Connaissance de la Vigne et du Vin, 1978, **12**, N°2, 91-110.

UTILISATION PRATIQUE DES TRAITEMENTS THERMIQUES POUR LA STABILISATION MICROBIOLOGIQUE DES VINS DOUX

M. DEVÈZE et P. RIBÉREAU-GAYON

Institut d'Œnologie, Université de Bordeaux II
351, cours de la Libération, 33405 Talence (France)

INTRODUCTION

L'utilisation des traitements thermiques pour la stabilisation microbiologique des vins doux peut permettre une réduction des doses d'utilisation des antiseptiques. Leur parfaite efficacité suppose la double maîtrise de la stérilisation du vin par la chaleur et de sa conservation stérile.

Dans une précédente publication (DEVÈZE et RIBÉREAU-GAYON, 1977), nous avons effectué une étude théorique de la thermorésistance des levures dans le vin. La comparaison de ces résultats théoriques avec ceux obtenus lors du traitement de vins à l'échelle de la pratique a montré l'insuffisance des chauffages prévisibles. La première partie de ce travail est consacrée à l'interprétation de ces écarts entre résultats théoriques et résultats pratiques et à leurs conséquences pour la stérilisation des vins doux.

La deuxième partie décrit les méthodes de stérilisation des cuves et du matériel et les observations effectuées lors de la conservation de plusieurs milliers d'hectolitres de vin doux.

Enfin ces observations débouchent sur une proposition d'organisation du travail de chai jusqu'à la mise en bouteilles stérile dont les techniques sont aujourd'hui connues et tendent à se développer.

CONDITIONS DE LA STERILISATION DES VINS

La détermination au laboratoire des caractéristiques de la thermorésistance des levures les plus susceptibles d'être rencontrées dans le vin laissaient prévoir que des chauffages fournissant 0,5 unité de pasteurisation seraient suffisants pour stériliser des vins de 12° d'alcool.

Dans la pratique, pour les vins de composition voisine, après des traitements thermiques correspondant au même nombre d'unités de pasteurisation, on observe des concentrations importantes en levures vivantes (DEVÈZE et RIBÉREAU-GAYON, 1977).

Ces différences entre les résultats théoriques et les résultats obtenus à l'échelle de la pratique peuvent être dues à deux causes agissant conjointement :

1°) la présence dans les vins en fin de fermentation d'espèces ou de souches de levures plus résistantes que celles testées au laboratoire ;

2°) la perte d'efficacité due à la dispersion des temps de séjour dans le chambreur du pasteurisateur utilisé.

I. — **Présence de levures particulièrement thermorésistantes :**

A partir des prélèvements avant et après des chauffages à différentes températures, lors du traitement pratique de vins en fin de fermentation, nous avons isolé et identifié différentes souches de levures. Les résultats (Tableau I) montrent la plus grande thermorésistance de *Saccharomyces bailii*, de *Schizosaccharomyces pombe* et de *Schizosaccharomyces japonicus* par rapport à *Saccharomyces cerevisiae.*

TABLEAU I

Genre et espèce des souches isolées avant et après chauffage

Origine du prélèvement		Genre et espèces des souches isolées	
Vin n° 1	av. chauffage	5	*Saccharomyces cerevisiae*
	ap. chauf. 50° C	8	*Saccharomyces cerevisiae*
	ap. chauf. 55° C	2	*Saccharomyces bailii*
		1	*Schizosaccharomyces pombe*
Vin n° 2	ap. chauf. 57° C	4	*Saccharomyces bailii*
		10	*Schizosaccharomyces japonicus*

La thermorésistance d'une souche de chacune des espèces isolées dans les vins chauffés a été mesurée au laboratoire. Ces déterminations ont été réalisées dans les mêmes conditions et avec la même méthode qui avait servi aux premiers tests (DEVÈZE et RIBÉREAU-GAYON, 1977).

a) *Saccharomyces bailii :*

Les temps de réduction décimale ont été mesurés, à différentes températures, dans un vin sec de 12° d'alcool et de pH 3,50. Les valeurs de D, la valeur de z qui en est déduite ainsi que les valeurs des coefficients de corrélation correspondants sont donnés dans le tableau II.

A partir de la courbe de résistance thermique on peut calculer une valeur du temps de réduction décimale à 60 °C (température voisine de celle des traitements pratiques) de $7{,}07.10^{-3}$ minute. Cette souche est donc beaucoup plus résistante à la chaleur que la première souche de la même espèce que nous avions testée au laboratoire (DEVÈZE et RIBÉREAU-GAYON, 1977) avec un D_{60} de $9{,}20.10^{-4}$ mn ; elle est également plus résis-

tante que les autres espèces testées dans les mêmes conditions : D_{60} de 5,75.10^{-3} mn pour *Saccharomyces sp.* (SPLITTSTOESSER et *al.*, 1975) et D_{60} de 1,62.10^{-3} pour *Saccharomyces cerevisiae* (DEVÈZE et RIBÉREAU-GAYON, 1977).

b) *Schizosaccharomyces pombe :*

Une culture de 20 jours de la souche isolée a été chauffée à 45 °C. toujours dans le même vin sec de 12° d'alcool et de pH 3,50. La courbe de survie obtenue est une courbe biphasique analogue à celles que donnent des mélanges de deux populations de résistances thermiques différentes.

Les valeurs des temps de réduction décimale à cette température, correspondant aux deux parties de la courbe, sont de 6,45 mn et de

TABLEAU II

Thermorésistance d'une souche de *Saccharomyces bailii* isolée dans le vin n° 2 après chauffage à 57 °C

	D				
	42,5 ° C	44 ° C	45,5 ° C	47 ° C	z
Valeurs (D en mn; z en °C)	21,25	10,97	5,63	2,68	5,02
Coefficient de corrélation	— 0,998	— 0,995	— 0,970	— 0,980	— 1,000

90,2 mn. L'extrapolation de la deuxième partie de la courbe permet d'estimer à 0,91 p. 100 la fraction la plus résistante.

Cette fraction correspond probablement aux spores présentes dans la culture traitée. En effet l'examen microscopique de la suspension ayant servi à la détermination de la courbe de survie a montré la présence de quelques spores dans une proportion, estimée par comptage microscopique après coloration vitale des cellules, du même ordre que celle de la fraction la plus résistante.

Ces spores, avec un D_{45} de 90 mn, sont nettement plus thermorésistantes que toutes les cellules végétatives de toutes les espèces testées.

c) *Schizosaccharomyces japonicus :*

Après 2 à 3 jours de culture en milieu liquide les souches isolées montraient la présence d'amas constitués en très grande majorité d'ascospores.

Après dissociation de ces amas par action d'ultra-sons, la thermorésistance a été mesurée dans un vin sec de 12° d'alcool et de pH 3,50.

Les temps de réduction décimale de 54 °C sont compris entre 10 et 13,8 minutes. Une détermination plus précise n'a pas été possible car les spores présentaient une phase de latence très longue et ce d'autant plus qu'elles avaient été chauffées plus longtemps ; les numérations de cellules vivantes étaient par conséquent peu précises.

Cette espèce de levure est donc la plus thermorésistante de toutes celles testées dans les mêmes conditions. Cette grande thermorésistance est surtout due au fait que, contrairement à la grande majorité des autres espèces de levures, elle forme très rapidement des spores en milieu liquide.

Ces résultats montrent l'importance de certaines espèces de levures qui malgré leur présence en faible *(Saccharomyces bailii)* ou très faible *(Schizosaccharomyces)* proportion imposent à elles seules des chauffages plus intenses que ceux nécessaires pour détruire la totalité des autres souches.

La grande thermorésistance des *Schizosaccharomyces* n'est pas surprenante car on sait qu'elles ont des températures maximales de croissance supérieures à celle de la plupart des *Saccharomyces* et qu'il existe une corrélation entre la température maximale de croissance et la thermorésistance (VAN UDEN et *al.,* 1968). Leur présence dans les vins est cependont plus surprenante, surtout en ce qui concerne *Schizosaccharomyces japonicus,* qui n'a été signalée, à notre connaissance, que par VAN UDEN dans un vin blanc portugais (LODDER, 1970). Probablement leur très faible proportion les rend pratiquement indétectables par les méthodes classiques d'isolement.

II. — **Dispersion des temps de séjour dans les pasteurisateurs industriels.**

Lors du passage dans un pasteurisateur industriel, il se produit une dispersion des temps de séjour dans l'appareil. Certaines fractions élémentaires du liquide traité passent plus rapidement et d'autres moins vite, par rapport au temps de séjour moyen que l'on peut facilement calculer, en connaissant le débit et le volume de l'appareil. Il en résulte une perte d'efficacité, car le sur-traitement d'une partie du liquide ne compense pas le sous-traitement de l'autre partie.

Pour mettre en évidence la dispersion des temps de séjour, on peut faire fonctionner l'appareil avec de l'eau et introduire, à un moment donné, à son entrée un traceur, à une certaine concentration C_o ; ce traceur peut être un colorant, un sel ou un produit radioactif.

Dans le cas où il n'y a aucune dispersion des temps de séjour, après un temps égal ou temps de séjour moyen à partir du moment où l'on introduit le traceur dans l'appareil, on passe brutalement de la concentration O à la concentration C_o. Un tel écoulement est dit « tampon » ou « piston ».

En pratique, lorsqu'il y a dispersion, le traceur commence à sortir de l'appareil à une concentration inférieure à C_o avant le temps de séjour moyen. La concentration C_o n'est atteinte que pour un temps supérieur. L'enregistrement de la concentration en traceur à la sortie de l'appareil permet de caractériser cette dispersion et de calculer son influence sur la destruction des microorganismes (RAO et LONCIN, 1974 ; LONCIN, 1976).

Cette détermination n'a pas pu être effectuée sur le pasteurisateur utilisé car, pour les appareils de grand débit, elle est difficile et sujette à de nombreux artéfacts.

Cependant, pour évaluer l'influence de la dispersion sur la destruction des levures, plusieurs modèles théoriques de dispersion pouvant correspondre au cas du chambreur du pasteurisateur utilisé ont été considérés (DEVÈZE, 1977). Les résultats montrent que, pour obtenir un même effet de destruction, on doit fournir, par rapport au nombre nécessaire sans dispersion, 2 à 10 fois plus d'unités de pasteurisation, suivant le modèle théorique choisi.

De plus, dans les pasteurisateurs industriels comprenant un chambreur, celui-ci est prévu pour fournir une grande partie de l'efficacité du traitement. Dans le cas étudié, le chambreur fournit 90 p. 100 des unités de pasteurisation, les 10 p. 100 restant provenant des échangeurs à plaques d'entrée et de sortie. Mais, en raison de la configuration des plaques, qui provoque une forte turbulence du liquide traité, on peut supposer que la dispersion dans ces échangeurs est nulle. S'il en est réellement ainsi, les 10 p. 100 d'UP doivent avoir autant d'influence que les 90 p. 100 du chambreur. L'intérêt d'un chambreur, qui présente une grande dispersion des temps de séjour, apparaît donc plus faible que l'on pouvait le prévoir.

III. — **Conséquences pratiques :**

La présence dans les vins en fin de fermentation d'espèces de levures particulièrement thermorésistantes et la dispersion des temps de séjour dans les pasteurisateurs industriels permettent d'expliquer que les chauffages prévus ne sont pas suffisants pour stériliser les vins. Les essais à l'échelle de la pratique ont montré qu'il faut pour cela fournir 0,5 UP pour des vins de 12° d'alcool.

A partir de cette valeur nous avons calculé le nombre d'unités de pasteurisation nécessaire pour des vins de degrés et de teneurs en sucres différents. Ces calculs ont été faits en considérant :

1°) une variation logarithmique du temps de réduction décimale (D) en fonction du degré alcoolique ; une multiplication par 10 est obtenue pour une diminution du degré alcoolique de 6 (DEVÈZE, 1977) ;

2°) une variation de D en fonction de la teneur en sucres conforme à celle constatée lors de l'étude de l'influence de ce facteur (DEVÈZE et RIBÉREAU-GAYON, 1977).

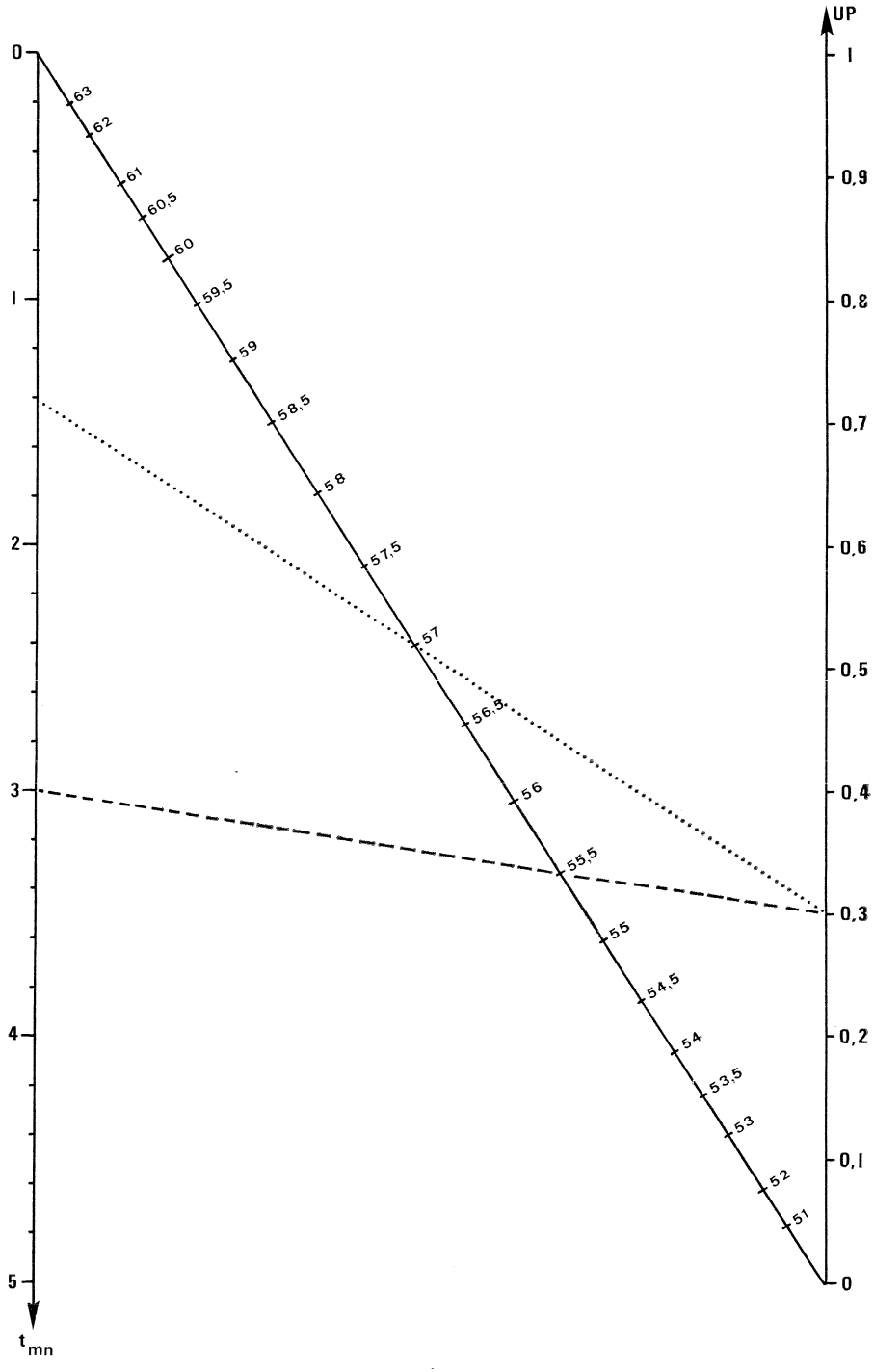


Fig. 1. — Abaque donnant le nombre d'unités de pasteurisation fourni par un chauffage à température constante, en fonction du temps et de la température de chauffage.

Les nombres d'unités de pasteurisation obtenus sont donnés dans le tableau III. Chacun d'eux correspond à différents couples de temps et de température de chauffage qui peuvent être déterminés par les méthodes de calcul précédemment exposées (DEVÈZE et RIBÉREAU-GAYON, 1977).

Pour faciliter ce calcul une abaque (fig. 1), adaptée au cas du vin, a été construite sur le modèle de celles utilisées en brasserie ; elle permet directement de déterminer la température de chauffage nécessaire, en fonction du temps (généralement fixé par les caractéristiques de débit du pasteurisateur), pour obtenir un nombre donné d'unités de pasteurisation. Il suffit pour cela de tracer une droite entre le nombre d'UP et l'un des deux facteurs (temps ou température) pour trouver le troisième.

A titre d'exemple, la figure 1 montre que 0,3 UP peut être obtenue avec un chauffage de 3 minutes à 55,5 °C ou de 1,4 mn à 57 °C. Conformément aux lois de la thermorésistance, cette abaque reste valable en dehors de cette échelle des températures ; chaque fois que la température augmente de 4,5 °C on doit diviser l'échelle des temps par 10, ou multiplier l'échelle des UP par 10. Par exemple on peut obtenir 0,3 UP par un chauffage de 0,3 minute (3/10) à 60 °C (55,5 + 4,5) ou de 0,14 mn (1,4/10) à 61 °C (57 + 4,5).

Enfin, les levures présentant une thermorésistance plus faible en présence d'anhydride sulfureux (DEVÈZE, 1977), qui reste nécessaire à dose faible pour protéger les vins de l'oxydation, il est préférable d'effectuer l'addition de SO_2 juste avant la pasteurisation pour renforcer son efficacité.

CONDITIONS DE LA STERILISATION DU MATERIEL

I. — **Stérilisation du matériel :**

a) *Stérilisation des cuves :*

— par la vapeur d'eau :

On peut utiliser la chaleur de la vapeur d'eau, à une température voisine de 110 °C, produite par une chaudière basse-pression. Pour des installations importantes il est préférable d'employer une chaudière haute-pression ; le transport de la vapeur se fait à haute-pression jusqu'au lieu d'utilisation où elle est détendue ; on évite ainsi la condensation de la vapeur dans les conduits.

Pour stériliser une cuve, on fait arriver la vapeur d'eau par la vanne supérieure de la cuve. La vanne inférieure reste entrouverte pour permettre l'évacuation des eaux de condensation. Si la cuve comporte des robinets supplémentaires, on les laisse également entrouverts pendant la stérilisation pour que la vapeur les traverse et les stérilise ; on les fermera juste avant la fin de la stérilisation.

Pour contrôler la stérilisation, surtout pour les cuves de grande capacité, il est recommandé de mesurer la température de l'eau de condensation et de maintenir l'arrivée de vapeur pendant au moins 20 minutes à partir du moment où cette température atteint 90-95 °C. D'après NERADT (1972), il faut environ 140 kg de vapeur pour une cuve de 100 hl, 240 kg pour une cuve de 200 hl et 330 kg pour une cuve de 300 hl. Ces chiffres nous paraissent surestimés, car nous avons obtenu de bons résultats en moins d'une heure, pour des cuves de 550 hl, à l'aide d'une chaudière produisant 320 kg de vapeur à l'heure.

A la fin de la stérilisation, la cuve est remplie de vapeur d'eau ; au cours du refroidissement, cette vapeur se condense en créant une dépression qui doit être compensée par une entrée d'air. En effet, les cuves ne sont pas prévues pour résister à une dépression et seraient déformées. Pour obtenir une stérilité totale, il faut que l'air compensant la dépression soit lui-même stérile ; le meilleur moyen est de le stériliser par passage à travers un filtre.

Le filtre est branché sur une vanne de la cuve, maintenue ouverte pendant l'arrivée de vapeur, afin d'obtenir, à contresens, la stérilisation du filtre. Quand on estime que la stérilisation de la cuve est terminée, on relie ce filtre à une source d'air comprimé. On ferme alors progressivement l'arrivée de vapeur, tout en maintenant la cuve en légère surpression, grâce à l'introduction d'air stérile, jusqu'à son complet refroidissement. On est ainsi assuré de maintenir la stérilité complète de la cuve.

Il est théoriquement possible de filtrer directement l'air ambiant sans l'intervention d'un compresseur ; cependant la différence de pression est

TABLEAU III

Nombre d'unités de pasteurisation à fournir pour stériliser des vins de compositions différentes

		Teneur en sucres (g/l)		
		0	50	100
Degré alcoolique	10 ° G.L.	1,08 UP	1,74 UP	2,83 UP
	11 ° G.L.	0,73 UP	1,19 UP	1,93 UP
	12 ° G.L.	0,50 UP	0,81 UP	1,31 UP
	13 ° G.L.	0,34 UP	0,55 UP	0,90 UP
	14 ° G.L.	0, 23 UP	0,38 UP	0,61 UP

faible, au maximum égale à la dépression que peut supporter la cuve, par conséquent les surfaces de filtration devraient être trop importantes. On peut utiliser un compresseur à air, une réserve d'air ou un ventilateur de grand débit.

Le compresseur à air doit comporter lui-même un filtre destiné à retenir les vapeurs d'huile qui risqueraient de communiquer à la cuve, et donc au vin, des goûts étrangers. D'après NERADT (1972) le compresseur doit avoir un débit horaire égal à 2 à 3 fois le volume de la cuve ; la surface filtrante, pour une pression différentielle de 1 kg/cm², doit être de 0,5 m² pour 140 m³/ de 1,1 m² pour 200 m³/h. De tels compresseurs sont relativement onéreux et la solution la plus économique semble être un ventilateur de grand débit.

— par un désinfectant chimique :

Il est possible de stériliser le matériel par l'intermédiaire d'un désinfectant chimique. La réglementation et une liste des produits utilisables en œnologie ont été données par SUDRAUD (1971). Une comparaison de l'efficacité de plusieurs désinfectants a été publiée par EDELENYI et SARKANI (1971). Nous avons, pour notre part, employé un désinfectant à base d'iodophore (Tankspra, DIVERSEY) dont l'efficacité a été démontrée par BLOUIN (1971). Un bon résultat a été obtenu par ailleurs avec du formol gazeux par PEYNAUD et *al.* (1972).

La stérilisation par un désinfectant chimique est parfaitement efficace dans les endroits que le produit atteint. On doit donc, à l'aide d'un dispositif spécial, pulvériser le produit sur toutes les parois de la cuve et s'attacher à la faire passer à travers tous les robinets. Une méthode consiste à nébuliser le produit dans la cuve en la maintenant en légère surpression : le brouillard produit peut ainsi s'échapper avec force à travers tous les orifices de la cuve.

Il faut ensuite rincer la cuve pour éliminer toute trace de désinfectant. Il est préférable, pour éviter une recontamination, de rincer avec une eau filtrée sur plaques stériles ou une eau chaude.

Le rinçage peut être effectué par l'eau de condensation de la vapeur d'eau, ce qui suppose l'envoi de vapeur, mais pendant un temps très bref pour éviter de détériorer la cuve.

— discussion :

La stérilisation par la vapeur paraît donc plus efficace que la stérilisation chimique, car elle permet une action même sur les endroits qu'elle ne peut pas atteindre directement, dans la mesure où ils sont chauffés grâce à la conduction de la chaleur par les parois de la cuve. Elle n'est cependant possible que pour des cuves résistant aux températures atteintes : cuves en acier inoxydable et certaines cuves en acier revêtu ou en polyester. Dans un cas comme dans l'autre il est nécessaire de stériliser une cuve déjà propre.

Néanmoins, surtout pour la stérilisation chimique, il semble très difficile, et même impossible, de stériliser les robinets à boisseau et les

niveaux. Dans la mesure du possible, les niveaux devront être condamnés et les robinets remplacés par des modèles à nettoyage plus facile.

Dans le cas de cuves équipées pour la conservation sous gaz inerte, il est recommandé de placer un filtre du type Millipore sur la canalisation de gaz arrivant à la cuve.

Rappelons que la stérilisation complète des récipients en bois est impossible à cause de la porosité de ce matériau. Ce mode de conservation devra être réservé à des vins doux ayant par eux mêmes une bonne stabilité biologique. Il reste cependant bien entendu que l'élimination, même partielle, des microorganismes du vin et des récipients est un facteur de cette stabilité.

b) *Stérilisation des conduits :*

Les conduits, entièrement montés, seront stérilisés par circulation de vapeur ou d'un désinfectant chimique en solution. Cette dernière méthode est là encore la moins efficace. HOOD et RANKINE (1977) ont mis en évidence des foyers de contamination, après désinfection chimique, dans des tuyaux de caoutchouc usagés et même dans des conduits en acier inoxydable.

On ne peut cependant pas envisager de stériliser par la vapeur les tuyaux couramment employés dans les chais ; en effet, même s'ils résistent à quelques stérilisations, ils vieillissent rapidement et cèdent aux endroits soumis à une contrainte. Il existe des tuyaux en caoutchouc alimentaire spécialement prévus pour cet usage ; ils sont plus chers à l'achat, mais sont beaucoup plus résistants que les tuyaux normaux. Egalement, les joints de cuir ou de caoutchouc traditionnels ne peuvent pas être utilisés ; ils ne résistent même pas à une seule stérilisation. Il faut s'équiper de joints adéquats,du type brasserie.

Lors d'un traitement stérilisant, on doit monter la canalisation de la sortie de l'appareil jusqu'à la cuve stérile. L'extrémité du tuyau est fixée sur la vanne de la cuve par l'intermédiaire d'un T. La troisième branche de ce T est munie d'un robinet ; ce robinet reste ouvert pendant la stérilisation de la canalisation et de l'appareil pour permettre la circulation de vapeur. Il est fermé à la fin de la stérilisation. Le conduit, ainsi que l'extérieur de la vanne de la cuve sont donc parfaitement stérilisés. On peut utiliser ce dispositif de la même façon avant de vider une partie d'une cuve sans la contaminer.

II. — **Observations effectuées lors de la conservation de vins stériles au niveau de la pratique :**

a) *Nécessité d'une stérilisation totale :*

Nous avons cherché à savoir si la stérilisation totale des cuves est pratiquement indispensable ou si la présence de quelques levures vivantes peut être tolérée.

Une expérimentation a été conduite sur 3 cuves de 500 hl remplies de vins doux de compositions voisines. Les deux premières ont été stérilisées par la vapeur ; dans l'une d'elles l'air destiné à compenser la dépression n'a pas été stérilisé, dans l'autre on a essayé d'obtenir une stérilité totale en faisant passer l'air à travers un filtre de coton stérile. La troisième cuve a été stérilisé chimiquement par un iodophore et rincée à l'eau.

Ces trois cuves ont été remplies d'un vin stérilisé par pasteurisation. A différentes dates, le nombre de levures vivantes a été contrôlé dans chaque cas. Les résultats de ces contrôles microbiologiques sont donnés dans le tableau IV.

TABLEAU IV

Efficacité de différents modes de stérilisation des cuves sur la présence de levures dans le vin lui-même stérilisé par pasteurisation

Mode de stérilisation de la cuve	Nombre de levures vivantes par ml, le :			
	10/12	17/12	8/1	11/3
Cuve stérilisée par la vapeur avec un filtre à air	< 1	< 1	< 1	< 1
Cuve stérilisée à la vapeur sans filtre à air	500	100	< 1	1
Cuve stérilisée chimiquement	6	4	< 1	< 1

La seule cuve, dans laquelle il n'a jamais été trouvé de levures vivantes, est celle stérilisée à la vapeur et protégée de la contamination par filtration de l'air. On a pu constater pour les deux autres cuves la présence de levures vivantes qui, cependant, ne se sont pas multipliées au cours de la période suivie ; les résultats obtenus par ailleurs laissent supposer que l'on aurait constaté des développements si les observations avaient été conduites pendant les mois d'été. La diminution du nombre de levures vivantes est certainement due à leur sédimentation dans les parties basses de la cuve.

D'autres observations ont été faites sur cette question. Dans une même cave, les populations de levures vivantes ont été suivies au cours du temps pour un grand nombre de cuves de matériaux différents, remplies après stérilisation par des vins pasteurisés. Cette stérilisation avait été effectuée, suivant le type de cuve, par un iodophore ou par la vapeur, mais sans filtre à air. Les vins avaient des taux de SO_2 libre très faibles, de l'ordre de 15 à 25 mg par litre, en raison de leur très grand pouvoir de combinaison. Pour la plupart, ces vins n'auraient pas pu être conservés uniquement grâce aux doses d'anhydride sulfureux autorisées par la législation. Les résultats obtenus permettent les conclusions suivantes :

1°) Au cours de la période allant de la fin des vinifications jusqu'aux mois de mai et juin de l'année suivante, il n'a pas été observé de développements importants de levures : la majorité des vins n'en possédait apparemment pas, les autres restants avec des taux très faibles.

2°) A partir des mois de mai et juin, correspondant à un réchauffement général, de nombreux vins, dans lesquels on ne trouvait pas de levures vivantes au départ, ont montré des multiplications rapides de levures. Nous donnons quelques exemples de ces développements dans le tableau V. La multiplication est plus ou moins rapide suivant les vins ;

TABLEAU V

Résultats des contrôles microbiologiques au cours du temps sur différentes cuves contaminées

Cuve n°	Date de contrôle	Nombre de levures vivantes par ml
1	5/1	< 1
	4/2	< 1
	18/4	100
	9/5	1700
	16/5	880
	26/5	600
	1/6	1540
2	11/3	< 1
	18/4	< 1
	1/6	< 1
	23/6	70
	6/7	100
	20/7	200
3	16/5	< 1
	1/6	700
	14/6	25.000
4	16/5	< 1
	1/6	2
	23/6	123
	6/7	1800
	26/7	2400
5	17/6	< 1
	22/6	4
	6/7	1350
	26/7	5500
6	20/6	< 1
	22/6	< 1
	6/7	1500
	26/7	20.000
7	10/1	< 1
	4/2	< 1
	1/6	1440
	14/6	76.000
8	15/2	< 1
	9/5	13
	16/5	143
	26/5	170
	1/6	210
9	2/6	< 1
	10/6	1
	14/6	400
	6/7	1200
	20/7	9600
10	6/7	< 1
	12/7	< 1
	2/8	700
	9/8	1850
	17/8	3250
11	28/6	< 1
	4/8	450
	9/8	860
	17/8	690
12	6/7	< 1
	26/7	50
	2/8	300
	9/8	150
	17/8	200

portance de l'état de la paroi de la cuve ; les cuves du chai n° 1 étaient en effet de construction plus récente et en meilleur état que celles du chai n° 2.

ORGANISATION DU TRAVAIL DE CHAI

Avant d'être mis en bouteilles, les vins doivent être clarifiés et stabilisés vis-à-vis des précipitations tartriques et éventuellement contre les différentes casses possibles.

Dans un chai, toute manipulation d'un vin stérile entraîne pratiquement une contamination ; d'autre part, la multiplication des levures reste limitée en hiver ; enfin, sur le plan des qualités organoleptiques, il vaut mieux clarifier les vins rapidement. Pour ces différentes raisons, il est préférable de réaliser toutes ces opérations pendant l'hiver et le printemps suivant la récolte.

Le vin est d'abord muté par la chaleur lorsque l'équilibre alcool-sucre désiré est atteint. Dès ce stade, une dose de SO_2 libre minime, mais pas inférieure à 30 mg par litre, doit être maintenue pour éviter les oxydations ; la dose de SO_2 nécessaire est de préférence ajoutée juste avant pasteurisation, pour renforcer l'efficacité du traitement thermique.

La clarification doit être obtenue le plus rapidement possible en effectuant une filtration sur kielselgühr, éventuellement précédée d'une centrifugation. Cette opération est commandée par le pouvoir colmatant du vin. Le vin clarifié peut être stabilisé par un traitement au froid ; pendant toute la période de stabulation à basse température, on ne craint pas le développement de levures. On procède ensuite, de la même manière que pour un vin normal, à une filtration destinée à débarrasser le vin des cristeaux de sels tartriques. On vérifie, grâce aux tests classiques de tenue, que le vin ne renferme pas de protéines ou n'est pas susceptible d'être le siège d'une casse ferrique ou cuivrique. S'il est nécessaire, un traitement est effectué.

On dispose donc d'un vin limpide, mais certainement contaminé car tous les appareils utilisés (centrifugeuse, filtre à kieselgühr, ultraréfrigérant) sont conçus de telle façon que leur stérilisation est pratiquement impossible. Il faut donc procéder à une nouvelle stérilisation par pasteurisation, ou par filtration stérilisante si le passage sur ce type de support est possible. Pour les vins provenant de raisins pourris, la présence de divers polysaccharides rend, dans la plupart des cas, cette filtration trop onéreuse ; les équipements de vinification mal conçus jouent un rôle important dans les difficultés de clarification des vins de vendanges pourries (DUBOURDIEU et RIBÉREAU-GAYON, 1977).

Le vin stérile est mis dans une cuve elle-même stérile. La stérilisation de la cuve doit être aussi totale et aussi soignée que possible, car, comme nous l'avons vu, la présence d'un nombre très faible de

mais, en cette période de l'année, dès qu'une levure vivante apparaît dans les contrôles on est sûr que la population va augmenter dans les jours qui suivent.

3°) Les chiffres du tableau V montrent bien la nécessité d'une stérilisation très poussée dès le départ, pour une bonne conservation pendant les mois d'été. Ces développements de levures peuvent s'expliquer de deux façons : 1°) une population inférieure à 1 levure vivante par ml est encore trop importante et ne correspond pas à une stérilité suffisante ; 2°) la population est plus importante dans certaines parties de la cuve que dans l'échantillon prélevé pour le contrôle.

b) *Importance du matériau de la cuve et de son état :*

Parmi les cuves contrôlées, certaines étaient en acier inoxydable, d'autres en acier revêtu ou en ciment revêtu d'araldite. Nous avons constaté une plus grande proportion de contamination dans les cuves en ciment revêtu par rapport aux cuves en acier. Cette différence s'explique sans doute par leur plus grande difficulté de stérilisation. En effet, elles comportent notamment des robinets à boisseau et l'exament attentif de l'état du revêtement a montré, dans certaines cuves, la présence de craquelures et de crevasses dans l'araldite. Ces endroits ne sont pas atteints par le désinfectant et représentent des foyers de contamination.

TABLEAU VI

Résultats des contrôles microbiologiques sur des cuves en ciment dans deux chais différents

	Nombre de levures vivantes par ml, au mois de :	
	Mars	Juin
Chai n° 1		
Cuve 1	< 1	< 1
2	< 1	< 1
3	< 1	2
Chai n° 2		
Cuve 1	1	420
2	< 1	25

Un autre essai a été conduit dans deux chais voisins équipés de cuves en ciment affranchies à l'acide tartrique. Les cuves ont été stérilisées de la même façon par pulvérisation d'une solution de sels d'ammonium quaternaires, suivie d'une solution de SO_2. Le tableau VI donne les résultats des contrôles microbiologiques au cours de la conservation des vins pasteurisés dans les mêmes conditions. Le fait que les contaminations soient observées seulement dans l'un des chais, montre l'im-

levures peut contaminer très rapidement une cuve entière, lorsque les températures s'élèvent. On peut admettre qu'un vin est stérile lorsque 1 ml de ce vin, servant à ensemencer une boîte de Pétri, ne donne pas lieu à un développement de levures. Probablement la population est beaucoup plus faible, mais son taux exact difficile à contrôler ; en effet, ce contrôle suppose la filtration d'un volume de vin de l'ordre de 100 ml pour effectuer une concentration des microorganismes. Cette filtration, surtout dans le cas des vins liquoreux, est longue et même, avec certains vins, pratiquement impossible.

Bien entendu, lors de toutes ces manipulations, les vins subissent presque obligatoirement une aération qui entraîne une oxydation dans le cas où le vin ne contient pas une quantité suffisante de SO_2 libre. Dans la vinification traditionnelle des vins liquoreux, on conseille à juste titre de rajouter au mutage, en une seule fois, une dose de SO_2 capable de tuer rapidement toutes les levures, dans le but de ne pas augmenter le pouvoir de combinaison de ces vins. Dans la conservation stérile le problème est différent, car les vins ne contiennent pas de levures vivantes ; on peut donc, avant chaque manipulation des vins, rajouter de faibles doses de SO_2 destinées à éviter l'oxydation sans craindre une augmentation du pouvoir de combinaison. Une dose de SO_2 de 20 à 30 mg par litre, qui serait insuffisante pour éviter une refermentation, est dans ce cas suffisante pour une protection contre les oxydations.

Lors de la conservation traditionnelle des vins doux, on suit périodiquement la teneur en SO_2 libre ; on sait qu'une baisse anormale de cette teneur peut permettre un développement levurien. Il est indispensable de pouvoir en outre, dans la conservation stérile, effectuer le contrôle régulier de la présence de levures vivantes, surtout en été. On peut ainsi détecter très tôt une légère multiplication de levures et intervenir pour stériliser à nouveau le vin si le nombre de levures vivantes devient excessif et risque d'entraîner un départ en fermentation. Au cours de nos essais, nous n'avons pas observé de tels départs en refermentation même dans les exemples du tableau V. On peut cependant admettre qu'il faut intervenir dès que la population de levures croît de façon sensible et atteint un millier par ml.

Pour réaliser ces contrôles, on doit prélever stérilement des échantillons dans des bouteilles stériles. On peut utiliser pour cela un brûleur à gaz et s'en servir pour flamber le robinet avant, pendant et après le prélèvement, afin de maintenir une ambiance stérile. Cette opération doit être conduite très soigneusement car on risque, d'une part de contaminer l'échantillon et donc de fausser le résultat du contrôle, d'autre part de contaminer le vin qui se trouve dans la cuve.

Ces contrôles doivent devenir des contrôles de routine au même titre que l'est actuellement le dosage du SO_2 libre. L'équipement de laboratoire pour pouvoir les réaliser est indispensable. Dans la cave où ces

essais ont été conduits, on a pu ainsi éviter toute refermentation sur une production de plusieurs milliers d'hectolitres avec des doses de SO_2 libre faibles (de l'ordre de 20 mg par litre), car les taux de combinaison furent particulièrement importants en 1976.

Parmi ces vins, pour 17 cuves représentant 7120 hectolitres, nous avons déterminé les valeurs des CL 30, CL 50 et CL 80 qui représentent les doses de SO_2 combiné (en mg par litre), nécessaires pour obtenir respectivement 30, 50 ou 80 mg de SO_2 libre par litre (tableau VII). Ces doses de SO_2 libre correspondent aux quantités nécessaires pour : 1) une conservation stérile (30 mg par litre) ; 2) une conservation soignée et une mise en bouteilles stérile (50 mg par litre) ; 3) une conservation avec les méthodes traditionnelles (80 mg par litre). Nous avons également calculé l'économie en SO_2 total que l'on réalise avec une conservation stérile par rapport aux deux autres méthodes (tableau VII). Cette économie est en moyenne de 125 mg par litre dans le premier cas et de 60 mg par litre dans le deuxième.

TABLEAU VII

Valeurs des pouvoirs de combinaison du SO_2 sur différents vins, de la récolte 1976, conservés stérilement ; économie en SO_2 lors de la conservation avec 30 mg de SO_2 libre par litre au lieu de 50 et 80 mg SO_2 libre par litre.

Cuve n°	CL 30	CL 50	CL 80	Gain 50/30	Gain 80/30
1	262	315	360	73	148
2	220	260	290	60	120
3	226	264	293	58	117
4	296	340	380	64	134
5	226	260	288	54	112
6	226	256	276	50	100
7	250	288	324	58	124
8	170	200	224	50	104
9	344	388	424	64	130
10	292	340	384	68	142
11	280	324	359	64	129
12	304	356	400	72	146
13	326	372	415	66	139
14	360	410	460	70	150
15	294	318	338	44	94
16	260	295	326	55	116
17	182	208	225	46	93

CONCLUSION

Pour stériliser les vins doux par un traitement thermique, il faut tenir compte :

a) de la présence dans les vins en fin de fermentation d'espèces de levures *(Saccharomyces bailii, Schizosaccharomyces)* particulièrement thermorésistantes ; bien qu'en très faible proportion, elles imposent des chauffages plus importants que ceux nécessaires pour détruire la totalité des espèces principales ;

b) de la perte d'efficacité due à la dispersion des temps de séjour dans les pasteurisateurs industriels ; l'évaluation de son influence montre la nécessité d'en tenir compte dans la conception des pasteurisateurs industriels.

Cependant des chauffages à des températures relativement peu élevées (de l'ordre de 60°) sont suffisants. De nombreuses observations ont montré que, dans ces conditions, la pasteurisation n'a pas d'influence sur les caractères organoleptiques.

Pour permettre une réduction des doses d'anhydride sulfureux, la conservation des vins ainsi stérilisés doit elle-même être stérile. Les cuves et les matériels doivent être stérilisés de préférence à l'aide de vapeur d'eau, éventuellement en faisant appel à un désinfectant chimique. La meilleure efficacité est obtenue avec des cuves en acier ayant un équipement aussi simplifié que possible de façon à éviter les foyers de contaminations. Certains matériels encore utilisés dans les chais sont cependant mal conçus pour cet usage. Dans le choix de nouveaux équipements on doit tenir compte de ces impératifs.

La stérilité des vins doit être périodiquement contrôlée pour prévenir un départ en refermentation dans le cas de contamination. Ces contrôles montrent que, à partir de populations de levures vivantes très faibles, les développements restent limités en hiver mais peuvent devenir rapides en été, entraînant un risque de refermentation en l'absence d'une nouvelle stérilisation. La stérilisation du matériel doit être aussi soignée que possible de manière à éviter un trop grand nombre de traitements.

Les résultats obtenus lors de la mise en application de ces techniques permettent de proposer un schéma d'élaboration des vins doux comportant plusieurs étapes :

a) Stérilisation au mutage, quand l'équilibre alcool-sucres désiré est atteint, par un traitement thermique adapté, précédé d'une addition de SO_2 suffisante pour obtenir un taux de SO_2 libre de l'ordre de 30 mg par litre ; le vin stérilisé est mis dans une cuve elle-même stérile.

b) Clarification et stabilisation du vin pendant l'hiver et le printemps suivant la récolte, période pendant laquelle les risques de multiplication de levures sont limités. Après ces traitements, le vin est à nouveau stérilisé et mis en cuve rigoureusement stérile. Lors de ces manipulations, l'addition de faibles doses de SO_2 est effectuée pour maintenir le même taux de SO_2 libre, nécessaire pour prévenir les phénomènes d'oxydation.

Un contrôle microbiologique est effectué régulièrement pour vérifier la stérilité des vins et pour procéder à une nouvelle stérilisation si la population de levures vivantes augmente exagérément et atteint environ un millier par ml.

c) Mise en bouteilles stérile, soit par filtration, soit à chaud, en faisant appel à des techniques aujourd'hui classiques.

Sous la réserve de pouvoir mettre en œuvre les équipements appropriés, qui restent relativement onéreux, on peut ainsi obtenir des vins doux stables en bouteilles, avec les mêmes doses de SO_2 libre que celles utilisées pour les vins blancs secs ; on aboutit par conséquent à une économie appréciable en SO_2 total.

Manuscrit reçu le 26 avril 1978.

RESUMÉ

Les conditions de l'obtention de la stabilisation thermique des vins doux et de leur conservation stérile ont été décrites ; les résultats débouchent sur une proposition d'organisation du travail du chai, de la fin de la vinification jusqu'à la mise en bouteilles stérile.

On a pu ainsi conserver des vins de la récolte 1976 sans dépasser 30 mg/l de SO_2 libre, dose nécessaire pour éviter des oxydations ; l'économie correspondante de SO_2 total était en moyenne de 60 ou 125 mg/l, par rapport à la conservation avec respectivement, 50 ou 80 mg/l de SO_2 libre.

SUMMARY

The conditions necessary to obtain the thermal stabilization of sweet wines and their sterile storage have been described ; the results lead to a proposal of work organization in the cellar, from the end of vinification until sterile bottling.

It has thus been possible to keep wines from the 1976 vintage without exceeding 30 mg/l of free SO_2, the necessary amount to avoid oxidations ; the corresponding saving of total SO_2 was on average 60 or 125 mg/l, in comparison with the conservation which contained, respectively, 50 or 80 mg/l of free SO_2.

ZUSAMMENFASSUNG

Es werden die Bedingungen beschrieben, um die Thermo-stabilisierung der süssen Weine und ihre sterile Aufbewahrung zu erzielen ; die Ergebnisse geben auf einen Vorschlag zur Organisation der Kellereiarbeit vom Ende der Vinifikation bis zur sterilen Flaschenabfüllung hinaus.

Man konnte entsprechend Weine der Ernte 176 aufbewahren, ohne über 30 mg/l freies SO2 hinauszugehen, welches die erforderliche Dosis ist, un eine Oxydation zu vermeiden ; die entsprechende Verminderung des Gesamt-SO2 war im Mittel 60 oder 125 mg/l, im Verhältnis zu einer Konservierung mit 50 bzw 80 mg/l freies SO2.

RESUMEN

Las condiciones de obtención de la estabilización térmica de las vinos dulces y de sus conservación estéril han sido descritas ; los resultados desemboncan sobre una proposición de organización del trabajo en bodega, del fin de la vinificación hasta la puesta en botellas estérile.

Se púdo asi conservar los vinos de la cosecha 1976 sin pasar las 30 mg/l de SO_2 libre, dosis necesaria para evitar las oxidaciones ; la economia correspondiente de SO_2 total era de una media de 60 o 125 mg/l en relación a la conservación con, respectivemente, 50 o 80 mg/l de SO_2 libre.

RIASSUNTO

Le condizioni per l'ottenimento della stabilizzazione termica dei vini dolci e per la loro conservazione sterile sono state descritte ; i risultati portano su una proposta di organizzazione del lavoro della cantina, dalla fine della vinificazione all'imbottigliamento in bottiglie sterili.

Si sono cosi potuti conservare vini della raccolta 1976 senza superare i 30 mg/1 di SO_2 Libero, dose necessaria per evitare delle ossidazioni ; l'economia corrispondente di SO_2 totale era in media di 60 o 125 mg/l, in rapporto alla conservazione con, rispettivamente, 50 o 80 mg/l di SO_2 libero.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BLOUIN J., 1971. Observations pratiques sur l'action anti-levures de quelques désinfectants iodés. *Connaissance Vigne Vin,* **5** (3), 337-340.

DEVÈZE M., 1977. Les problèmes microbiologiques de la conservation des des vins blancs doux. Théorie et pratique de l'utilisation des traitements thermiques. *Thèse Doct.-Ing.,* Université Bordeaux II.

DEVÈZE M. et RIBÉREAU-GAYON P., 1977. Thermorésistance des levures dans le vin. Application à la stabilisation des vins par la chaleur, *Connaissance Vigne Vin,* **11** (2), 131-163.

DUBOURDIEU D. et RIBÉREAU-GAYON P., 1977. Observations sur les dificultés de clarification des vins de vendanges pourries, *C.R. Acad. Agric., 23 février,* 290-296.

EDELENYI M. et SARKANY P., 1971. Etude comparée des désinfectants modernes utilisés en Œnologie, *Connaissance Vigne Vin,* **5** (3). 327-335.

HOOD A.V. et RANKINE B.C., 1977. Microbiological contamination in wine bottling, *Grapegrower and Winemaker, April.*

LODDER J., 1970. *The Yeasts,* Ed. North-Holland Publishing C°, Amsterdam, London.

LONCIN M., 1976. *Génie industriel alimentaire. Aspects fondamentaux,* Ed. Masson, Paris.

NERADT F., 1972. La production et l'entreposage des jus de fruits, *SEITZ Informations,* **35**, 1-28.

PEYNAUD E., SAPIS-DOMERCQ S. et GUIDON A., 1972. La désinfection du logement vinaire par le formol gazeux, *Connaissance Vigne Vin,* **1**, 99-104.

RAO A. et LONCIN M., 1974. Residence time distribution and its role in continuous pasteurization, *Lebens.-Wiss. u.Technol.,* **7** (1), 5-13 et 14-17.

SPLITTSTOESSER D.F., LIENK L.L., WILKINSON H. et STAMER J.R., 1975. Influence of wine composition on the heat resistance of potential spoilage organisms, *Applied. Microbiol., sept.,* 369-373.

SUDRAUD P., 1971. Réglementation des produits de nettoyage du matériel vinaire, *Connaissance Vigne Vin,* **5** (3), 315-325.

VAN UDEN N., ABRANCHES P. et CABECA-SILVA C., 1968. Temperature functions of thermal death in yeasts and their relation to the maximum temperature for growth, *Archiv. Mikrobiol.,* **61**, 381-393.