi par osmose inverse
MCR : Moût enrichi par addition de moût concentré rectifié
n.d. : Non déterminé

TABLEAU IX d

Valeurs densimétriques et colorimétriques de moûts enrichis ou non par osmose inverse
- Vendange 1989 -

Moûts	Moût témoin					Moût enrichi par osmose inverse				
	Densité	Extrait total	Polyphénols totaux *	Teinte	Intensité	Densité	Extrait total	Polyphénols totaux *	Teinte	Intensité
Bonarda	1,07960	207,40	648	n.d.	n.d.	1,10120	264,00	567	n.d.	n.d.
Cabernet	1,08286	215,80	344	38,19	3,62	1,09545	248,9	403	69,0	0,46
Nebbiolo/C	1,10250	267,60	314	20,17	0,56	1,10624	277,45	498	77,4	0,52
Nebbiolo/F	1,10305	272,80	n.d.	n.d.	n.d.	1,11540	301,60	n.d.	n.d.	n.d.
Schiava	1,06591	171,30	171	18,97	1,01	1,08000	208,40	207	24,2	0,90

* mg/l d'acide galique
n.d. : non déterminé

Ce phénomène, en principe, ne devrait pas être préoccupant dans le cas d'enrichissement par osmose inverse en quantités modérées selon les normes consenties par la loi, raison de plus pour ne pas trop enrichir les moûts et permettre à tous les composants d'évoluer vers un équilibre définitif et harmonieux. L'enrichissement modéré par osmose inverse (mais également par addition de sucre de raisin) semble être un choix prudent (jusqu'à preuve du contraire) surtout pour les moûts des années à climat défavorable pour lesquels l'amélioration effective qui peut en dériver n'a pas encore été démontrée.

De l'évolution de la quantité de polyphénol dans les moûts rouges concentrés par osmose inverse et dans leurs vins, nous observons que :

1) Les polyphénols se concentrent dans le moût traité par osmose inverse comme les substances formant l'extrait réduit (tableau IX e);

2) Aucune trace de polyphénols dans les perméats (tableau VIII a) ;

3) Malgré les expériences 1 et 2, l'intensité colorante des vins rouges "Barbera" et "Nebbiolo" (Barolo) produits avec des moûts concentrés par osmose inverse est plus faible (tableau X).

4) Seul le "Nebbiolo" de Fontanafredda (Barolo/F) a eu environ 14 % en moins de marc dans l'essai "osmose inverse" par rapport à celui du moût brut. Pour le "Barbera", il faut prendre en considération la filtration sur Kieselgur avant concentration. Enfin le "Barolo" de Ceretto n'a pas fait enregistrer de différences dignes d'être relevées entre les rapports de quantités de pellicules et la légère différence de couleur enregistrée doit être mise en relation principalement avec les diverses conditions de macération pendant la vinification.

TABLEAU IX e

Concentration des polyphénols d'un vin Bonarda de l'Oltrepo Pavese (20 hl) soumis à trois passages dans l'appareil d'osmose inverse

Echantillons	Polyphénols totaux mg/l d'acide gallique	
	Vins	Perméats
1) Echantillon avant l'essai	755	
	1e passage	
2) Echantillon après 10 minutes	1.151	0
3) Echantillon en milieu de traitement	1.177	0
4) Echantillon en fin de traitement	1.214	0
	2e passage	
5) Echantillon après 10 minutes	1.232	0
3) Echantillon en milieu de traitement	1.281	0
4) Echantillon en fin de traitement	1.290	0
	3e passage	
5) Echantillon après 10 minutes	1.328	0
3) Echantillon en milieu de traitement	1.340	0
4) Echantillon en fin de traitement	1.378	0

Une autre démonstration pour montrer l'absence de perte de couleur lors du passage du moût dans l'appareillage de concentration est de faire passer trois fois de suite un échantillon de vin "Bornada" (tableau IX e), de mesurer le contenu en polyphénol, d'effectuer un spectre d'absorption en UV et dans le visible sur chaque échantillon au début, à la moitié et à la fin du passage. Les résultats obtenus démontrent que :

- la concentration en polyphénol augmente progressivement au fur et à mesure des passages et la courbe du spectre se déplace progressivement vers des valeurs d'absorption plus élevées ;

- les polyphénols sont absents dans les perméats (tableau IX e). Il faudrait encore vérifier la possibilité d'une perte de couleur due à l'effet de la concentration par osmose inverse pendant la vinification et l'affinement par rapport à la perte dans un vin produit avec un moût brut (il pourrait y avoir une influence plus marquée de l'augmentation des substances protéiques et enzymatiques oxydantes sur la stabilité en polyphénols dans les moûts concentrés par osmose inverse). Ce phénomène ne pourra être démontré qu'après avoir procédé à d'autres essais et qu'après avoir vérifié l'utilité de la séparation du marc en fonction du volume d'eau enlevée.

TABLEAU X

Variation de la quantité de polyphéols, flavanoïdes totaux et antocyanes libres dans des vins vins rouges issus de moûts témoins ou de moût enrichis.
- Vendange 1989 - Analyses du 14 Décembre 1989 -

Vins	Polyphénols totaux*	Flavanoïdes (mg/l)	Antocyanes (mg/l)	Teinte	Intensité
Barbera T	1.976	1.530	357	69,07	0,32
Barbera O.I.	1.575	1.059	250	65,42	0,25
Barbera MCR	1.869	1.383	314	66,21	0,25
Barolo/C T	2.734	1.854	143	67,22	0,42
Barolo O.I.	2.556	1.707	129	64,76	0,40
Barolo/F T	2.054	1.354	136	57,26	0,41
Barolo O.I.	2.046	1.530	86	55,98	0,40
Barolo MCR	3.298	2.413	229	64,97	0,48
Bonarda T	794	500	143	74,05	0,55
Bonarda O.I.	986	618	171	77,03	0,62
Bonarda MCR	847	559	157	76,46	0,58
Schiava T	674	n.d.	n.d.	30,65	0,38
Schiava O.I.	758	n.d.	n.d.	31,24	0,37

T : vin obtenu à partir d'un moût témoin O.I. : vin obtenu à partir d'un moût enrichi par osmose inverse
MCR : vin obtenu à partir d'un moût enrichi par addition de moût concentré rectifié
n.d. : non déterminé * en mg d'acide gallique

Pour la densité et l'extrait net, il faut souligner que malgré le soin apporté au déroulement de leur analyse, il n'a pas toujours été possible de relever l'augmentation attendue d'extrait net dans les moûts concentrés par osmose inverse par rapport aux moûts bruts ou additionnés de moût concentré rectifié. Ceci est du en partie à la difficulté rencontrée en cave d'obtenir des portions de moût rigoureusement homogènes et en partie aux marges d'erreur des modes de détermination des sucres (+/- 2 %) et de la densité.

Déroulement des fermentations

Les fermentations des 28 lots d'essai des 10 vins se sont déroulées régulièrement et se sont toutes terminées dans les 10-15 jours, sauf pour les lots de l'essai de l'osmose inverse et le moût concentré rectifié du Nebbiolo/F, très riches en sucres et et pour le Riesling soumis à une osmose inverse qui a accusé un arrêt de fermentation avec un résidu en sucres de 16 g/l. Ce dernier a de nouveau été soumis à fermentation avec addition d'une levure fortement alcoogène. Afin de pouvoir mieux évaluer l'existence d'une éventuelle influence de la concentration sur l'activité de la levure, nous avons fait, en laboratoire, un essai à double répétition de fermentation de moût de vin Cortese brut, soumis à une osmose inverse ou encore additionné de moût concentré rectifié par deux souches de *Saccharomyces cerevisiae*. Les résultats obtenus (figure 1a, b) démontrent une influence nettement positive de la concentration par osmose inverse sur l'activité de la levure par rapport au moût enrichi avec addition de moût concentré rectifié. En effet, bien que le contenu initial en sucres soit supérieur dans les lots "osmose inverse" par rapport à ceux de moût concentré rectifié, dans tous les passages, on a observé une transformation complète des sucres en alcool plus rapide (figure 1a, b). La concentration par osmose inverse a donc amélioré la fermentation alcoolique.

Résultats analytiques des vins

Les résultats des analyses des 10 vins sont présentés dans les tableaux XI et XII.

Pour simplifier nous reportons les données concernant cinq vins, les autres données étant identiques. On note que :

1) En général, toutes les concentrations observées des composants de l'extrait dans les moûts bruts, soumis à une osmose inverse ou encore additionnés de moût concentré rectifié, se retrouvent également dans les vins correspondants en examinant les teneurs en cendres, l'alcalinité des cendres, l' acidité totale et les polyphénols.

2) Les concentrations d'acide tartrique, de potassium et de calcium ne sont pas toujours en accord avec celle des moûts. Dans 6 vins sur 10, on note une concentration plus faible d'acide tartrique dans le lot "osmose inverse" par rapport à celle du lot "moût brut" et "moût concentré rectifié", sans pour autant être toujours accompagnée d'une perte en calcium et en potassium.

3) Les teneurs en glycérol et en 2-3 butanédiol sont en accord avec la formation d'éthanol.

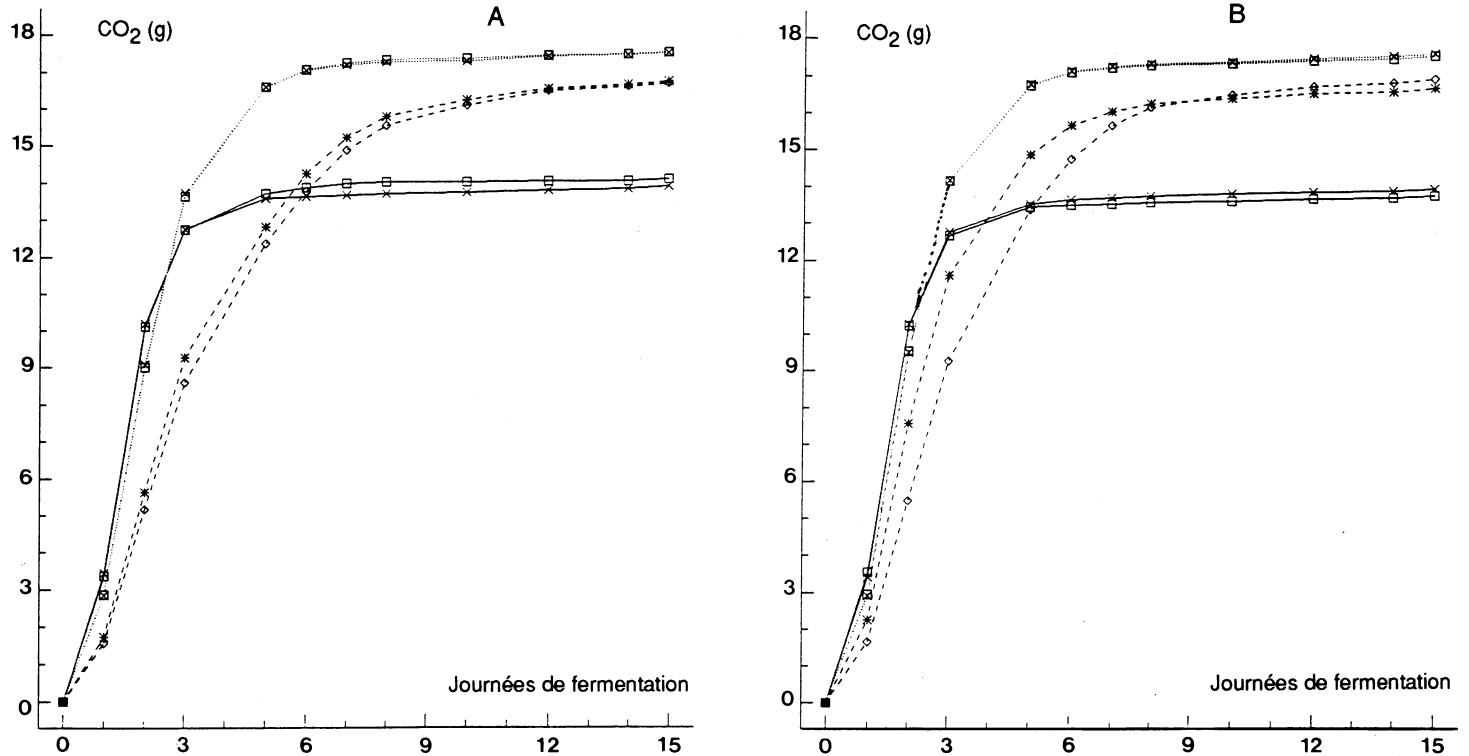


Fig. 1. – Déroulement de la fermentation de 2 souches de *Saccharomyces cerevisiae* S191c (A) et *Saccharomyces cerevisiae* var. *bayanus* S22b (B) dans un moût de raisin Cortese 1 et 2 : cultures répétées.
–x– : moût témoin (culture 1). –□– : moût témoin (culture 2). –x– : moût enrichi en moût concentré sucré (culture 1). –◇– moût enrichi en moût concentré rectifié (culture 2). ---x--- : moût enrichi par osmose inverse (culture 1). ---□--- : moût enrichi par osmose inverse (culture 2).

4) La faible intensité colorante dans les lots provenant de la concentration partielle par osmose inverse du Nebbiolo et du Barbera peut-être, en partie, expliquée par une distribution non homogène des pellicules, comme énoncé précédemment.

5) Aucun vin obtenu par osmose inverse ne présente un manque d'équilibre dans sa composition.

TABLEAU XI

Résultats analytiques des vins de Chardonnay (S. Michele All'Adige)
- Essais d'enrichissement par osmose inverse
et par addition de moût concentré rectifié -
-Vendange 1989 -

	Moût témoin	Moût témoin enrichi par osmose inverse	Moût témoin enrichi de moût concentré rectifié
Densité	0,99375	0,9920	0,99125
Titre alcoométrique (% vol.)	10,49	13,38	12,94
Extrait total	20,30	24,50	21,20
Résidus de sucres (g/l)	1,00	1,00	1,00
Extrait réduit (g/l)	19,30	23,50	20,20
pH	3,03	3,03	3,08
Acidité totale (meq/l)	102	124	93
Acidité volatile (g/l)	0,12	0,25	0,20
Acide citrique (g/l)	0,32	0,26	0,30
Acide lactique (g/l)	0,32	0,40	0,45
Acide malique (g/l)	4,80	6,47	4,52
Acide tartrique (g/l)	2,04	1,55	2,03
SO_2 total (mg/l)	102	108	111
Cendres (g/l)	1,52	1,66	1,14
Alcalinité des cendres (meq/l)	22,44	24,40	18,40
Potassium (mg/l)	660	670	620
Calcium (mg/l)	67	82	68
Magnésium (mg/l)	73	96	70
Glycérol (g/l)	3,66	5,55	6,13
2-3 butylène-glycol (mg/l)	336	300,3	791,8

Résultats organoleptiques

- Analyses sensorielles du 22 février 1990

Les résultats du test Duo-Trio et du test de préférence (tableau XIII) mettent en évidence des différences statistiquement intéressantes entre les données organoleptiques du moût brut, et du moût concentré par osmose inverse pour les vins de Pinot, Chardonnay, Cortese, Barbera, Barolo et Schiava, des différences entre moût brut et moût concentré rectifié pour les vins de Pinot, Chardonnay, Barbera et Barolo entre osmose inverse et moût concentré rectifié pour les vins de Chardonnay, Cortese, Barbera et Barolo.

TABLEAU XII

Résultats analytiques des vins Nebbiolo (Serralunga d'Alba)
- Essais d'enrichissement par osmose inverse
et par addition de moût concentré rectifié -
- Vendange 1989 -

	Moût témoin	Moût témoin enrichi par osmose inverse	Moût témoin enrichi de moût concentré rectifié
Densité	0,99220	0,99266	0,99219
Titre alcoométrique (% vol.)	13,80	14,44	14,42
Extrait total (g/l)	26,20	29,30	28,00
Résidus de sucres (g/l)	0,00	0,00	2,54
Extrait réduit (g/l)	25,80	29,30	25,46
pH	3,44	3,43	3,72
Acidité totale (meq/l)	94	101	93
Acidité volatile (g/l)	0,40	0,42	0,42
Acide citrique (g/l)	0,10	0,16	0,00
Acide lactique (g/l)	2,70	2,71	3,43
Acide malique (g/l)	0,11	1,27	0,02
Acide tartrique (g/l)	3,28	2,51	3,71
SO_2 total (mg/l)	29	19	32
Cendres (g/l)	1,91	2,10	2,83
Alcalinité des cendres (meq/l)	21,00	20,63	29,25
Potassium (mg/l)	840	890	1175
Calcium (mg/l)	94	109	111
Magnésium (mg/l)	66	69	70
Glycérol (g/l)	7,88	8,07	7,01
2-3 butylène-glycol (mg/l)	634	631	548
Méthanol	0,12	0,09	non déterminé

Seuls le Cabernet et le Bonarda n'ont fait enregister aucune différence dans toutes les comparaisons. Pour les Riesling et le Cortese, les différences entre moût brut et moût concentré rectifié sont insiginifiantes et le Pinot ne présente qu'une différence entre osmose inverse et moût concentré rectifié. Dans le test de préférence, le lot de l'osmose inverse a été préféré 3 fois sur 10 à celui du moût brut (Pinot, Cortese et Barbera) et 1 fois seulement sur 10 à celui du moût concentré (Cortese). Le moût concentré rectifié a été préféré au moût brut pour le Pinot uniquement, alors que le moût brut n'a jamais été préféré au moût concentré rectifié ou à l'osmose inverse.

TABLEAU XIII

Résultats des analyses organoleptiques du test Duo-Trio et test de préférence effectuées par 20 dégustateurs sur des vins enrichis par osmose inverse - Vendange 1989 - Essai du 22 Février 1990 - Tableaux de signification selon ROESSLER et *al*, 1978

Comparaison		Test Duo-Trio réponses correctes	Niveau de signification	Test de préférence réponses concordantes		Niveau de signification
Pinot 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	15	S	3	17	S
T	MCR	15	S	1	19	SS
OI	MCR	13	NS	--	--	--
Riesling 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI*					
T	MCR	3	NS	--	--	--
OI	MCR*					
Chardonnay 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	15	S	7	13	NS
T	MCR	15	S	9	11	NS
OI	MCR	16	S	14	6	NS
Cortese 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	20	SS	1	19	SS
T	MCR	11	NS	--	--	--
OI	MCR	19	SS	19	1	SS
Schiava 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	15	S	12	8	NS
Cabernet 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	11	NS	--	--	--
T	MCR	11	NS	--	--	--
OI	MCR	13	NS	--	--	--
Ceretto 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	15	S	11	9	NS
Barolo Fontanafredda 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	17	S	15	5	S
T	MCR	19	SS	14	6	NS
OI	MCR	16	S	8	12	NS
Barbera 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	18	S	1	19	SS
T	MCR	17	SS	9	11	NS
OI	MCR	18	SS	10	10	NS
Bonarda 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	13	NS	--	--	--
T	MCR	13	NS	--	--	--
OI	MCR	12	NS	--	--	--

* Comparaisons non effectuées (résidu de sucre de 5 g/l dans le lot enrichi par osmose inverse)

T : vin obtenu à partir d'un moût témoin
O.I. : vin obtenu à partir d'un moût enrichi par osmose inverse
MCR : vin obtenu à partir d'un moût enrichi par addition de moût concentré rectifié
S : jugement siginificatif à 95 % SS : jugement significatif à 99 % NS : non significatif

TABLEAU XIV

Résultats des analyses organoleptiques du test Duo-Trio et test de préférence effectuées par 20 dégustateurs sur des vins enrichis par osmose inverse - Vendange 1989 - Essai du 28 Mai 1990 - Tableaux de signification selon ROESSLER et *al*, 1978

Comparaison		Test Duo-Trio réponses correctes	Niveau de signification	Test de préférence réponses concordantes		Niveau de signification
Pinot 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	16	S	10	10	NS
T	MCR	16	S	7	13	NS
OI	MCR	13	NS	--	--	--
Riesling 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	17	SS	12	10	NS
T	MCR	16	S	14	6	S
OI	MCR	10	NS	12	8	NS
Chardonnay 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	16	S	7	13	NS
T	MCR	15	S	11	9	NS
OI	MCR	16	S	10	10	NS
Cortese 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	16	S	4	16	S
T	MCR	16	S	6	14	NS
OI	MCR	20	SS	12	8	NS
Schiava 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	13	NS	--	--	--
Cabernet 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	12	NS	--	--	--
T	MCR	10	NS	--	--	--
OI	MCR	10	NS	--	--	--
Ceretto 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	15	S	3	17	SS
Barolo Fontanafredda 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	11	NS	--	--	--
T	MCR	20	SS	0	20	SS
OI	MCR	19	SS	10	10	NS
Barbera 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI*					
T	MCR	18	SS	2	18	SS
OI	MCR*					
Bonarda 1989						
a)	b)			a)	b)	
T	OI	16	S	4	16	S
T	MCR	18	SS	4	16	S
OI	MCR	18	SS	13	7	NS

* Comparaisons non effectuées (fermentation malolactique en cours dans l'échantillon enrichi par osmose inverse).
T : vin obtenu à partir d'un moût témoin
O.I. : vin obtenu à partir d'un moût enrichi par osmose inverse
MCR : vin obtenu à partir d'un moût enrichi par addition de moût concentré rectifié
S : jugement siginificatif à 95 % SS : jugement significatif à 99 % NS : non significatif

- Analyses sensorielles du 28 mai 1990

En comparant le tableau XIV (dégustation du 28 mai 1990) au tableau XIII (dégustation du 22 février 1990), on remarque que : le test Duo-Trio est devenu significatif dans la comparaison entre le moût brut et le moût concentré rectifié pour les Riesling et Cortese et dans le cas du Bonarda pour toutes les comparaisons effectuées, mais il n'est pas significatif dans les comparaisons entre le moût brut et le moût enrichi par osmose inverse pour le Schiava et pour le Barolo Fontanafredda.

Pour le Riesling, par contre, le moût brut a été préféré au moût concentré rectifié et, pour le Bonarda, le moût concentré rectifié et l'osmose inverse ont été préférés au moût brut. Aucune préférence n'est ressortie entre le moût brut et le moût concentré rectifié dans le cas du Cortese et, entre le moût concentré rectifié et l'osmose inverse dans le cas du Bonarda.

En ne considérant que les variations du test de préférence avec un test de différence, identiques de la première à la seconde dégustation, on relève une augmentation de préférence du moût concentré rectifié par rapport au moût brut dans le cas du Barolo-Fontanafredda, mais, dans le cas du Pinot, les préférences de l'osmose inverse par rapport au moût brut ne sont plus signifiantes, de même par rapport au moût concentré rectifié dans les cas des vins de Cortese et de Chardonnay.

CONCLUSION

Les conditions climatiques favorables de 1988 et de 1989, ont donné une production de moûts naturellement équilibrés. Toutefois, à partir des essais effectués en cave sur ces moûts de raisins blancs et rouges, on peut déduire que :

1) L'enrichissement partiel des moûts par osmose inverse n'a jamais provoqué de perte de qualité dans les vins par rapport à ceux obtenus à partir de moûts non enrichis. L'ensemble des analyses sensorielles, faites sur les essais conduits en 1988 et en 1989, démontre que les vins obtenus par osmose inverse ont été préférés 6 fois sur 17 à ceux obtenus à partir de moûts bruts présentant un test de différence Duo-Trio significatif (sur un total de 22) et une seule fois, le moût brut (Barolo/F 89) a été préféré.

2) Les vins obtenus par enrichissement avec du moût concentré rectifié ont été préférés 4 fois sur 14 à ceux non enrichis et présentant un test de différence de relief Duo-Trio (sur un total de 20), alors que dans deux cas (Bonarda 89 et Riesling/88, essai 2, deuxième génération) le moût brut a été nettement préféré au moût concentré rectifié.

3) La comparaison entre les vins obtenus par osmose inverse et par addition de moût concentré rectifié a été significative 10 fois sur 18 par le test de différence Duo-Trio. Le Cortese 89 a obtenu une nette préférence pour la version par osmose inverse (19 préférences sur 20), alors que pour les 9 autres vins, les résulats des 20 dégustateurs appelés à se prononcer sur la compostion organoleptique ne concordaient pas suffisamment au niveau des préférences accordées dans les tests d'analyses sensorielles.

4) Il existe une différence au niveau du goût et du nez et une nette préférence ; même si pour 1 cas seulement des vins obtenus à partir de moûts traités par osmose inverse, on a démontré clairement que la technique d'enrichissement par osmose inverse permet d'obtenir des vins toujours bons et appréciables, même s'ils sont indifféremment préférés et en général assez différents de ceux obtenus avec des moûts additionnés de moût concentré rectifié. Il faut cependant relever que si dans 1 cas (Cortese 1989) l'échantillon par osmose inverse a été préféré à celui du moût concentré rectifié, le contraire ne s'est jamais vérifié. Un tel résultat nous autorise à affirmer que l'amélioration réelle apportée par la technique de concentration par osmose inverse est digne d'être ultérieurement approfondie du point de vue climatique, du degré de maturation des raisins et enfin de la différence de constitution des variétés de moûts.

5) L'utilisation de la technique d'osmose inverse ne présente aucune difficulté d'ordre opérationnel en cave, car elle ne traite que des moûts centrifugés ou soumis à une clarification. Elle est sans risques hygiéniques, garde l'authenticité et les caractères typiques des vins. Même au point de vue microbiologique, cette technique présente des aspects positifs car l'appareillage de concentration est facilement lavable et les moûts enrichis sont particulièrement fermentescibles.

6) L'augmentation dans les moûts des composés d'extrait net se vérifiant avec l'osmose inverse subit un rééquilibre partiel lors de la vinification, surtout pour les sels de l'acide tartrique. Ce rééquilibre n'arrive jamais à une disproportion dans la composition finale des vins obtenus, comme le confirme les analyses chimiques et sensorielles effectuées. Même les substances colorantes ne subissent aucune perte pendant la concentration.

7) Les perméats ne présentent aucune trace de substance organique et inorganique et sont semblables à de l'eau distillée. Ils peuvent être utilisés en remplacement de l'eau pour tous les travaux de cave.

8) L'exceptionnelle qualité des raisins en 1988 et en 1989, objets de nos essais, nous amène à une certaine prudence sur l'emploi de la technique d'osmose inverse sur des raisins d'années climatiquement moins favorables (c'est-à-dire, lorsque, ajouter du sucre ou enlever de l'eau pourra entraîner des différences de composition de l'extrait sec total tout à fait négligeable), jusqu'à ce qu'il n'y ait plus aucun doute sur les effets d'une concentration des moûts.

Manuscrit reçu le 22 octobre 1990 ; accepté pour publication le 22 mai 1991.

Remerciements

Les recherches ont été programmées par le Comité Scientifique composé de : Prof. M. FREGONI, Prof. L. USSEGLIO-TOMASSET, Dr. C. DELFINI, Prof. A. SCIENZA, ING. E. BARDONE, Dr. A. VIGLIA, Per. Agr. G. STRINGA et Dr L. CIGNOLI.

L'étude a été financée par la SNAMPROGETTI BIOTECNOLOGIE.s.p.a avec une contribution de la Communauté Economique Européenne et de l'Union des Agriculteurs de Pavia, qui a accordé une bourse d'étude.

Nous remercions, en particulier, l'Ing. MONTUSCHI MARZIO MARIA de la SNAMPROGETTI BIOTECNOLOGIE.s.p.a., les caves de TRAVAGLINO (Calvignano, Pavia), de TORREVILLA (Codevilla, Pavia), F.LLI CERETTO (S.Cassiona, d'Alba, Cuneo), TENIMENTI DI BAROLO E DI FONTANAFREDDA (Serralunga d'Alba, Cuneo) et les œnologues, qui ont mis à notre disposition le personnel et le matériel nécessaire à la réalisation des essais.

Nous remercions enfin M. Le prof. CLAUDIO BAIOCCHI, du Dipartimento di Chimica de l'Université de Torino, pour sa collaboration dans la détermination des acides organiques par HPLC et le Laboratorio di Sanità Pubblica d'Asti pour la détermination du D.C.O. dans les perméats.

ANNEXE I

Mode de préparation des 3 essais réalisés sur la vendange 1988

ESSAI N°1 : moût de Riesling obtenu par pressurage avec un pressoir mécanique horizontal. Le moût, maintenu à une température de 15°C, est additionné de métabisulfite de potassium 15 g/hl, de charbon décolorant 40 g/hl, de gel de silice 130 g/hl et de gélatine 12 g/hl. Le moût clarifié est séparé en trois lots :

- témoin
- enrichi par addition par hl de 3,88 kg de moût concentré rectifié contenant 624,62 g de sucres réducteurs par kg
- concentré partiellement par osmose inverse

L'enrichissement par addition de moût concentré rectifié et la concentration partielle par osmose inverse sont effectués de manière à augmenter la teneur en sucres du moût de 20 g/l. La fermentation alcoolique de tous les lots est lancée par addition de 50 litres d'un moût de Riesling en fermentation tumultueuse. Le moût initial contenait 183,9 g/l de sucres réducteurs, il présentait une acidité totale de 86 meq/l et un pH de 3,26.

ESSAI N°2 : les raisins du cépage Riesling sont foulés et laissés à macérer pendant 12 heures. Ils sont ensuite pressés et le moût obtenu est additionné de métabisulfite de potassium 10 g/hl, de sulfate d'ammonium 20 g/l et de vitamine B1 50 mg/hl et conservé 12 heures à basse température. Le moût limpide est séparé en trois lots qui sont traités comme dans l'essai N°1.

Le moût initial contenait 187 g de sucres réducteurs par litre, il présentait une acidité totale de 84,9 meq/l et un pH de 3,25.

ESSAI N°3 : moût de raisin Barbera vinifié en rouge, il n'a pas été possible d'obtenir 3 portions homogènes présentant le même pourcentage de pellicules. Ceci a provoqué des différences en teneur de polyphénols ainsi que dans toutes les valeurs des composés dépendant de l'extraction des pellicules pendant la vinification.

Méthodologie de préparation des moûts dans différentes exploitations viti-vinicoles pour les essais réalisés sur la vendange 1989

A) EXPLOITATION TRAVAGLINO

1) Pinot noir (50 hl)	- Foulage et séparation des pellicules avec pressoir horizontal. Addition de charbon et d'adjuvants de clarification. Repos de 12 heures. - Filtration sur perlite. - Concentration.
2) Riesling (50 hl)	Foulage et séparation des pellicules avec pressoir

horizontal.
Clarification statique à froid.
- Concentration.

3) Barbera (60 hl)

- Foulage et séparation en 3 lots. Pour le lot réservé à l'osmose inverse seulement, repos de 12 heures et récupération du chapeau.
- Extraction du moût encore trouble (non utilisable car il engorge immédiatement les filtres de protection des membranes).
- Filtration sur perlite (un tiers environ du moût égoutté) concentration du liquide filtré jusqu'à obtention d'une augmentation en sucres de 3 fois

B) CAVE COOPÉRATIVE "TORREVILLA"

4) Bonarda (200 hl)

- Foulage et séparation d'environ 50 % du moût conservé au froid pendant 15 jours en attente de concentration (partie A) avec pressoir horizontal.
- Fermentation de la partie B avec les pellicules et décuvage.
- Division en trois parties égales des parties A et B (1A, 2A, 3A; 1B, 2B, 3B).
- Mélange des parties 1A et 1B pour les lots de moût témoin.
- Mélange des parties 2A et 2B pour les lots de moût additionné de moût concentré rectifié.
- Centrifugation de la partie 3A et concentration par osmose inverse jusqu'à augmentation du degré sucré dans la portion finale obtenue par la réunion des parties 3A et 3B.

5) Muscat (300 hl)

- Conservation du moût réfrigéré en cuve et centrifugation avant l'entrée dans la cuve de concentration.

C) EXPLOITATION F.LLI CERETTO

6) Nebbiolo (50 hl)

- Foulage en cuve de 100 hl et homogénéisation de la masse obtenue par remontage :
- Division en deux portions de 25 hl de moût et de pellicules.
- La première portion fermente telle quelle et les pellicules sont retirées de la deuxième portion. La clarification se déroule pendant 12 heures et le moût fermenté passe dans l'appareillage de concentration jusqu'à augmentation du degré sucré d'environ 0,7 grades dans les 25 hl. Le lot additionné de moût concentré rectifé n'a pas fermenté.

D) EXPLOITATION FONTAFREDDA

7) Nebbiolo (50 hl)

B) - Foulage des raisins et homogénéisation de la masse obtenue par remontage.
- Division en trois portions de 50 hl de moût et pellicules.
- La première portion fermente telle quelle, la deuxième portion est additionnée de moût concentré rectifé et la troisième portion, après égouttage de 50 % du moût par un pressoir horizontal, est concentrée par osmose inverse.

E) EXPLOITATION "LA MARCHESA"

8) Cortese (400 hl)

- Foulage et séparation des pellicules par un pressoir horizontal, clarification à froid et addition d'adjuvants de clarification.
- Division en 3 portions de 100 hl : la première est laissée telle quelle, la deuxième est additionnée de moût concentré rectifié, la troisième concentrée par osmose inverse et la dernière est enrichie par osmose inverse et par addition de moût concentré rectifié pour un même apport en sucre.

F) CAVE DE MICROVINIFICATION DE
L'INSTITUT TECHNIQUE AGRICOLE DE S.MICHELE ALL'ADIGE

9) Chardonnay (25 hl)

- Foulage et séparation des pellicules par un pressoir horizontal.
- Séparation du moût obtenu en trois parties.
- Attente de 12 heures à froid et clarification statique.
- Concentration.
- Microvinification en cuve inox de 3 hl.

10)Schiava (25 hl)

- Un moût est divisé en deux portions lors du foulage.
- La portion du moût à concentrer (1/3 environ du volume total) est obtenue par un pressage hydraulique.
- Concentration et réémission des pellicules.
- Fermentation en cuve inox de 3 hl

11)Cabernet (25 hl)

- Même protocole que pour le Schiava mais la séparation des pellicules est faite avec un pressoir hydraulique pour les trois lots. Après foulage, 3 hl sont déposés dans des cuves inox de microvinification en respectant la proportion de départ entre moût et pellicules.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BOEHRINGER MANNEIM , 1988. Analisi enzimatica degli alimenti.

DI STEFANO R. et CRAVERO M.C., 1989. I composti fenolici e la natura del colore dei vini rossi. *L'Enotecnico*, **10**, 81-87.

DI STEFANO R., CRAVERO M.C. et GENTILINI M., 1989. Metodi per lo studio dei polifenoli dei vini. *L'Enotecnico*, **5**, 83-89.

DRIOLI E., ORLANDO G., D'AMBRA S. et AMATI A., 1981. Membrane processes in must and wine treatment. In synthetic membranes 2:7, ACS Symposium Series.

GARCIA MORUNO E. et DI STEFANO R., 1989. Déterminazione del Glicerolo, del 2, 3 - butandiolo e dei glicol nei vini. *Vini Italia*, **5**, 41-46.

GLORIES Y., 1984. La couleur des vins rouges, I et II. *Connaissance Vigne Vin,* **18**, n° 3, 195-217 et n° 4, 253-271.

GUIMBERTEAU G. et BOUCHEREAU J. 1985. Concentration partielle des moûts de raisins par osmose inverse. Comptes-rendus de fin de contrat ANVAR n° 8309020M.

MACDOUGALL D.B., 1986. The chemistry of colour and appearance. *Food Chemistry*, **21**, 283-289.

PERI C., POMPEI C. et BERARDI A., 1973. Concentrazione del succo d'arancia per osmosi inversa : ritenzioni e permeabilità. *Scienza e tecnologia degli alimenti*, **3**, 329-336.

PERI C. et POMPEI C., 1975. Concentrazione del mosto d'uva per osmosi inversa. *Vini Italia*, 179-185.

PEYNAUD E. et ALLARD J.J., 1970. Concentration des moûts de raisin par osmose inverse.*C.R. Acad. Agric. France*, 1454-1458.

ROESSLER E., PANGBORN R.M., SIDE J.L et STONE H., 1978. Expanded statistical tables for estimating significance in paired-preference, paired-difference, duo-trio and triangle tests. *Journal of food science*, **43**, 940-943.

WUCHERPFENNIG K., 1980. Possibilités d'utilisation de processus membranaires dans l'industrie des boissons (osmose inverse, ultrafiltration, électrodialyse). *Bull. O.I.V.*, **53**, n°589,187.