Connaissance Vigne Vin, 1981 **15,** N° 3, 179-192.

ASPECTS QUALITATIFS ET TECHNOLOGIQUES DE L'APPLICATION DES METHODES THERMIQUES DANS LA PRODUCTION DES VINS MOUSSEUX *

O. COLAGRANDE et A. SILVA

Istituto di Enologia, Facolta di Agraria
Universita Cattolica del Sacro Cuore
29100 Piacenza (Italie)

INTRODUCTION

La production italienne de vins mousseux (évaluée à environ 128 millions de bouteilles par an) est issue, à 95 p. 100 de la technique de refermentation en cuve close (méthode Charmat) ; les diverses phases de cette technique peuvent se résumer ainsi :

— préparation du vin de base (coupages et traitements divers : collage, réfrigération, filtration, éventuellement pasteurisation) ;

— refermentation en cuve close après addition de saccharose et de levures sélectionnées ;

— soutirage isobarométrique et séparation du vin mousseux des lies ;

— stabilisation du vin mousseux par réfrigération, filtration clarifiante et stérilisante ;

— embouteillage isobarométrique ;

— traitement thermique éventuel du vin mousseux, en bouteilles, à 42 °C pendant deux heures.

Cette méthode dont les origines remontent au milieu du siècle dernier ne s'est développée qu'au cours des quarante dernières années ; elle a été, en Italie, l'objet de différentes évolutions en raison de la vaste gamme des vins destinés à la prise de mousse (Tableau I).

Parmi les variantes technologiques qui ont successivement trouvé place dans le cycle de la production en cuve close, le traitement thermique qui a pour but d'assurer la stabilité des produits finis, suscite un intérêt particulier.

---

* Communication présentée au 6e Symposium International d'Œnologie, 28-30 avril 1981, Mayence (Allemagne).
Recherche effectuée avec la contribution du C.N.R.

CARPENE (1944) fut le premier à utiliser le chauffage du vin mousseux en bouteille à 40 °C pendant 2 heures. Ce procédé est encore utilisé aujourd'hui.

Au stade industriel PARONETTO (1975) a proposé et mis en pratique un procédé auquel il a donné le nom de *lyse thermique ;* il s'agit d'un traitement thermique à 40-42 °C pendant 72 heures après la prise de mousse et en présence de levures.

Selon cet auteur ce traitement permet d'obtenir des vins mousseux stabilisés à la fois chimiquement et biologiquement et présentant des caractères organoleptiques particuliers.

TABLEAU I

Principaux vins italiens utilisés pour l'élaboration des vins mousseux

Vins blancs
Muscats (d'Asti, de Canelli, de Candie, etc...) ;
Prosecco (Prosecco de Conegliano et de Valdobbiadene);
Pinots (blanc, gris et noir) ;
Cortese (d'Alexandrie et de l'arrondissement de Novi Ligure) ;
Riesling italien (Trentin, Haut-Adige, Vénétie Julie et Lombardie) ;
Verdicchio des châteaux de Iesi ;
Malvoisie (du Piémont, de Toscane, etc...) ;
Soave ;
Durello ;
Vins rouges ou rosés
Barbera du Piémont
Lambruschi d'Emilie
Brachetto d'Acqui
Freisa et Nebbiolo du Piémont
Valpolicella
Sangiovese de Romagne
Cabernet de Vénétie et Trentin Haut-Adige

Cette technique est fondée sur l'hypothèse selon laquelle un chauffage bref et modéré du vin mousseux à 35-45 °C après la refermentation provoque l'excrétion de certaines substances contenues dans les levures, comme les aminoacides et les acides nucléiques.

Ce chauffage est également susceptible d'activer les protéases et les peptidases des levures; il s'ensuit une dégradation de leurs proteines en composés plus élémentaires qui passent dans la phase liquide (AVAKJANC et *al.,* 1969 ; DE ROSA, 1978).

L'amélioration organoleptique proviendrait, entre autres choses, de l'enrichissement du vin en aminoacides soufrés présentant un pouvoir réducteur important (PARONETTO, 1975). A cet égard, BELOUSOVA et *al.*

(1971) ont également noté dans les vins mousseux chauffés en présence de levures, une baisse sensible du potentiel d'oxydo-réduction et de la teneur en aldéhydes.

Selon DE ROSA (1977), le chauffage en cuve close permet d'éliminer complètement l'oxygène libre avant la mise en bouteilles et protège ainsi le vin mousseux de l'influence défavorable de ce gaz vis-à-vis de l'arôme et du goût.

On rattache la stabilité biologique obtenue à la suite de cette intervention thermique à une formation de substances anti-fermentatives encore inconnues, semblables à celles obtenues par un contact prolongé du vin et des lies comme dans la méthode champenoise (AVAKJANC et *al.*, 1969 ; DE ROSA, 1978 ; DRBOGLAV et *al.*, 1970).

PARONETTO (1980) suggère également que les acides dioxyfumarique et dioxymalique, provenant de la transformation partielle de l'acide tartrique sous l'effet de la chaleur, pourraient contribuer à l'inactivation de la microflore. On ne peut cependant qu'émettre des hypothèses sur les phénomènes complexes qui se produisent dans un tel procédé ; celles-ci doivent naturellement être contrôlées et confirmées par des données expérimentales plus approfondies.

Au cours de ce travail, nous rendrons compte des résultats obtenus au cours d'essais de préparation de vins mousseux avec et sans *lyse thermique.*

MATERIEL ET METHODES

Les essais ont été réalisés en cuve close de 55 hl de capacité dans une cave de Valdobbiadene ; le vin utilisé est un Prosecco dont les caractéristiques sont données dans le tableau II.

TABLEAU II

Caractères analytiques du vin de base Prosecco

Degré alcoolique (°GL)	10,07	So_2 total (mg/l)	88
Sucres réducteurs (g/l)	0,92	Azote total (mg/l)	210
pH	3,10	Azote aminé (mg/l)	40
Acidité totale (g H_2SO_4/l)	4,63	Glycérol (g/l)	5,60
Acidité volatile (g H_2SO_4/l)	0,27	Propanol-1 (mg/l)	30
Acide tartrique (g/l)	2,30	Méthyl-2-propanol-1 (mg/l)	73
Acide malique (g/l)	1,93	Méthyl-2-butanol-1 (mg/l)	38
Acide lactique (g/l)	2,20	Méthyl-3-butanol-1 (mg/l)	164
Extrait sec réduit (g/l)	20,95	Méthanol (mg/l)	92
Cendres (g/l)	1,68	Acétate d'éthyle (mg/l)	36
Alcalinité des cendres (méq/l)	20,0		

Les conditions sont les suivantes :

a) Prise de mousse en cuve close selon la méthode Charmat, (vin mousseux témoin) ;

b) Prise de mousse en cuve close suivie du traitement thermique à 42 °C pendant 3 heures ;

c) Prise de mousse en cuve close, suivie du traitement thermique à 42 °C pendant 72 heures.

Le vin, placé dans les cuves closes, est porté à la température de 18-20 °C ; puis reçoit une addition de saccharose et de levures sélectionnées. La refermentation s'effectue à la même température. Un mois après, la pression des cuves atteint environ 6,5 atm.

Après refermentation, les vins des essais b et c sont soumis aux traitements thermiques correspondants.

Avant la mise en bouteilles, chaque vin est soumis aux traitements suivants : refroidissement à 8-10 °C, collage, centrifugation, réfrigération à — 4 °C pendant 20 jours suivie enfin d'une filtration stérilisante.

Les vins mousseux ainsi obtenus sont analysés 2 mois après leur mise en bouteilles. Parmi les analyses les plus caractéristiques on s'est plus particulièrement intéressé à l'isolation des fractions azotées — protéines et peptides — jusqu'alors peu étudiées mais qui cependant ont une grande importance vis-à-vis de la qualité de vins mousseux, en particulier vis-à-vis de la limpidité et des caractères organoleptiques (BIDAN, 1975).

Les méthodes d'analyses sont celles utilisées et indiquées dans un travail précédent (COLAGRANDE et *al.*, 1977).

Le fractionnement des substances d'un poids moléculaire inférieur à 5000 (peptides et acides aminés), des polypeptides et des protéines de poids moléculaire élevé (supérieur à 5000), est réalisé par chromatographie sur gel de dextrane réticulé (Séphadex G-10 et G-25) selon une technique précédemment publiée (FEUILLAT, 1974) et modifiée par notre laboratoire (figure 1).

Cette chromatographie est conduite en enceinte réfrigérée à + 4 °C, dans les conditions suivantes :

— Colonnes Pharmacia 2,6 × 50 cm

— Eluant : Mélange de tampon acétate pH 6 et de NaCl 0,1 M vol/vol

— Volume d'échantillon injecté : 10 ml

— Débit de l'éluant : 42 ml par heure pour le G-10, 38 ml par heure pour le G-25

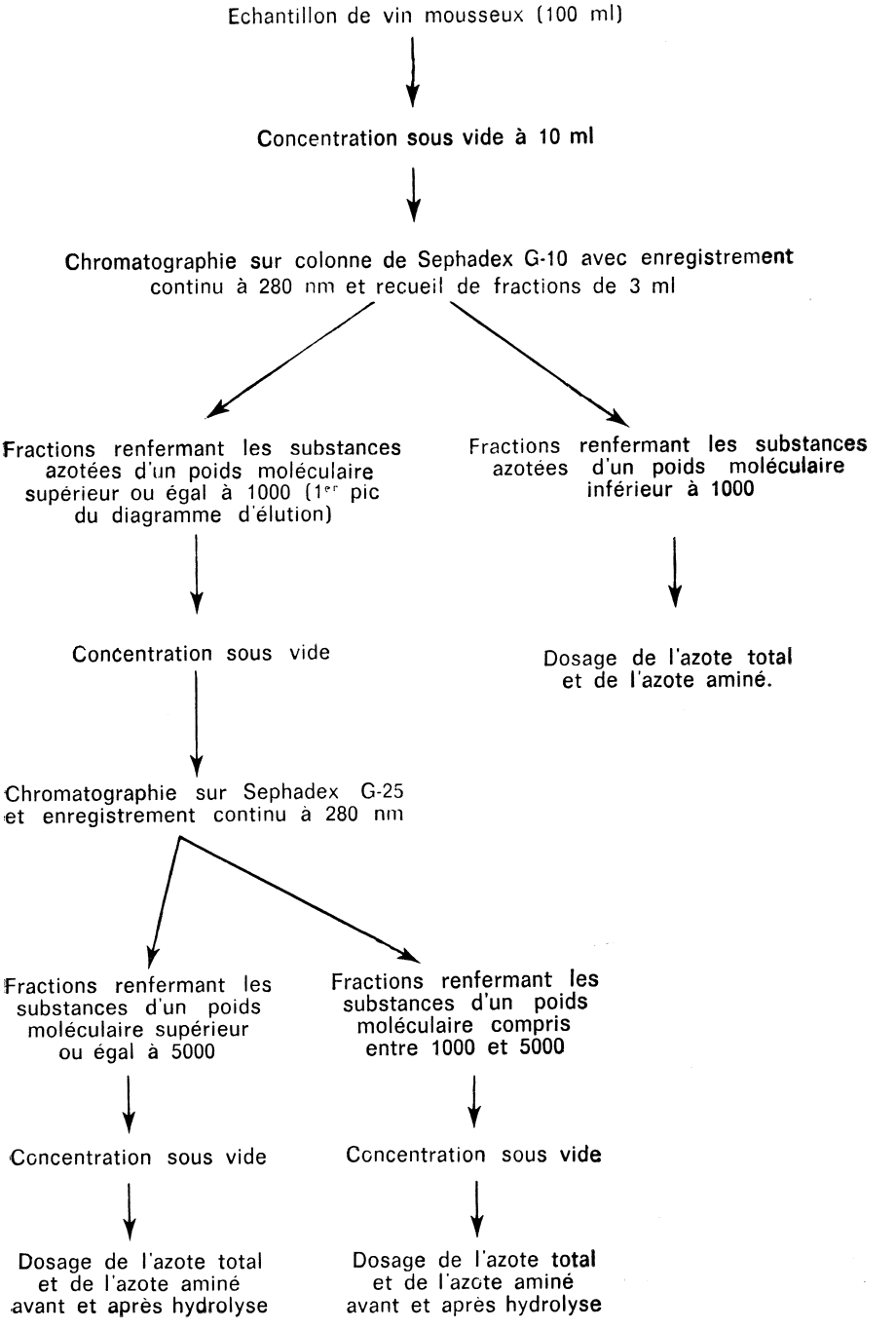


Fig. 1. — Schéma général du fractionnement des composés azotés.

— Volume total des colonnes : 185 ml pour le G-10 et 180 ml pour le G-25

— Volumes d'exclusion : 66 ml pour le G-10 et 57 ml pour le G-25

— Enregistrement et mesure le l'absorbance à 280 nm.

L'azote total est dosé par la méthode Kjeldahl, l'azote aminé par la réaction à la ninhydrine suivie de la mesure de l'absorbance à 570 nm (ROSEN, 1957).

La présence des peptides et protéines dans les fractions isolées sur G-25 est vérifiée par dosage de l'azote aminé après hydrolyse acide en présence d'acide chlorhydrique 6N à 100 °C pendant 48 heures.

RESULTATS ET DISCUSSION

I. — CARACTERES GENERAUX DES VINS MOUSSEUX

Les résultats du tableau III montrent que les trois vins mousseux étudiés ont des compositions très voisines ; les teneurs en azote total et aminé ne présentent que de faibles différences.

II. — FRACTIONS AZOTES ISOLEES PAR CHROMATOGRAPHIE

1) Chromatographie sur Sephadex G-10

Les diagrammes d'élution de la figure 2 permettent d'observer la présence de 7 fractions dans les cas du vin mousseux témoin et de celui soumis à la lyse thermique de 3 heures. Ces fractions sont au nombre de 8 dans le cas du vin ayant subi une lyse thermique de 72 heures.

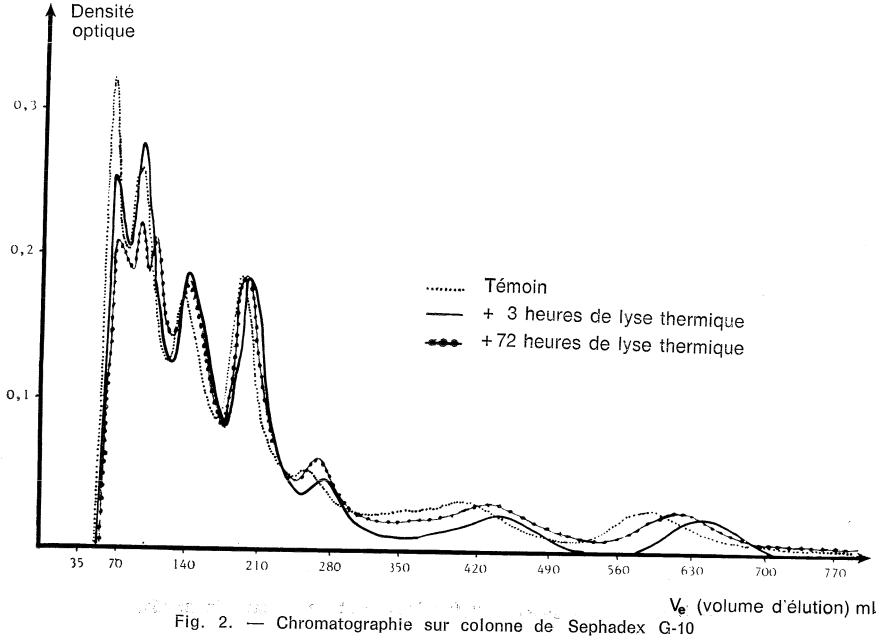


Fig. 2. — Chromatographie sur colonne de Sephadex G-10

L'azote est présent dans les trois premières fractions pour le mousseux témoin et le mousseux obtenu par lyse thermique de 3 heures ; dans le vin soumis à la lyse thermique pendant 72 heures l'azote est présent dans les quatre premières fractions. Les fractions restantes dont nous ne parlerons pas, contiennent d'autres substances : polyphénols, polymères de nature glucidique à faible poids moléculaire (FEUILLAT, 1974 ; USSEGLIO-TOMASSET, 1977).

TABLEAU III

Caractères analytiques des vins mousseux

	témoin	+ 3 h de lyse thermique	+ 72 h de lyse thermique
Degré alcoolique (°GL)	12,08	12,09	12,08
Sucres réducteurs (g/l)	3,92	4,29	4,80
pH	3,12	3,11	3,10
Acidité totale (g H_2SO_4 par l)	4,33	4,42	4,39
Acidité volatile (g H_2SO_4 par l)	0,32	0,28	0,31
Acide tartrique (g/l)	1,97	2,11	2,12
Acide malique (g/l)	1,41	1,43	1,80
Acide lactique (g/l)	1,94	2,17	2,11
Extrait sec réduit (g/l)	20,43	20,41	20,48
Cendres (g/l)	1,43	1,54	1,52
Alcalinité des cendres (méq/l)	18,5	19,5	19,5
SO_2 libre (mg/l)	4	7	4
SO_2 total (mg/l)	106	108	105
Azote total (mg/l)	199	201	213
Azote aminé (mg/l)	25	29	30
Glycérol (g/l)	6,00	5,69	6,09
Propanol-1 (mg/l)	37	30	23
Méthyl-2-propanol-1 (mg/l)	77	65	71
Méthyl-2-butanol-1 (mg/l)	41	35	39
Méthyl-3-butanol-1 (mg/l)	172	156	173
Méthanol (mg/l)	120	96	60
Acétate d'éthyle (mg/l)	35	35	32

Le premier pic de chacun des trois diagrammes (fig. 2) a un volume d'élution égal au volume vide de la colonne ; cette fraction contient des substances d'un poids moléculaire supérieur à 1000.

En comparant les diagrammes d'élution des trois vins mousseux, on observe une diminution de l'absorbance à 280 nm du premier pic dans les vins ayant subi la lyse thermique. Ceci correspond à une diminution de la teneur en substances de poids moléculaire supérieur à 1000 (peptides et protéines) ; les second, troisième et quatrième pics (chez les vins mousseux obtenus avec traitement thermique de 72 heures) sont ceux des fractions renfermant des substances azotées de poids moléculaire inférieur à 1000 (petits peptides et aminoacides).

Comme le montre le tableau IV, la somme des teneurs en azote des fractions 2, 3 et 4 représente respectivement 76 p. 100 (vin mousseux témoin), 80 p. 100 (vin mousseux avec lyse thermique de 3 heures) et 88 p. 100 (vin mousseux avec lyse thermique de 72 heures) de l'azote total de chaque vin mousseux étudié.

TABLEAU IV

Teneurs en azote total et en azote aminé des différentes fractions d'éluat séparées sur Sephadex G-10

	témoin		+ 3 heures de lyse thermique		+ 72 heures de lyse thermique	
	(mg/l)	(%)	(mg/l)	(%)	(mg/l)	(%)
Azote total						
Vins mousseux	199		201		213	
Fraction 2 (petits peptides * et aminoacides)	141	71	147	73	169	79
Fraction 3 (aminoacides)	10	5	15	7	14	7
Fraction 4 (aminoacides)	—		—		5	2
Fractions 2 + 3 + 4	151	76	162	80	188	88
Azote aminé						
Vin mousseux	25		29		30	
Fraction 2	23	92	27	93	27	90
Fraction 3	1	4	1	3	2	6,5
Fraction 4	—	—	—	—	1	3,5
Fractions 2 + 3 + 4	24	96	28	96	30	100

* Les petits peptides sont ceux (di-, tripeptides, etc...) d'un poids moléculaire inférieur à 1000.

Les pourcentages sont calculés par rapport à l'azote total et à l'azote aminé de chaque vin mousseux.

Par rapport au vin mousseux témoin, on note une augmentation de 4 p. 100 de la teneur en azote dans le cas de lyse thermique de 3 heures et de 12 p. 100 dans celui de lyse thermique de 72 heures.

L'azote aminé suit la même évolution : augmentation de 17 p. 100 et 25 p. 100 respectivement pour les échantillons avec lyse thermique de 3 et 72 heures. Ces variations, bien visibles, sont reportées dans les histogrammes de la figure 3.

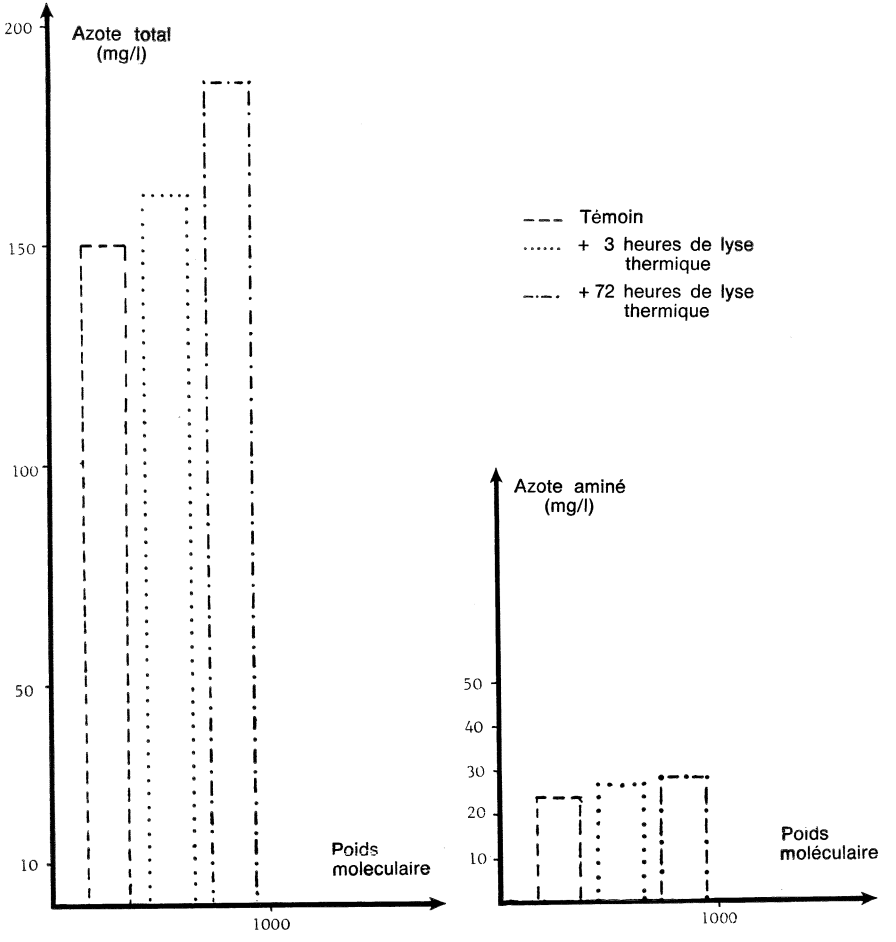


Fig. 3. — Somme des teneurs en azote total et aminé (mg/l) dans les différentes fractions séparées par chromatographie sur Sephadex G-10. (Les histogrammes représentent la teneur en azote des pics ayant le même volume d'élution).

2) **Chromatographie sur Sephadex G-25**

La première fraction recueillie après le passage sur G-10 et renfermant des substances d'un poids moléculaire supérieur à 1000 a été ensuite

fractionnée sur Sephadex G-25 dans le but de séparer les peptides (poids moléculaire compris entre 1000 et 5000) des polypeptides et des protéines (poids moléculaire supérieur ou égal à 5000).

Les diagrammes de la figure 4 montrent la présence de deux fractions dans le cas du vin mousseux témoin et de celui obtenu en 3 heures de lyse thermique ; pour le mousseux de lyse thermique de 72 heures le nombre de fractions est de trois.

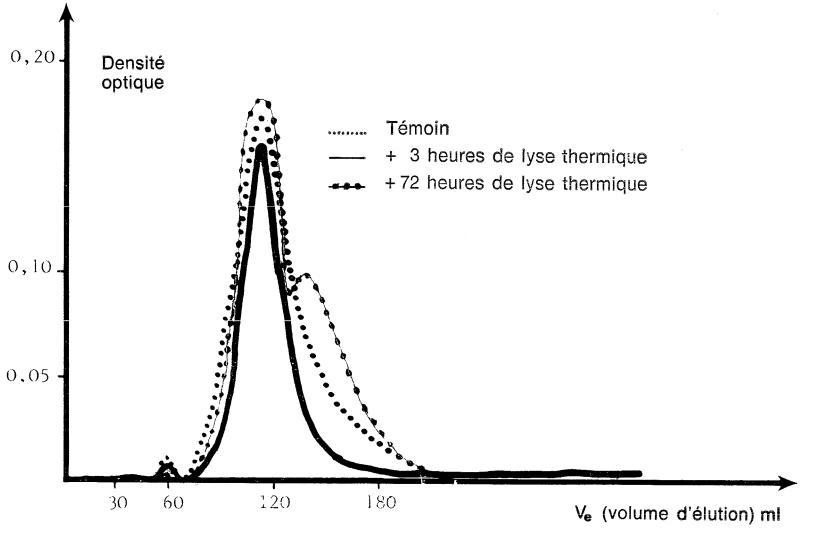


Fig. 4. — Chromatographie sur colonne de Sephadex G-25

La première fraction contient des substances d'un poids moléculaire supérieur à 5000 ; dans les seconde et troisième fractions (vin mousseux avec lyse thermique de 72 heures) nous trouvons des composés d'un poids moléculaire compris entre 1000 et 5000.

Les teneurs en azote des fractions 1, 2 et 3 représentent respectivement 20 p. 100 (témoin), 14 p. 100 (lyse thermique de 3 heures) et 11 p. 100 (lyse thermique de 72 heures) de l'azote total de chaque vin mousseux étudié (tableau V et figure 5).

Les résultats relatifs à l'azote de ce dernier tableau montrent que les polypeptides et les protéines (fraction 1) diminuent de 3 et de 4 p. 100 dans le vin mousseux avec lyse thermique de 3 et de 72 heures par rapport au vin témoin. On note également que les peptides (fractions 2 et 3) (poids moléculaire entre 1000 et 5000) diminuent par rapport au témoin, de 3 et de 5 p. 100 dans les mousseux avec lyse thermique de 3 et 72 heures.

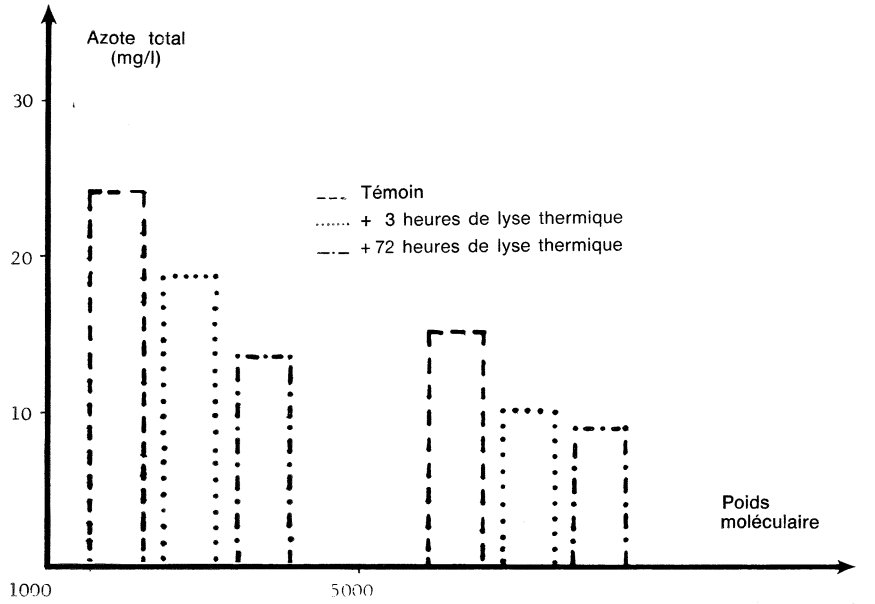


Fig. 5. — Teneurs en azote total (mg/l) dans les différentes fractions séparées par chromatographie sur Sephadex G-25. (Les histogrammes représentent la teneur en azote des pics ayant le même volume d'élution).

TABLEAU V

Teneurs en azote total et en azote aminé des différentes fractions d'éluat séparées sur Sephadex G-25

	témoin		+ 3 heures de lyse thermique		+ 72 heures de lyse thermique	
	mg/l	%	mg/l	%	mg/l	%
Azote total						
Vin mousseux	199		201		213	
Fraction 1 (polypeptides et protéines)	15	8	10	5	9	4
Fraction 2	24	12	19	9	8	4
Fraction 3	—	—	—	—	6	3
Fraction 1 + 2 + 3	39	20	29	14	23	11
Azote aminé après et (avant) hydrolyse						
Fraction 1	15 (3)	7 (2)	10 (2)	5 (1)	8 (2)	4 (1)
Fraction 2	23 (6)	12 (3)	16 (5)	8 (2)	7 (3)	3 (1)
Fraction 3	—	—	—	—	5 (2)	2 (1)
Fraction 1 + 2 + 3	38 (9)	19 (5)	26 (7)	13 (3)	20 (7)	9 (3)

Les pourcentages sont calculés par rapport à l'azote total de chaque vin mousseux. Entre parenthèses est donné l'azote aminé avant hydrolyse et son pourcentage par rapport à l'azote total.

CONCLUSIONS

Les résultats obtenus au cours de ce travail montrent que le traitement thermique appliqué, immédiatement après la prise de mousse, à un vin mousseux, à température modérée (35-45 °C) et en présence de levures, entraîne une augmentation de 4 à 12 p. 100 des fractions azotées de poids moléculaire inférieur à 1000 (petits peptides et aminoacides). Simultanément on a une diminution (de 6 à 9 p. 100) des composants azotés de poids moléculaire plus élevé (peptides et protéines). L'intensité de ces phénomènes varie selon la durée du traitement thermique ; ces résultats sont certainement en relation avec des phénomènes d'excrétion des cellules de levures décomposées par la chaleur soit avec des modifications thermiques de la structure des macromolécules ; à notre avis, ces phénomènes sont tout à fait différents de ceux qui se produisent dans la méthode champenoise à la suite du contact prolongé du vin mousseux avec les levures.

D'un point de vue technologique, l'augmentation de la teneur en azote soluble (petits peptides et aminoacides) peut se révéler positive dans l'amélioration de la stabilité et des caractères organoleptiques du produit fini.

Ces résultats doivent être confirmés par des analyses plus détaillées réalisées sur un nombre plus important d'échantillons et sur des vins différents.

Manuscrit reçu le 16 juin 1981, accepté pour publication le 7 septembre 1981.

RÉSUMÉ

Au cours de ce travail on a étudié, sur un vin mousseux élaboré en cuve close, l'influence d'un traitement thermique (chauffage à 42 °C) après la prise de mousse et en présence de levures.

Par chromatographie sur gel de dextrane réticulé on a isolé trois groupes de substances azotées. Le traitement thermique entraîne une augmentation des fractions azotées de poids moléculaire inférieur à 1 000 et une diminution des composés azotés de poids moléculaire plus élevé (peptides et protéines). Ce phénomène est en relation avec la durée du traitement thermique.

SUMMARY

A thermal treatment (heating to 42 °C) on a sparkling wine processed in a pressure tank, after second fermentation and in the presence of yeast was studied.

By chromatographie on a reticulated dextrane gel, three groups of nitrogenized substances were isolated. The thermal treatment trought about an increase in the nitrogen fraction of molecular weight less than 1 000 and a decrease in nitrogen compounds of greater molecular weight (peptides and proteins). This phenomenon is related to the length of the thermal threatment.

ZUSAMMENFASSUNG

Während dieser Arbeit, wurde bei einem Schaumwein (Tankgärung), der Einfluss einer Hitzebehandlung (42°C), nach der zweiten Gärung und in Präsenz der Hefen, untersucht.

Mit Hilfe der GelauslösChromatographie wurden drei Gruppen von Stickstoffsubstanzen isoliert. Die Hitzebehandlung hat zur Folge eine Erhöhung der Stickstoffraktionen deren Molekulargewicht niedriger als 1000 ist und eine Minderung der Stickstoffzusammensetzungen mit höheren Molekularpeaks (Peptide und Eiweisskörper). Dieses Phänomen steht im Zusammenhang mit der Dauer der Hitzebehandlung.

RESUMEN

En el transcurso de este trabajo se ha estudiado, en el vino espumoso elaborado en una cuva cerrada, la influencia de un tratamiento térmico (calentamiento a 42°C) despues de la toma de espuma y en presencia de levaduras.

En cromatografía sobre gel de dextrina cuadriculada se han aislado 3 grupos de substancias nitrogenadas. El tratamiento térmico provoca una aumentación de las fracciones nitrogenadas de peso molecular inferior a 1000 y una disminución de los compuestos nitrogenados de peso molecular mas grande (peptidos y proteinas). Este fenómeno esta en relación con la duración del tratamiento térmico.

RIASSUNTO

Tra le varianti tecnologiche utilizzate per la preparazione dei vini spumanti in grandi recipienti abbiamo studiato il trattamento termico (temperatura 42°C) dopo la presa di spuma, in presenza di lieviti.

Utilizzando la cromatografia su gel di destrano reticolato abbiamo isolato tre gruppi di sostanze azotate.

Il trattamento termico comporta un aumento delle frazioni azotate a peso molecolare inferiore a 1000 e una diminuzione delle componenti azotate a più alto peso molecolare (peptidi e proteine). Questi fenomeni sono in relazione alla durata del trattamento termico.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

AVAKJANC S., SACHAROVA F. et SERGUEEVA A., 1969. Influence du chauffage et du refroidissement du vin en présence de levures sur la structure de la propriété de la cellule de levure. *Prikl. Biokhim. Microbiol., 5,* 72-77.

BELOUSOVA I. et AVAKJANC S., 1971. Sur les techniques de traitement thermique des moûts de champagne. *Izvest. vyssh. uchebn. Zaved. Tekhnol., 2,* 100-102.

BIDAN P., 1975. *Les vins mousseux.* Série Synthèses bibliographiques, N° 7, C.D.I.U.P.A., Massy.

CARPENE A., 1944. La pastorizzazione del vino spumante in bottiglia. *Italia Vinic. Agr.*, **15**, 171-174.

COLAGRANDE O. et MAZZOLENI V., 1977. Etude des caractères analytiques des vins mousseux italiens. *Connaissance Vigne Vin*, **11**, N° 4, 325-337.

DE ROSA T., 1977. Aggiornamenti in argomenti di tecnica spumantistica. *Atti Giornata di studio sullo spumante italiano*, U.C.S.C., Piacenza.

DE ROSA T., 1978. *Tecnologia dei vini spumanti.* Ed. AEB, Brescia.

DRBOGLAV E., GLONINA N. et DUBINCHUK L., 1970. Etude de l'autolyse des levures à l'aide de molécules marquées. *Vinodel. Vinograd., 30*, 22-24.

FEUILLAT M., 1974. Contribution à l'étude des composées azotées du moût de raisin et du vin. *Thèse doctorat ès sciences*, Université de Dijon.

PARONETTO L., 1975. La lisi termica nella preparazione dei vini bianchi e degli spumanti. *4e Symposium International d'Œnologie*, Valence.

PARONETTO L., 1980. Tecnologie di preparazione dei vini frizzanti. *Atti XXXV Congresso Enotecnico Nazionale*, Emilia.

ROSEN H., 1957. A modified ninhydrin colorimetric analysis for amino acids. *Arch. Biochem. Biophys., 67*, 10-14.

USSEGLIO-TOMASSET L., 1977. I colloidi del mosto e del vino : origine, struttura, dimensioni molecolari, associazioni colloidali. *3e Corso Nazionale di aggiornamento per enotecnici*, Unione Ex-Allievi Scuola di Viticoltura e Enologia di Conegliano.