Connaissance Vigne Vin, 1977, **11**, N° 4, 351-377.

ETUDE DU BOUCHAGE LIEGE

I. — ROLE DES SURPRESSIONS DANS L'APPARITION DES « BOUTEILLES COULEUSES », BOUCHAGE SOUS GAZ CARBONIQUE (*)

R. LEVREAU (**), A. LEFEBVRE, M. SERRANO et P. RIBÉREAU-GAYON

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

INTRODUCTION

Des progrès techniques importants ont été accomplis pour améliorer la nature et la qualité des soins apportés aux vins fins au cours de leur élaboration et de leur conservation. Cependant leur comportement pendant le vieillissement, donc la satisfaction qu'en tire le consommateur, reste étroitement lié à la qualité du bouchage des bouteilles.

Le traditionnel bouchon de liège demeure le moyen d'obturation privilégié. Alors que la mécanisation de l'embouteillage permet la mise en place des bouchons à des cadences très élevées, les conditions d'emploi des bouchons et la qualité de l'obturation n'ont guère été étudiées. En ce sens on peut dire que le bouchage garde un caractère strictement empirique, mal défini.

Les consommateurs, dans leur majorité, s'accordent pour associer bon vin et bouchon de liège, mais tolèrent de moins en moins les deux défauts principaux inhérents à ce procédé de bouchage : « bouteilles couleuses » et « goûts de bouchons ».

A propos des « goûts de bouchons », il est difficile d'apprécier si leur fréquence est en augmentation ; d'ailleurs leur origine est multiple et la qualité du liège n'est probablement pas le seul facteur en cause. Cette question fait actuellement l'objet de recherches à l'Institut d'Œnologie, dont les résultats seront publiés ultérieurement.

En ce qui concerne les « bouteilles couleuses », il est indéniable que leur fréquence est de plus en plus grande et qu'elles sont la cause de différents sur le plan commercial.

(*) Travail effectué dans le cadre d'un contrat DGRST, n° 75.7.0391 (Comité Technologie Alimentaire et Agricole).

(**) Adresse actuelle : Ets LARRIEU-BEDIN « LA GIRONDINE », 17, rue Mondon 33110 Le Bouscat.

Une fuite, même légère, provoque une altération de la capsule de surbouchage, le développement de moisissures sur le bouchon, souvent une souillure de l'habillage ; plus importante, elle entraîne une baisse inacceptable du niveau dans la bouteille. Dans tous les cas elle nuit à la bonne présentation du produit.

Les recherches dont nous présentons ici les premiers résultats visent à mieux appréhender les facteurs physiques qui interviennent lors du bouchage et au cours de la conservation du vin en bouteilles ; elles cherchent aussi à définir les conditions d'obturation qui réduisent, voire éliminent totalement, le risque de coulage des bouteilles. Notre étude a été guidée par l'idée suivante : quelles que soient les voies d'écoulement envisagées, sous forme d'un film liquide entre verre et bouchon, ou à travers la masse du bouchon de mauvaise qualité lui-même, cet écoulement reste largement favorisé par l'existence d'une surpression à l'intérieur de la bouteille. C'est le phénomène qui nous a semblé primordial.

PRESSIONS A L'INTERIEUR DES BOUTEILLES

1. **Origines de la surpression.**

On observe, dans la pratique, que les fuites sont plus importantes :

a) Immédiatement après la mise en bouteilles ;

b) Lorsque les bouteilles subissent une élévation de température.

La constatation de ces faits permet de discerner deux causes distinctes de surpressions :

a) Compression de l'air se trouvant sous le bouchon au moment de son enfoncement ;

b) Dilatation du vin provoquée par une notable augmentation de la température.

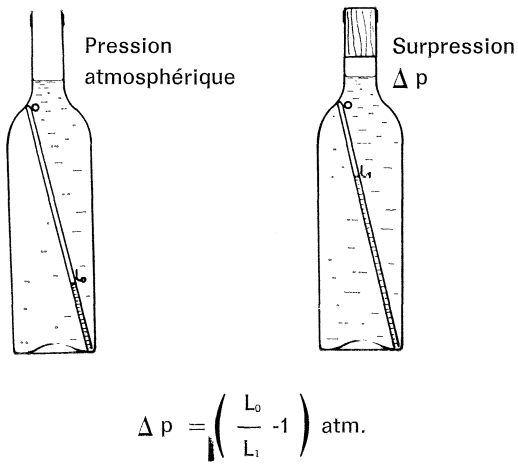
Nous avons d'abord cherché à définir expérimentalement ces deux phénomènes.

Les expérimentations au laboratoire ont été effectuées avec des bouchons « naturels » de 1er choix (dimensions : $\varnothing$ 24, l = 44) issus de la même balle. Nous avons fait varier et contrôlé un seul facteur, la teneur en eau. Les résultats exprimés sont des moyennes de pressions établies à partir de lots d'au moins huit bouteilles, ce qui permet de pondérer l'influence de facteurs aléatoires tels que la qualité intrinsèque du liège, et le profil des goulots des bouteilles.

2. **Mesure de la pression dans les bouteilles.**

La détermination des pressions à l'intérieur des bouteilles a été effectuée à l'aide de manomètres à gaz (fig. 1).

Un tube de verre capillaire, obturé à une extrémité, est gradué en centimètres. Partiellement rempli de liquide (eau ou vin) il est placé dans la bouteille ; les variations de pression dans cette bouteille se traduisent par des variations du volume de l'air qu'il contient. Ce procédé permet de connaître les pressions de façon suffisamment rigoureuse (0,1 atmosphère environ) à température constante et pour des vins pauvres en gaz carbonique. Lorsque la température varie, la mesure se trouve faussée ; il en est de même lorsque le vin est riche en gaz carbonique, car ce gaz diffuse alors dans l'atmosphère du tube, dans ces deux cas, la mesure faite dans une bouteille témoin, maintenue à la pression atmosphérique, permet d'effectuer la correction nécessaire.



$$\Delta p = \left(\frac{L_0}{L_1} - 1 \right) \text{atm.}$$

Fig. 1. — Mesure des pressions internes à l'aide d'un tube manométrique.

Les résultats rapportés dans ce travail représentent les pressions relatives moyennes exprimées en atmosphères. Précisons que :

Pression relative = Pression absolue — Pression atmosphérique

Le plus souvent ces pressions relatives sont positives ; elles sont donc des surpressions. Dans certaines conditions on obtient des pressions relatives négatives, indiquées par le signe — ou par le symbole $< O$; il s'agit alors de dépressions.

3. Relation entre les conditions de bouchage et la pression interne.

Lors de sa mise en place, le bouchon agit comme un piston et tend à emprisonner l'air qui se trouve initialement dans le goulot.

De nombreuses mesures des pressions ont été effectuées dans les bouteilles aussitôt leur bouchage ; l'évolution de ces pressions a été observée pendant plusieurs jours.

La mise en place des bouchons a été réalisée au moyen d'une boucheuse expérimentale à triple compression dont on peut faire varier la cadence horaire entre 750 et 2.400 bouteilles. Les variables suivantes ont été étudiées :

a) humidité du bouchon : nous avons utilisé des bouchons initialement secs (environ 5 p. 100) dont l'humidité a été ajustée jusqu'à 20 p. 100 par humectation ou trempage, puis essorage.

b) niveau de remplissage de la bouteille, volume du creux ;

c) cadence du bouchage ;

d) position de stockage des bouteilles ;

e) nature du gaz sous le bouchon.

Les résultats des tableaux I à V représentent des moyennes établies à partir d'au moins 8 bouteilles. Ils permettent les constatations suivantes :

a) L'étanchéité du contact liège-verre détermine la quantité d'air qui se trouve effectivement comprimée sous le bouchon. Le tableau I donne les écarts-types pour différentes mesures ; leur importance s'explique par l'influence de facteurs incontrôlés, tels que le profil des goulots et la qualité du liège.

b) Un bouchon humide comprime davantage d'air dans le goulot qu'un bouchon sec (tableaux I et IV).

TABLEAU I

Influence du volume de creux et de l'humidité du bouchon sur les pressions moyennes (atm) au moment du bouchage.

Volume du creux (ml)	3	6		8	
Humidité du bouchon (p 100)	7	7	15	5	20
Pressions moyennes (atm)	1,0	0,7	1,0	0,6	1,2
Ecarts-types (atm)	0,3	0,3	0,1	0,4	0,3

c) La pression est d'autant plus élevée que le creux est faible ; mais la pression ne peut dépasser une valeur limite qui caractérise l'étanchéité du bouchage ; cette limite est d'autant plus élevée que le bouchon est humide (tableaux I et II).

d) Dans le cas de bouchons secs, la cadence a peu d'influence sur la pression (tabeaux III et IV). Par contre avec des bouchons humides, la pression est plus élevée si l'enfoncement est lent.

TABLEAU II

Influence du volume de creux et de la position de la bouteille sur l'évolution des pressions moyennes (atm) pendant 5 jours. Humidité des bouchons : 20 p. 100

Bouteilles conservées	Debout			Couchées
Creux sous bouchon (ml)	1	5	10	10
Pressions : au bouchage	1,5	1,3	1,1	1,0
après 30 mn	1,2	1,1	1,0	1,0
» 24 h	0,8	0,7	0,8	0,7
» 5 jours	0,2	0,3	0,3	0,4

TABLEAU III

Influence de la cadence de bouchage et de la position de la bouteille sur l'évolution des pressions moyennes
(Bouchons secs ; creux 5 ml)

Cadence de bouchage (bouteilles/heure)	2.400		750	
Bouteilles conservées	Debout	Couchées	Debout	Couchées
Pressions : au bouchage	0,4	0,5	0,4	0,4
après 30 mn	0,1	0,4	0,1	0,3
» 24 h	0	0,2	0	0,2
» 2 jours	0	0,2	0	0,2

e) La baisse de la pression observée au cours des premiers jours de conservation dépend de la position de stockage de la bouteille. Elle est due pour une large part à l'expulsion soit d'air, soit de vin, dont les vitesses d'écoulement sont différentes (tableau III).

f) Dans le cas de bouchons secs, la surpression disparaît relativement vite si les bouteilles sont debout (tableau III). Par contre avec des bouchons humides, la surpression, déjà plus élevée au moment du bouchage, diminue plus lentement (tableau IV).

TABLEAU IV

Influence de la teneur en eau du bouchon et de la cadence de bouchage sur l'évolution de la pression moyenne (atm)
(Bouteilles debout ; creux 5 ml)

Cadence de bouchage (bouteilles/heure)	2.400		750	
Humidité du bouchon (p 100)	5	20	5	20
Pressions : au bouchage	0,4	1,1	0,4	1,3
après 1 h	0,1	1,0	0.	1,5
» 24 h	0	0,9	0.	1,6
» 5 jours	0	0,5	0.	0,7

TABLEAU V

Influence de la nature du gaz contenu dans le goulot sur l'évolution des pressions moyennes (atm)
(Humidité des bouchons 2 p. 100 ; creux 5 ml ; bouteilles couchées)

Balayage	Azote	Gaz carbonique
Pressions : au bouchage	1,5	1,5
après 30 mn	1,3	0,2
» 24 h	1,0	< 0
» 5 jours	0,5	< 0

Ces chutes de pression peuvent s'expliquer par l'intervention de plusieurs phénomènes :

1) de légères fuites d'air ou de vin selon la position de la bouteille,

2) une faible absorption de vin par le bouchon ;

3) la consommation de l'oxygène contenu dans la chambre, susceptible d'être engagé dans des réactions d'oxydation.

g) Enfin si l'on élimine l'air contenu dans le goulot, par un jet de gaz carbonique avant bouchage, la pression décroît rapidement jusqu'à devenir éventuellement plus faible que la pression atmosphérique par suite de la dissolution du CO_2 dans le vin (tableau V).

Il est utile de rappeler ici que toutes ces mesures ont été effectuées à température constante (20 °C environ) dans des bouteilles contenant des vins très pauvres en gaz carbonique dissous (teneur inférieure à 100 mg par litre). En effet, comme le signale MÜLLER-SPÄTH (1972) deux autres facteurs peuvent accentuer les phénomènes de surpressions : la présence dans le vin d'une quantité appréciable de CO_2 et l'élévation de la température; leur intervention est étudiée dans les paragraphes suivants.

4. **Influence du gaz carbonique contenu dans le vin.**

Lentement au cours de la conservation, plus rapidement si l'on agite la bouteille, le passage du CO_2 du vin dans la phase gazeuse fait apparaître une surpression dans la bouteille.

TABLEAU VI

Surpression due au gaz carbonique
(bouchage mécanique)

Teneur du vin en CO_2 (mg par litre)	Pression au bouchage (atm)	Pression d'équilibre à 20 °C (atm)
1 380	0	0,6
980	0	0,5
630	0	0,3

Le tableau VI donne les résultats d'une expérience réalisée dans des bouteilles à bouchage mécanique (ce dispositif n'introduit pas de surpression notable au moment de l'obturation) ; il montre l'influence du gaz carbonique dissous sur la pression interne. On observe une augmentation de la pression totale dans la bouteille, prévisible sachant qu'à une température donnée la solubilité (S) du gaz carbonique est proportionnelle à sa pression partielle (p) dans l'atmosphère surjacente.

$$(1) \qquad S\ (mg.l^{-1}) = B\ (mg.^{-1}\ .\ atm.^{-1}) \times p\ (atm.)$$

Le coefficient de solubilité B dépend de la température, du degré alcoolique et des substances dissoutes, notamment de la richesse en sucres.

La relation réciproque de (1) permet de calculer la pression partielle de gaz carbonique en fonction de la composition du vin.

$$p\ (atm.) = B^{-1}\ (atm.mg^{-1}.l) \times S\ (mg.l^{-1})$$

Nous donnons dans le tableau VII, les valeurs des pression partielles de gaz carbonique, calculées à partir de la table d'AGABALIANTZ (1954), c'est-à-dire B^{-1}, pour une teneur de 1 g de CO_2 par litre et pour des vins de 10 à 14 degrés d'alcool, à des températures de 0 °C à 40 °C.

TABLEAU VII

Pressions partielles de CO_2 (atm) dans les bouteilles bouchées pour des vins titrant 1 g de CO_2 dissous par litre, en fonction de la température et du degré alcoolique

Degré alcoolique (°GL)	Sucres réducteurs (g par l)	Température (°C)				
		0	10	20	30	40
10	< 2	0,32	0,46	0,67	0,93	1,1
12	< 2	0,33	0,48	0,68	0,94	1,1
14	< 2	0,33	0,48	0,69	0,98	1,2
14	100	0,39	0,56	0,83	1,2	1,6

Dans ces conditions, la pression partielle de CO_2 peut varier de 0,3 à 1,2 atm et même plus si le vin contient du sucre.

Par contre pour un vin sec, titrant 300 mg de CO_2 par litre, entre 0 °C et 30 °C, on constate que la pression partielle de gaz carbonique croît seulement de 0,1 atm. à 0,3 atm.

La pression partielle de gaz carbonique peut donc théoriquement atteindre une valeur importante ; elle vient s'ajouter à la pression de l'air déjà enfermé dans la bouteille.

Cependant, dans la pratique, le léger dégagement de CO_2 qui se produit spontanément pendant le remplissage de la bouteille, provoque l'élimination d'une partie de l'air du goulot et rend moins sensible l'élévation ultérieure de la pression, surtout pour les vins riches en CO_2.

5. **La dilatation du vin et ses conséquences.**

La dilatation du vin en bouteilles a été observée depuis longtemps, mais il était utile d'en chiffrer l'amplitude.

L'étude expérimentale de la dilatation des vins, entre 0 et 60 °C, en fonction de leur degré alcoolique et de leur teneur en sucres, a fourni les résultats rassemblés dans le tableau VIII.

On constate d'abord que l'amplitude du phénomène est importante : un échauffement de 30 °C (entre 10 et 40 °C) provoque une augmentation de volume de 10 ml par litre pour un vin de 12 ° d'alcool. L'augmentation du degré alcoolique et/ou du taux de sucres accentue le phénomène ; mais la dilatation n'est pas proportionnelle à l'élévation de température.

TABLEAU VIII

Dilatation des vins.
Augmentations de volume en ml par litre

Degré alcoolique (°GL)	Sucres réducteurs (g par l)	Température (°C)						
		0	10	20	30	40	50	60
10	< 2	0	0,9	3,0	6,3	10,4	15,2	20,5
12	< 2	0	1,1	3,4	6,8	11,1	16,2	21,8
14	< 2	0	1,5	4,0	7,5	11,9	17,2	23,0
14	100	0	2,1	5,2	9,0	13,8	19,2	25,3

TABLEAU IX

Dilatation apparente prévisible pour un vin sec de 12°
(ml par bouteille de 750 ml)

		Température maximale de stockage (°C)						
		10	15	20	25	30	35	40
Température du vin à l'emplissage (°C)	5	0,6	1,5	2,5	3,6	4,8	6,1	7,7
	10	0	0,9	1,9	3,0	4,2	5,5	7,1
	15		0	1,0	2,1	3,3	4,6	6,7
	20			0	1,1	2,3	3,6	4,2
	25				0	1,2	2,5	4,1

En dehors du cas particulier du thermotirage, c'est essentiellement au cours de son transport que le vin en bouteilles subit les plus grandes variations de température.

La très faible proportion de bouteilles couleuses observée dans le cas de vins mis en bouteilles à chaud est bien connue. Ceci s'explique par le volume de creux qui apparaît pendant le refroidissement, suffisant pour permettre les dilatations ultérieures ; en outre, la contraction du vin crée un vide partiel.

Les bouteilles emplies à froid ont un tout autre comportement. L'élévation de température pendant le transport et le stockage provoque une augmentation de pression que nous avons précisée, dans un container non isotherme exposé au soleil (août 1976) ; la température du vin dans les bouteilles a dépassé 35 °C.

Nous avons ensuite calculé les dilatations qu'entraînent de tels échauffements, en fonction de la température du vin au moment de l'embouteillage, en tenant compte de la légère dilatation de la bouteille elle-même.

Les résultats rassemblés dans le tableau IX, sont illustrés par la figure 2. La distance de 60 mm entre le bord du goulot et le niveau de remplissage à 20 °C (730 ml) a été déterminée expérimentalement ; il s'agit d'une moyenne établie à partir d'un échantillon de 40 bouteilles norme CETIE, d'origines diverses.

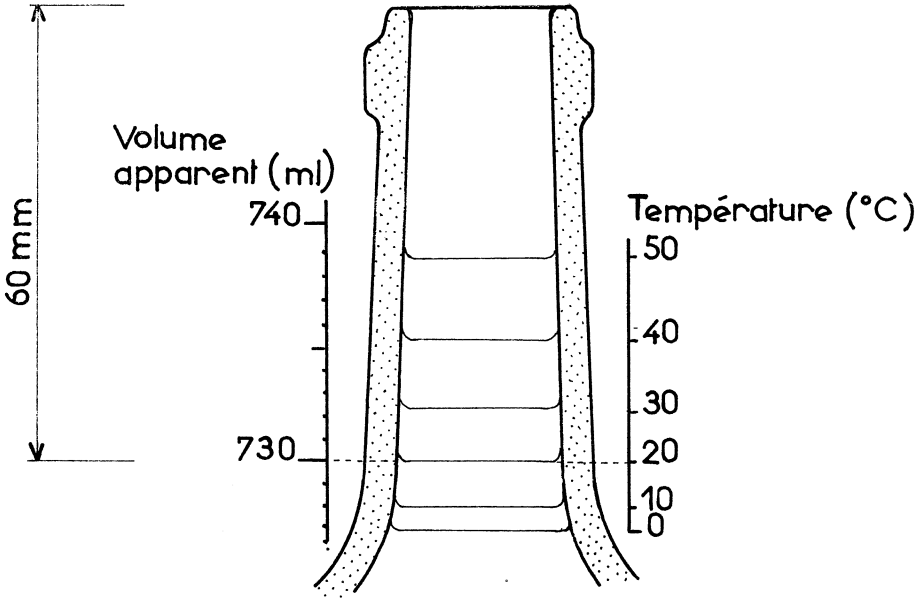


Fig. 2. — Variations du niveau de remplissage en fonction de la température.

Une conséquence est la nécessité de laisser, au moment de la mise en bouteilles, un creux nettement plus important que l'espace nécessaire à la dilatation prévisible du vin. En effet, la dilatation du vin entraîne une augmentation de la pression dans la bouteille, susceptible de provoquer un écoulement, comme le remarque aussi NIEDERMAYER (1977) lors de la pasteurisation de la bière.

On a suivi l'évolution des pressions en fonction de la température dans des bouteilles emplies à différents niveaux d'un même vin blanc sec, exempt de gaz carbonique, titrant 11 ° d'alcool (tableau X).

TABLEAU X

Influence de la dilatation sur les pressions internes en fonction du volume de creux : conditions expérimentales.
Résultats : voir figure 3 et figure 4.

Bouteille n°	Contenance (ml)	Volume creux initial		Bouchage
		ml	équivalent pour 750 ml	
1	500	3,3	5	mécanique
2	500	6,7	10	
3	500	10	15	
4	750	10	10	liège 50 mm maintenu par bride
5	750	10	10	

Au moment du bouchage, nous avons éliminé les surpressions dans les bouteilles n° 1 à 4 au moyen d'une aiguille creuse. Dans la bouteille n° 5, la pression était alors de 1,1 atmosphère.

A l'examen des résultats (fig. 3 et 4), on constate que les courbes expérimentales coïncident avec les courbes théoriques (en pointillés) tant que les pressions sont peu élevées. Elles s'en écartent ensuite dès que se produisent les fuites et atteignent un palier correspondant à la limite de résistance du bouchage. Ces limites sont nettement plus élevées pour les bouchages mécaniques (fig. 3) que pour les bouchages liège (fig. 4) ; mais elles ne sont pas significatives ; elles n'ont pu être atteintes qu'en raison de la rapidité du chauffage. Dans la pratique un faible écoulement du vin stabilise la pression à un niveau nettement plus bas.

Les courbes de la figure 3 montrent qu'il faut chauffer les bouteilles n° 1 (creux 5 ml), n° 2 (creux 10 ml) et n° 3 (creux 15 ml) respectivement à 27 °C, 39 °C et à 47 °C pour que les surpressions y atteignent la valeur arbitraire de 2 atm. Ceci démontre l'intérêt de prévoir lors de l'emplissage un creux d'autant plus important que la température du vin est susceptible de subir une forte élévation. Il est difficile de fixer avec précision les volumes optimaux de creux, car ils dépendent d'autres critères, en particulier commerciaux. On peut en effet imaginer qu'avec un

creux important on éviterait tout risque de fuite, mais un niveau de remplissage exagérément bas ne serait pas accepté par les consommateurs.

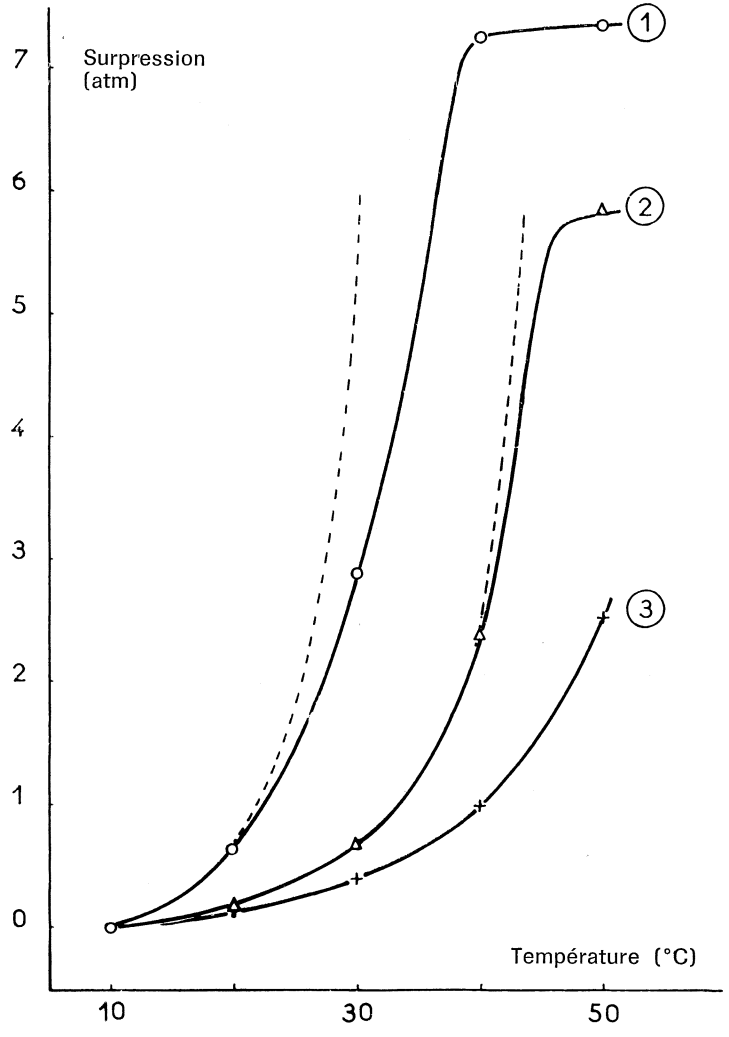


Fig. 3. — Influence de la dilatation sur les pressions internes. Conditions expérimentales, cf. tableau X.

Enfin la comparaison des courbes de la figure 4 révèle que la même valeur de 2 atm est atteinte à 39 °C dans la bouteille n° 4 et dès 25 °C dans la bouteille n° 5 ; dans cette dernière, le creux initial était le même (10 ml), mais la pression interne créée par le bouchage était de 1,1 atm au lieu de zéro.

Une élévation de la température du vin, immédiatement après le bouchage, accroît donc considérablement la surpression, déjà élevée. Dans ce cas les fuites se produisent avec d'autant plus de facilité que le « retour élastique » du bouchon n'est pas achevé et que le bouchage, pour cette raison, n'a pas acquis son étanchéité maximale.

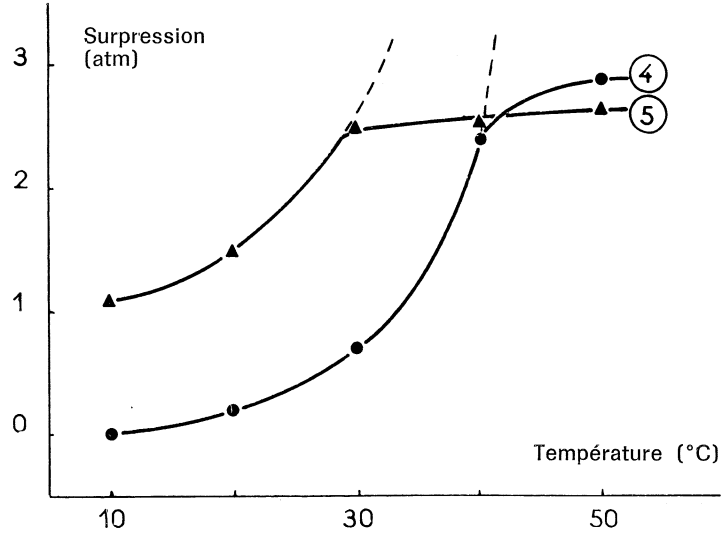


Fig. 4. — Influence de la dilatation sur les pressions internes. Conditions expérimentales, cf. tableau X.

En définitive, l'augmentation de volume du vin en bouteilles sous l'influence de températures élevées constitue un facteur de surpressions prépondérant ; on peut envisager d'en réduire les conséquences.

REDUCTION DES SURPRESSIONS. BOUCHAGE SOUS CO_2

1. Problème à résoudre.

L'ensemble des résultats précédents suggère de rechercher des solutions au problème des bouteilles couleuses dans la réduction des phénomènes de surpression. Mais il ne semble pas possible d'intervenir avec la même efficacité sur toutes les causes de ces surpressions.

L'amplitude de la dilatation du vin ne peut être diminuée qu'en limitant les écarts de températures auxquels sont soumises les bouteilles durant leur stockage et au cours de leur transport. Nous avons signalé les températures élevées que peuvent atteindre les bouteilles dans des containers non isothermes. Des observations précises montrent que les containers isothermes assurent une réelle protection et permettent de maintenir des températures de 7 à 10 °C moins élevées ; leur utilisation devrait se développer.

Des techniques ayant pour objectif, en permanence, un contrôle et une régulation suffisants des températures ne sont pas économiquement envisageables ; il faut donc intervenir dès la mise en bouteilles. En particulier, il convient de prévoir un volume de creux qui permette la dilatation du vin sans augmentation excessive de la pression interne. Les résultats expérimentaux précédemment décrits permettent une telle prévision.

Mais il faut tenir compte aussi des surpressions créées par le bouchage ; elles sont également difficiles à éviter. Certes au moment de son enfoncement un bouchon sec emprisonne moins d'air dans le goulot qu'un bouchon humide ; en revanche ses qualités mécaniques sont loin d'être optimales et l'étanchéité du bouchage s'en trouve diminuée. D'une manière générale, le bouchon de liège qui réalise la meilleure étanchéité aux liquides présente également, lors de sa mise en place, une meilleure étanchéité aux gaz ; il induit de ce fait une surpression maximale, donc une probabilité plus grande de provoquer l'écoulement du vin, phénomène auquel il est censé s'opposer.

Des solutions pour éviter cet inconvénient ont été recherchées. Dans l'ancienne méthode de bouchage, dite « à l'aiguille », on utilisait un bouchon très humide, mais on éliminait la surpression d'air en établissant une communication entre le goulot et l'atmosphère au moyen d'une aiguille creuse. La mécanisation du bouchage et les cadences élevées qu'elle permet d'atteindre ne sont plus compatibles avec ce procédé. On a réalisé récemment des machines qui permettent de « faire le vide » dans le goulot avant l'introduction du bouchon. Elles appliquent une technique délicate qui nécessite, pour être efficace, une étanchéité parfaite entre les pièces (mobiles) de la tête de bouchage.

Pour résoudre plus simplement le même problème, nous avons imaginé la mise en œuvre d'une technique originale dont nous présentons ici les premiers résultats. Elle consiste à éliminer l'air contenu dans le goulot de la bouteille en le remplaçant par un gaz soluble dans le vin, sans préjudice pour sa qualité, le gaz carbonique.

Les résultats expérimentaux présentés dans le tableau V ont montré la diminution rapide de la pression dans les bouteilles qui ont reçu une injection de CO_2 ; ils nous ont incités à étudier plus complètement les conséquences d'une telle technique. Après différents essais de laboratoire, nous avons contrôlé l'efficacité de ce procédé nouveau à l'échelle industrielle.

Le gaz carbonique est un constituant naturel de tous les vins ; il exerce une influence importante sur leurs caractères organoleptiques. Au moment de leur mise en bouteilles, les vins de garde en sont généralement pauvres, alors que les vins destinés à être consommés jeunes en contiennent des doses appréciables. Il convenait donc de s'assurer

que cette technique permet de respecter la dose optimale de gaz carbonique pour chaque type de vin.

2. **Essais au laboratoire.**

Une expérience a été réalisée sur 5 lots de bouteilles contenant des vins de teneurs en gaz carbonique différentes, obturées au moyen de bouchons humides (humidité 15 p. 100). Le volume des creux sous les bouchons était de 10 ml à la température ambiante (25 °C). Les bouteilles des quatre premiers lots ont reçu une injection de gaz carbonique ; les bouteilles du dernier lot n'ont pas reçu ce traitement.

Le tableau XI résume les variations des pressions moyennes des différents lots conservés à la température ambiante (25 °C). Le CO_2 se dissout rapidement, mais sa vitesse de dissolution dépend de la teneur initiale du vin, de la surface de contact entre la phase gazeuse et le vin, surtout de l'agitation de la bouteille. C'est pourquoi il n'est pas possible de préciser l'évolution exacte de la pression durant la première heure ; elle est trop dépendante de conditions expérimentales difficiles à contrôler. Dans la pratique, les opérations qui suivent le bouchage, sur la chaîne elle-même et pendant la mise en caisses, créent une agitation généralement suffisante pour atteindre l'équilibre de solubilité.

TABLEAU XI

Bouchage sous CO_2. Evolution des pressions à la température ambiante.
(Bouchage liège)

Teneur du vin en CO_2 (mg par litre)	Balayage de CO_2	Pressions (atm)		
		au bouchage	Après 1 h	Après 24 h
1 350	oui	1,1	0,2	0,2
1 100	»	1,1	0,2	0,1
650	»	1,3	— 0,1	— 0,1
100	»	0,9	— 0,3	— 0,3
100	non	1,2	1,1	0,5

Le facteur essentiel à considérer est donc la pression d'équilibre. Le tableau XII met en évidence, à ce propos, l'intérêt que revêt le balayage du goulot par du gaz carbonique avant le bouchage. L'expérience dont il résume les résultats a été effectuée à 20 °C avec des bouteilles de 500 ml à bouchage mécanique. Les unes ont reçu un balayage de gaz carbonique, les autres un balayage d'azote. Dans le second cas, il apparaît, comme nous l'avons déjà montré, une surpression (pression relative) proportionnelle à la concentration du gaz carbonique dissous dans le vin. Dans le

premier cas, par contre, le gaz carbonique emprisonné se dissout partiellement, créant ainsi une dépression ; c'est alors la pression absolue à l'équilibre qui est sensiblement proportionnelle à la teneur du vin en gaz carbonique.

TABLEAU XII

Pressions d'équilibre à 20 °C avec et sans balayage de CO_2
(Bouchage mécanique)

Teneur du vin en CO_2 (mg par litre)	Pressions absolues (atm)		Pressions relatives (atm)	
	Balayage N_2	Balayage CO_2	Balayage N_2	Balayage CO_2
1 380	1,73	0,97	0,73	— 0,03
980	1,53	0,71	0,53	— 0,29
630	1,29	0,50	0,29	— 0,50
290	1,05	0,23	0,05	— 0,77

TABLEAU XIII

Bouchage mécanique sous CO_2. Influence de la teneur en CO_2 du vin et du volume du creux sur la pression interne, en fonction de la température. Conditions expérimentales.
Résultats : voir figures 5 et 6.

Bouteille n°	Balayage de CO_2	Teneur du vin en CO_2 (mg par litre)	Volume du creux (ml)
1	Non	1 300	8
2	»	900	»
3	»	250	»
4	Oui	1 300	»
5	»	900	6
6	»	»	8
7	»	»	10
8	»	250	8

Il était important ensuite de contrôler l'évolution des pressions à l'intérieur des bouteilles ayant reçu un balayage de gaz carbonique avant bouchage, lorsque la température subit des variations importantes. Dans le but de préciser l'influence du volume de creux, de la teneur en CO_2 du

vin et du balayage de CO_2 avant bouchage, nous avons placé au bain-marie un lot de 8 bouteilles à bouchage mécanique, correspondant aux conditions indiquées sur le tableau XIII.

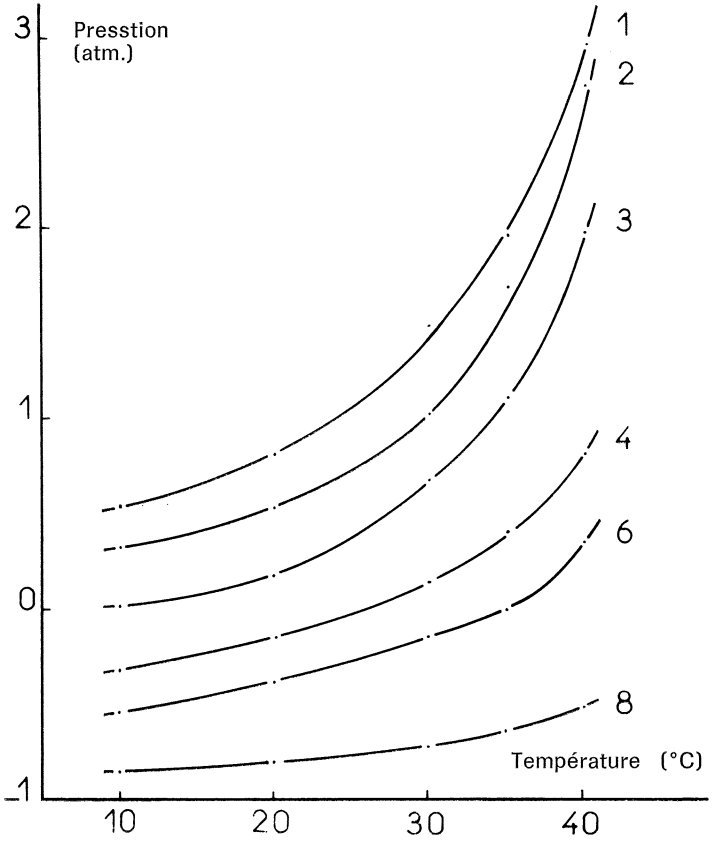


Fig. 5. — Variations de la pression interne en fonction de la température. Conditions expérimentales, cf. tableau XIII.

Les résultats de cette expérience, rapportés dans la figure 5, confirment que le balayage de gaz carbonique entraîne une plus faible pression interne quelle que soit la température. Dans tous les cas la pression croît en même temps que la température. Pour les bouteilles 4, 6, 8, dans lesquelles l'air a été éliminé, l'augmentation de la pression est due essentiellement à la diminution de la solubilité du CO_2. Pour les bouteilles 1, 2, 3 (fig. 5) la compression de l'air, pratiquement insoluble, emprisonné sous le bouchon se superpose au phénomène précédent ; les variations de pression en fonction de la température sont beaucoup plus importantes. A 40 °C, pour une même teneur en CO_2 (1 300 mg par litre) et un même creux initial de 8 ml, la surpression est de 0,8 atm dans la bouteille 4, bouchée sous CO_2, et de 3 atm dans la bouteille 1, bouchée sous air.

Comme le montre la figure 6, le volume initial du creux a peu d'influence, dans certaines limites de température, sur l'évolution de la pression interne des bouteilles qui ont été bouchées sous gaz carbonique ; en effet cette pression est sensiblement égale à la pression partielle d'équilibre du CO_2 correspondant à la teneur de ce gaz dans le vin, quel que soit le volume du creux, tant qu'il n'est pas négligeable. Avec le vin contenant 900 mg de CO_2 par litre, les courbes 5, 6 et 7 obtenues

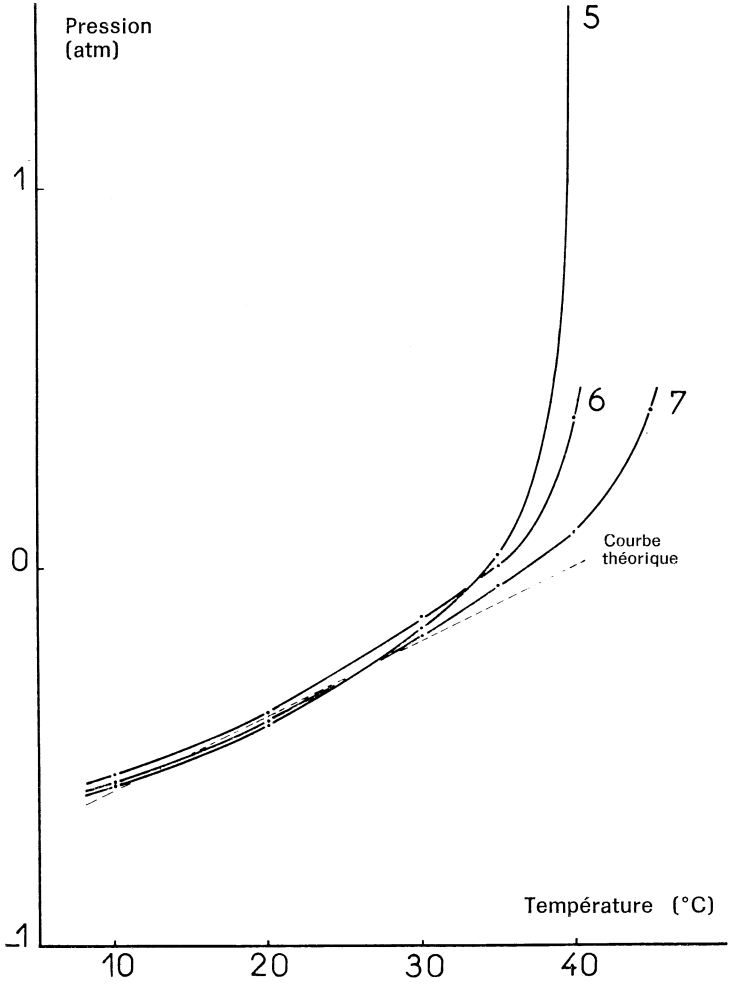


Fig. 6. — Variations de la pression interne en fonction de la température. Conditions expérimentales, cf. tableau XIII.

expérimentalement, pour trois volumes de creux différents, sont, jusqu'à 35 °C, très voisines de la courbe théorique tracée à partir de la table d'AGABALIANTZ. Au-delà de 35 °C la dilatation fait disparaître le creux

à une température d'autant plus élevée que son volume initial était important. Lorsque le creux devient négligeable, la pression augmente brusquement et provoque des fuites.

Ces résultats montrent que l'injection de gaz carbonique pour éliminer l'air contenu dans les goulots avant le bouchage est un procédé efficace pour éviter les surpressions responsables des bouteilles couleuses.

Il a été vérifié que cette addition de CO_2 lors du bouchage n'entraîne pas de modification sensible des qualités organoleptiques du vin ; l'enrichissement est en effet au maximum de 40 mg de CO_2 par litre, c'est-à-dire décelable à l'analyse seulement par les méthodes les plus sensibles, telle l'électrode spécifique (LONVAUD-FUNEL, 1976).

Cette technique présente en outre l'avantage, en éliminant l'oxygène contenu dans le goulot, de diminuer le choc oxydatif que subit habituellement le vin à l'occasion de la mise en bouteilles ; elle abrège ainsi la « maladie de la bouteille ».

Enfin, il s'agit là d'une technique peu coûteuse, puisque sa mise en œuvre n'implique guère qu'une consommation de gaz carbonique de l'ordre de 0,1 centime par bouteille.

3. **Conditions pratiques de mise en œuvre.**

Après avoir été mises en évidence au laboratoire, les possibilités du bouchage sous gaz carbonique devaient également être testées au stade industriel. Il convenait donc de déterminer la quantité de CO_2 nécessaire pour effectuer le balayage optimal ; il importait aussi de préciser les moyens techniques à mettre en œuvre dans ce but.

La plus grande partie de nos essais a été réalisée à l'aide d'une boucheuse dont la tête est équipée d'une « cuvette d'azotage », initialement conçue pour l'injection d'azote. Elle permet d'insuffler dans le goulot, immédiatement avant l'enfoncement du bouchon, une quantité déterminée de gaz, délivrée par une vanne à commande automatique.

La quantité de gaz qui doit être injectée pour obtenir un balayage efficace a été déterminée pour une cadence horaire de bouchage de 2 400 bouteilles et pour un volume vide de 20 ml dans le goulot. Ce volume représente l'espace libre avant bouchage dans une bouteille « bordelaise moyenne » contenant 730 ml de vin. Les mesures ont été effectuées dans des bouteilles contenant une solution de soude ; connaissant la pression interne juste au moment du bouchage et la pression après neutralisation du CO_2 par la soude, il est possible de calculer la quantité d'air expulsé, c'est-à-dire de déterminer l'efficacité du balayage. Le tableau XIV montre qu'une injection de gaz carbonique sous une pression de 0,3 atm élimine, dans les conditions ci-dessus indiquées, plus de 90 p. 100 de l'air contenu dans le goulot ; l'injection de 100 ml de CO_2 est donc suffisante.

Avec d'autres types de matériels, nous avons été conduits à installer un injecteur qui réalise le balayage avant l'introduction de la bouteille sous la tête de bouchage. On a observé alors une perte d'éfficacité du balayage de l'ordre de 30 à 50 p. 100.

TABLEAU XIV

Efficacité du balayage de CO_2.
Cadence 2.400 bouteilles par heure

Pression du CO_2 injecté (atm)	Volume de CO_2 délivré (ml par bouteille)	Air expulsé du goulot (p. 100)
0,1	45	72 à 84 moyenne 79
0,2	75	81 à 94 » 89
0,3	100	93 à 97 » 95
0,4	120	95 à 98 » 96

4. **Premiers essais industriels.**

Pour étudier l'efficacité du bouchage sous CO_2 compte tenu de l'imprécision de la notion de « bouteille couleuse », il était nécessaire de définir un critère d'appréciation objectif. Seul un contrôle par pesée au décigramme près nous a paru satisfaisant. Mais il est utile de rapprocher les pertes de poids constatées, des conséquences visibles de l'écoulement du vin. D'après nos observations, jusqu'à 0,5 g de perte par bouteille, il ne peut y avoir d'effet dommageable que si l'écoulement est particulièrement brutal ; un tel cas peut se produire immédiatement après bouchage, ou à la suite d'une élévation brusque de la température. A partir d'une perte de 1 g par bouteille, on peut craindre, dans tous les cas, des souillures appréciables de l'habillage.

Deux séries d'essais ont été effectuées.

Premier essai.

Le premier essai comparatif a été réalisé sur deux lots de 250 bouteilles d'un vin rouge (Appellation Bordeaux Supérieur), contenant 400 mg de CO_2 par litre. L'injection de gaz carbonique a été effectuée avant la mise en place de la bouteille sous la tête de bouchage. Le creux sous le bouchon était de 4 ml à la température de tirage (18 °C). Nous avons utilisé des bouchons « satinés » de 40 mm, à 8 p. 100 d'humidité. Seules les bouteilles du lot n° 2 ont reçu une injection de gaz carbonique ; les bouteilles du lot n° 1 servent de témoin. Toutes les bouteilles ont été couchées au bout de 3 mn environ. Cet essai conduit aux remarques suivantes :

a) Après 15 jours de stockage sans variation sensible de la température, le nombre de bouteilles ayant perdu au moins 0,5 g représente 11 p. 100 du lot n° 1 et 0 p. 100 du lot n° 2.

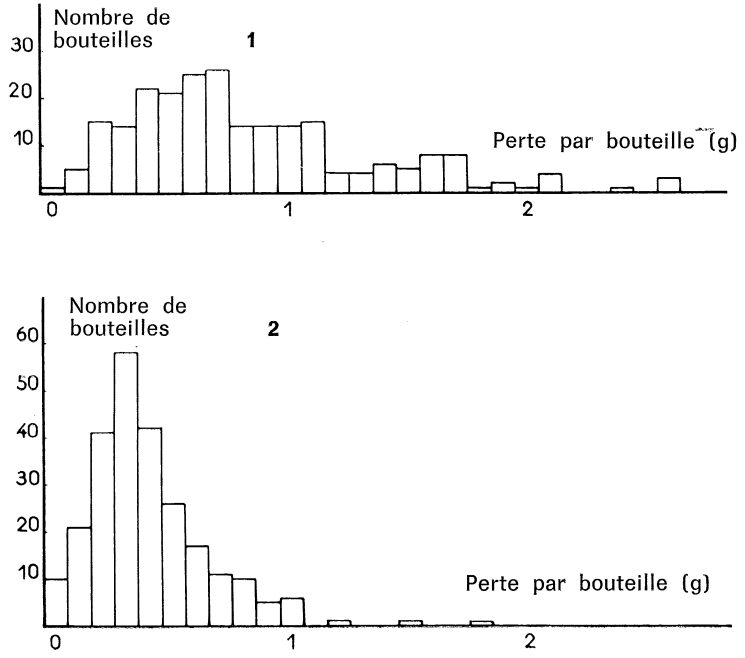


Fig. 7. — Diagrammes des pertes de poids par bouteille après trois mois de conservation.
1. bouchage traditionnel
2. bouchage sous CO_2

b) Après 3 mois de stockage à une température oscillant entre 20 °C et 25 °C, les pertes pour chacun des lots se répartissent selon les diagrammes de la figure 7. Ces diagrammes sont caractéristiques des répartitions de pertes rencontrées dans plusieurs essais comparatifs. Pour le lot n° 1, 25 p. 100 des bouteilles ont perdu plus de 1 g. et 69 p. 100 plus de 0,5 g. Pour le lot n° 2 les chiffres correspondants sont respectivement 2 p. 100 et 21 p. 100 seulement.

Deuxième essai.

Une autre série d'essais, portant sur des lots d'environ 200 bouteilles de vin blanc, avait pour but de préciser l'influence non seulement d'un balayage de gaz carbonique avant bouchage, mais aussi du volume de creux, de l'état hygrométrique du bouchon, de la teneur du vin en CO_2, et du temps pendant lequel la bouteille reste debout après bouchage.

On trouve indiquées dans le tableau XV les différentes conditions expérimentales et le pourcentage de bouteilles ayant perdu au moins 1 g dans les quatre premiers mois de conservation. Ces résultats suscitent les observations suivantes :

TABLEAU XV

Pourcentage de bouteilles couleuses (ayant perdu au moins 1 g) en fonction des conditions d'obturation.

Lot n°	Conditions expérimentales					Résultats
	Balayage CO_2	Volume du creux au tirage (ml)	Humidité du bouchon (p 100)	Teneur du vin en CO_2 (mg par litre)	Bouteilles couchées au bout de :	pertes $\geqslant$ 1 g après 4 mois de conservation (p. 100)
1	non	6	7	150	$\sim$ 30 s	18
2	»	3	»	»	»	15
3	»	»	»	»	10 mn	18,5
4	»	»	»	»	24 h.	6,5
5	oui	»	»	»	$\sim$ 30 s	2
6	»	»	14	»	»	1,5
7	»	»	7	1000	»	3,5

a) le lot n° 1 constitue le témoin sans balayage de CO_2 ;

b) le lot n° 2 (creux plus faibles) ne se comporte pas de façon significativement différente ; les variations de température n'ont pas été suffisantes pour que le volume de creux soit un facteur prépondérant ;

c) le lot n° 3, dont les bouteilles ont été couchées au bout de 10 mn, conduit aux mêmes résultats que le témoin ;

d) le lot n° 4 montre l'amélioration de la qualité de l'obturation et la réduction du nombre des pertes lorsque les bouteilles sont couchées au bout de 24 heures. Nous avons vérifié que la surpression moyenne avait décru de 0,7 atm à 0,4 atm avant le couchage des bouteilles ;

e) le lot n° 5 constitue le témoin avec balayage de CO_2. Il révèle une considérable efficacité du procédé, par comparaison avec le lot n° 1 ;

f) les lots 6 et 7 ne présentent pas de différences significatives avec le lot 5.

Ce nouvel essai confirme l'efficacité du procédé de bouchage sous gaz carbonique pour réduire le nombre des bouteilles couleuses. L'adjonction de CO_2 dans le goulot avant bouchage est en effet un facteur prépondérant devant ceux que nous avons étudiée parallèlement : volume de creux, humidité du bouchon, teneur du vin en CO_2, maintien de la bouteille debout.

Les résultats mentionnés tableau XV montrent que le maintien de la bouteille debout après bouchage exerce une influence favorable, à la condition que sa durée atteigne une vingtaine d'heures, ce qui est rarement réalisable dans la pratique ; ceci est en accord avec les remarques de POUILLAUDE (1957).

Les volumes de creux initial n'ont pas déterminé de différences significatives, mais les variations de température sont restées faibles pendant cette expérience. Il est certain qu'une élévation sensible de la température, pour l'ensemble des lots, provoquerait des fuites plus nombreuses dans les lots de bouteilles comportant un faible volume de creux.

Nous avons vu précédemment que l'emploi de bouchons humides entraîne l'apparition de pressions élevées au moment du bouchage ; nous avons constaté, dans d'autres cas, que ces surpressions provoquent des pertes sensibles, voire l'extrusion partielle des bouchons. Pour ces raisons, de tels bouchons n'ont été testés dans cet essai qu'avec un balayage de CO_2 ; les chiffres du tableau XV montrent qu'ils conduisent à des résultats satisfaisants.

Dans le cas de vins pauvres en gaz carbonique, des bouchons excessivement secs (humidité $\leqslant$ 5 p. 100), mis en place sous CO_2, ne résistent pas à la dépression qui apparaît dans les bouteilles ; nous avons observé que de l'air pénètre alors dans les bouteilles et annule ainsi l'effet recherché.

Avec la technique de bouchage sous gaz carbonique, des bouchons d'une humidité d'environ 10 à 12 p. 100 sont préférables dans tous les cas.

Les contrôles effectués sur les mêmes lots de bouteilles après 10 mois de conservation ont permis de dresser l'histogramme de la figure 8 qui représente :

a) en noir la répartition des 679 bouteilles ayant reçu une injection de gaz carbonique au moment de leur bouchage ;

b) en grisé celle des 986 bouteilles pour lesquelles ce traitement n'a pas été effectué.

Les bouteilles dont le poids a diminué de plus de 1 g sont au nombre de 7 p. 100 dans le premier cas, au lieu de 44 p. 100 dans le second. Ce résultat illustre parfaitement l'avantage du bouchage sous CO_2 et la persistance de son efficacité au cours de la conservation.

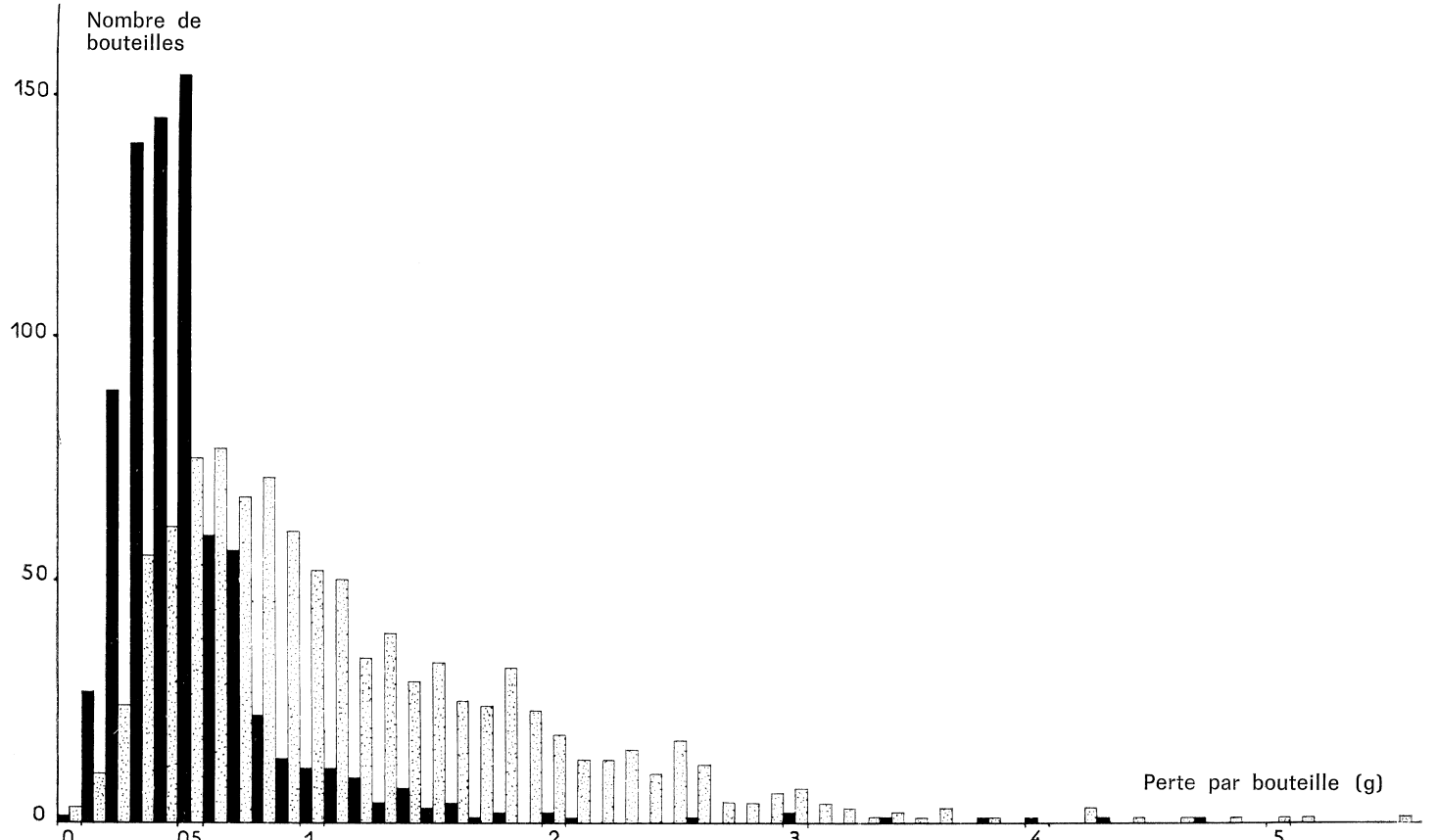


Fig. 8. — Répartition des pertes de poids par bouteille après dix mois de conservation :

bouchage traditionnel

bouchage sous CO_2

CONCLUSION

Un bouchage défectueux se traduit par l'apparition de « bouteilles couleuses » ; plusieurs facteurs, susceptibles d'additionner leurs effets, sont impliqués dans ce phénomène. Des conditions propres au matériel interviennent d'abord : profils des goulots des bouteilles, qualité du liège et dimensions des bouchons, état mécanique de la tête de bouchage. Mais des conditions particulières de travail, qui font l'objet de cette étude, interviennent aussi : niveau de remplissage, préparation du bouchon, cadence du bouchage, position de stockage des bouteilles, variation de température.

Une cause essentielle des difficultés d'étanchéité réside dans les pressions élevées qui peuvent exister dans les bouteilles ; elles sont dues : 1) à la compression de l'air au moment de l'enfoncement du bouchon ; 2) à la dilatation du vin provoquée par une élévation de température.

Les bouchons très humides et souples assurent certes une meilleure étanchéité aux liquides, mais ils assurent aussi lors du bouchage une meilleure étanchéité aux gaz ; ils induisent donc les surpressions les plus élevées. Ces deux caractéristiques se compensent partiellement et on ne peut pas affirmer que de tels bouchons s'opposent efficacement aux « bouteilles couleuses ».

Les cadences de bouchage rapides entraînent des surpression moins élevées que les cadences lentes, mais uniquement dans le cas d'emploi de bouchons humides. Le maintien des bouteilles en position debout pendant 24 heures permet de faire disparaître la surpression, à la condition d'utiliser des bouchons secs. La diffusion du gaz carbonique du vin dans la chambre d'air contribue à augmenter cette pression.

La dilatation du vin, provoquée par une élévation de température pendant le transport et le stockage, constitue un facteur important d'augmentation de la pression, donc d'apparition de fuites. Pour diminuer cet effet il est recommandé de prévoir un creux d'autant plus important que l'écart entre la température de la mise en bouteilles et celle, prévisible, du stockage est susceptible d'être élevée ; le transport par container isotherme est recommandé.

Pour trouver une solution définitive à ce problème, il convient d'appliquer une technique d'embouteillage qui permette de réduire la pression interne des bouteilles ; ce résultat peut être obtenu par le bouchage sous vide ; mais il suppose des équipements appropriés. Dans le même esprit, nous proposons une nouvelle technique plus simple qui consiste à éliminer l'air du goulot avant l'enfoncement du bouchon, en le remplaçant par du gaz carbonique dont la dissolution dans le vin évite l'apparition d'une surpression ; dans certaines conditions on obtient même des pressions

internes inférieures à la pression atmosphérique, qui éliminent tout risque de fuite. Les essais au laboratoire et dans les chais ont montré l'intérêt pratique de cette technique ; elle modifie peu la teneur du vin en gaz carbonique et n'a donc pas d'incidence sur les caractères organoleptiques. En outre, en éliminant l'oxygène contenu dans le goulot, elle protège le vin contre l'oxydation. Sur le plan des équipements elle ne pose pas de problèmes particuliers.

Réunissant donc un ensemble d'avantages appréciables pour un coût réduit, le bouchage sous gaz carbonique devrait susciter l'intérêt des professionnels de la mise en bouteilles.

Manuscrit reçu le 19 septembre 1977.

RESUMÉ

Dans cette étude sur le bouchage liège des vins on étudie l'influence des conditions du bouchage sur la création et l'évolution des surpressions dans les bouteilles, ainsi que l'action de la température sur différents types de vins.

De l'étude expérimentale des dilatations du vin embouteillé, on donne un graphique du niveau de remplissage des bouteilles en fonction de la température du vin permettrant aux embouteilleurs d'éviter les « couleuses » par excès de remplissage. Par ailleurs un procédé de bouchage sous CO_2, permettant d'éliminer les surpressions à l'origine des bouteilles couleuses, est étudié sur le plan théorique, expérimental et pratique.

SUMMARY

In this work concerning corking the influence of corking conditions about occurence and evolution of overpressures in bottles and the influence of temperature are described.

From experimental studies about wine expansion in bottles, a curve is established which gives the bottling level in terms of wine temperature. That allows prevention of seeping out bottles coming from an overfilling. A corking process under CO_2 eliminating overpressures is studied from theoretical, experimental and pratical point of view.

ZUSAMMENFASSUNG

Die vorliegende Studie behandelt den Einfluss der technischen Voraussetzungen beim Verkorken von Weinflaschen wie auch die Wirkung der Temperatur des Weines auf das Entstehen von Uberdruck in der Flasche und seine weitere Entwicklung. Aufgrund von Versuchen über die Dilatation von Wein wird eine für den praktischen Füllvorgang anwendbare Graphik vorgestellt. Sie zeigt die in Abhängigkeit von der Weintemperatur einzuhaltende Füllhöhe und erlaubt es, Füllüberschüsse und damit verbundene Spritz- und Auslaufverluste zu vermeiden. Es werden Theorie und praktischer Einsatz eines Füllverfahrens unter CO_2 beschrieben, bei dessen Anwendung keine Auslaufverluste auftreten.

RESUMEN

En este estudio sobre el tapado de vinos con sorcho, se estudia la influencia de las condiciones del tapado sobre la creación y la evolución de sobre-presiones en las botellas, así como la accion de la temperatura sobre diferentes tipos de vinos.

A partir del estudio experimental de las dilataciones dela vino embotellado, se muestra une grafica del nivel al que hay que llenar las botellas en función de la temperatura del vino, permitiendo le embotellador evitar las « excorridoras » por exceso de llenado. De otra parte, se estudia teorica, experimental y practicamente un procedimiento de tapado debajo CO_2, que permite eliminar las sobre-presiones desde el principio en botellas escorridas.

RIASSUNTO

In questo studio della tappatura dei vini con sughera, si studia l'influsso delle condizioni della tappatura sulla creazione e l'evoluzione di sorpressioni nelle bottiglie come pure l'azione della temperatura su diversi tipi di vini.

Dallo studio sperimentale delle dilatazioni del vino imbottigliato, si fa un grafico del livello di riempimento delle bottiglie tenendo conto della temperatura del vino che permette a quelli che fanno l'imbottigliamento di scansare le bottiglie che colano per eccesso di riempimento.

D'altronde, un processo di tapatura sotto CO2 che permette di escludere le sorpressioni che fanno colare le bottiglie, è studiato sul piano teorico, sperimentale e pratico.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

AGABALIANTZ, 1954. *Contrôle chimique et technologique des procédés de champagnisation soviétique, Moscou*, 318-321 et 357-367.

LONVAUD-FUNEL A., 1976. Recherches sur le gaz carbonique des vins. *Thèse 3e cycle,* Université de Bordeaux II.

MÜLLER-SPÄTH H., 1972. Die Bedeutung der Gasaufnahme und Gasverluste bei der Flaschenfüllung der Getränke. *Seitz Informationen,* n° 36.

NIEDERMAYER J., 1977. Pression de pasteurisation des bouteilles. *Cerevisiae,* **2**, n° 1, 25-29 et n° 2, 69-75.

POUILLAUDE Ch., 1957. *Le liège et les industries du liège.* Editions techniques, 56, boulevard de la Vilette, Paris.