Connaissance Vigne Vin, 1984, **18**, N°1, 49-65.

TRAITEMENT PAR LE FROID ARTIFICIEL DES VINS DE CHAMPAGNE

I. CONTROLE DES TRAITEMENTS PAR LE FROID ARTIFICIEL DES VINS DE CHAMPAGNE, EFFICACITE DES TRAITEMENTS SELON LA NATURE DU COLLAGE DES VINS.

A. MAUJEAN *, V. MALHERBE **, A. DUPONT ***

* Laboratoire d'Œnologie,
U.E.R. des Sciences Exactes et Naturelles
B.P. n° 347 51062 Reims Cedex

** Station Œnotechnique Magenta, 51200 Epernay
et la Maison Duval Leroy, 51130 Vertus

*** Champagne Charles Heidsieck-Henriot, 51100 Reims.

L'examen de la littérature la plus récente montre que le problème de la stabilité des vins vis-à-vis des précipitations tartriques est devenu un sujet d'intérêt général dans le domaine du vin.

Il suffit pour s'en convaincre de considérer l'essor considérable actuel des techniques de traitements en régime dynamique des vins par le froid artificiel.

L'efficacité d'un traitement par le froid artificiel d'un vin est à envisager sous différents aspects :

— d'abord en termes de mesure objective de l'efficacité du traitement,

— ensuite, selon le type de technologie retenue, à savoir traitement par stabilisation, traitement par contact, traitement en régime dynamique,

— enfin, l'efficacité d'un traitement par le froid artificiel, quelque soit le type de technologie retenue, est à envisager selon la préparation du vin en vue du traitement par le froid et en particulier selon la nature de son collage.

Dans le cadre d'une étude relative aux vins de Champagne de la récolte 1982 nous nous proposons de préciser ces trois points. En effet, plus que tout autre type d'élaboration, la méthode champenoise avec hausse du degré alcoolique à l'issue de la prise de mousse est une méthode où les risques de troubles et de précipitations du bitartrate de potassium sont à craindre. C'est dire qu'en méthode champenoise la stabilisation par traitement par le froid artificiel exige plus encore d'attention et de contrôle.

MATERIEL ET METHODES

I. *CHOIX D'UNE TECHNIQUE DE CONTROLE D'EFFICACITE D'UN TRAITEMENT PAR LE FROID ARTIFICIEL*

Différentes techniques de contrôle d'efficacité d'un traitement par le froid artificiel sont actuellement utilisées en Champagne.

La plus utilisée en pratique champenoise consiste à soumettre, 100 ml de vin filtré sur membrane 0,45 μ et additionné de 1,5 ml d'alcool à 95° C pendant 4 jours à —4°, —5° C. Ce test est assez réaliste dans son principe car il simule les conditions d'un vin soumis au froid après prise de mousse.

En pratique, ce test est assez peu fiable par le fait que le plus souvent l'échantillon est stocké au réfrigérateur dont la température n'est pas rigoureusement contrôlée et constante. La seule information que l'on peut obtenir de ce test, même correctement conduit, est que si l'on observe la formation de cristaux la stabilité du vin n'a pas été atteinte. Toutefois un test négatif ne permet pas pour autant de conclure que le vin est stabilisé.

En outre, ce test est à réponse lente et est incompatible avec un système de froid à régime dynamique qui exige une réponse instantanée.

Un deuxième test utilisé est la méthode par mini contact, publié par MULLER et WURDIG (1978). L'inconvénient de ce test est d'une part, de donner un résultat d'efficacité optimisé. En effet, après un temps de contact de 2 heures, le vin n'a pas encore atteint son équilibre de saturation (WURDIG, 1982) d'autre part ce test n'est pas à réponse instantanée.

Un troisième test est la méthode de détermination analytique de la stabilité du vin au froid par appréciation du produit de concentration ionique du bitartrate, test préconisé par BERG et KEEFER (1958).

Là encore, ce test est limité dans son utilisation en traitement en continu. De plus, il existe une incertitude sur les résultats parce que « le calcul de la solubilité du tartre dans les vins à partir des produits d'activité prend en considération des coefficients d'activité déterminés en fonction seulement de la force ionique du milieu, du degré alcoolique, de la température et sans tenir compte des complexes ou autres phénomènes physicochimiques propres aux vin » (SALGUES et *al.* 1982). Enfin, le calcul du produit de concentration ionique du bitartrate d'un vin est dépendant de la précision et de la reproductibilité insuffisantes du dosage de l'acide tartrique.

Nous avons préféré à ces trois tests, la méthode de contrôle toute récente proposée par WURDIG et *al.* (1980). Elle consiste à déterminer

par mesure conductimétrique la température à laquelle un vin est saturé en bitartrate de potassium. L'avantage de cette méthode, est triple :

α) La température de saturation d'un vin se situe à une valeur supérieure à la température réelle de début de cristallisation. En pratique, elle offre donc au praticien une garantie par rapport à la température de stabilité d'un vin déterminée par le procédé de minicontact. Cette dernière dépend, en effet, du phénomène de sursaturation pouvant s'installer lors de la mesure.

β) La détermination conductimétrique de la température de saturation d'un vin utilise la cinétique de dissolution du bitartrate de potassium par remontée de température, phénomène rapide par rapport à la vitesse de cristallisation de ce sel utilisée dans le procédé de minicontact.

γ) Une autre raison qui nous a aussi incité à retenir la technique conductimétrique de WURDIG est que l'on peut espérer une réponse instantanée de cette technique. Elle pourraît donc permettre un contrôle continu de l'efficacité d'un traitement par le froid artificiel en régime dynamique.

La détermination conductimétrique de la température de saturation d'un vin selon la méthode au gradient de température consiste à amener un vin à 0° C et à enregistrer l'augmentation de conductivité qui apparaît par remontée de température opérée par palier de 0° 3 C. Cette mesure est faite dans une cellule de conductivité thermostatée fermée hermétiquement avec agitation du vin (100 ml). Le tracé de l'accroissement de la conductivité sur 30 mn observée et enregistrée à l'issue de chaque augmentation de température est effectué d'abord avec le vin seul traité par le froid artificiel puis avec le même vin ajouté de 4 g par litre de tartre.

La température de saturation du vin est la température à partir de laquelle on observe pour l'échantillon avec ajoût de bitartrate la première augmentation de conductivité. En effet, à partir de cette température le vin voit sa conductivité croître par dissolution de sel, preuve qu'il n'est plus saturé en bitartrate de potassium. A partir de cette méthode au gradient de température WURDIG et *al.* (1980) ont établi une méthode statistique beaucoup plus rapide de détermination de température de saturation décrite dans le paragraphe suivant.

II. *CORRECTION DE L'EQUATION DE WURDIG APPLIQUEE AUX VINS DE CHAMPAGNE*

WURDIG et *al.* (1980) montrent qu'il existe statistiquement une relation linéaire entre la différence de conductivité à 20° C d'un vin traité par le froid (avant et après ajout par litre de 4 g de bitartrate de potassium) et

la température de saturation. Cette relation linéaire est définie par l'équation :

$$T_s = 20 - \frac{\Delta L_{20° C}}{29,3}$$

T_s = en degré celsius

$\Delta L_{20° C}$ = en microsiemens

Nous avons d'abord voulu vérifier que ce polynome de régression linéaire était bien applicable aux vins tranquilles champenois.

TABLEAU I

Comparaison entre les températures de saturation déterminées expérimentalement et celles calculées à partir de l'équation de Würdig et de l'équation de Würdig corrigée.

Vins	ΔL_{20} (µS)	Températures de saturation			Différence entre les températures de saturation observées et mesurées	
		mesurées	calculées			
			(1)	(2)	(1)	(2)
1	+ 294,1	7	9,9	6,7	2,9	0,3
2	+ 271,0	8	10,7	7,8	2,7	0,2
3	+ 191,0	11	13,5	11,9	2,5	0,4
4	+ 243,2	9	11,7	9,2	2,7	0,2
5	+ 199,4	12	13,2	11,5	1,2	0,5
6	+ 202,8	12	13,0	11,3	1	0,7
7	+ 204,3	—	13,0	11,22	—	—
8	+ 238,0	8,5	11,8	9,4	3,3	0,9
9	+ 262,0	7,7	11,1	8,3	3,4	0,6
10	+ 198,0	12	13,2	11,6	1,2	0,4
11	+ 272,6	8	10,7	7,8	2,7	0,2
12	+ 256,3	9	11,3	8,6	2,3	0,4
13	+ 145,7	—	15,0	14,20	—	—
14	+ 42,5	—	18,6	19,43	—	—

ΔL_{20} représente la différence de conductivité (mesurée à 20° C) après ajout de 4 g de bitartrate de potassium par litre.

(1) selon Würdig ; (2) selon nous.

L'examen du tableau I montre qu'il existe une distorsion pour les vins de base champenois entre les températures de saturation déterminées expérimentalement par la méthode du gradient de température et celles déduites de l'équation de WURDIG.

Le tracé de la droite de régression par la méthode des moindres carrés (figure 1) à partir des 11 mesures expérimentales de température de saturation de vins tranquilles champenois prélevés au hasard permet de proposer l'équation :

$$T_s = 21{,}6 - \frac{\Delta L_{20^\circ C}}{19{,}69}$$

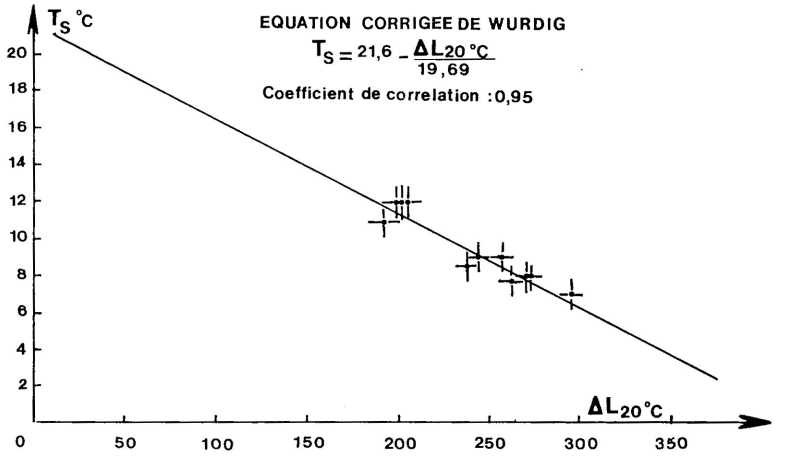


Fig. 1. — Droite de régression reliant les températures de saturation expérimentales de vins de Champagne et les différences de conductivité à 20° C avant et après ajout de 4 g par litre de bitartrate de potassium.

Le coefficient de corrélation est égal à 0,95 donc correspond déjà à un résultat significatif statistiquement. Nous nous proposons d'affiner encore cette équation en multipliant les mesures. On remarque toutefois, déjà la meilleure concordance à partir de cette droite de WURDIG corrigée entre valeurs expérimentales et valeurs calculées. En effet, l'écart moyen reste inférieur à plus ou moins 0,5° C avec la droite corrigée, il était supérieur à plus ou moins 2° C avec l'équation initiale de WURDIG.

III. *CORRELATION ENTRE PRODUIT DE CONCENTRATION IONIQUE DU BITARTRATE DE POTASSIUM (pSk) ET TEMPERATURE DE SATURATION (Ts)*

D'une manière générale la littérature se réfère, en termes de contrôle d'efficacité de traitement par le froid, au calcul du produit de concentration ionique en bitartrate de potassium. Nous nous sommes donc attachés à rapprocher les valeurs de pSk+, notion au demeurant abstraite, de la température de saturation d'un vin à signification plus physique et concrête.

Les résultats sont consignés dans le tableau II.

TABLEAU II

Produits de concentrations ioniques du bitartre de potassium et températures de saturation correspondantes, de vins traités par le froid artificiel.

Vins	$ps_k.10^5$	Potassium (mg/l)	ΔL_{20} (μs)	Température de saturation calculée
1	5,58	263	277	7,53
2	6,02	322	260	8,40
3	5,68	320	220	10,43
4	6,33	344	250	8,90
5	5,77	320	245	9,16
6	5,77	320	235	9,67
7	14,26	636	32	19,97
8	5,45	332	304	6,16
9	7,20	388	287	7,02
10	5,05	236	253	8,75
11	7,17	332	227	10,07
12	7,34	286	262	8,29
13	7,88	300	264	8,19
14	8,51	324	242	9,31
15	8,67	328	260	8,40
16	14,11	454	83	17,38
17	5,72	248	305	6,11
18	5,82	242	318	5,45
19	7,03	276	267	8,04

ΔL_{20} représente la différence de conductivité (mesurée à 20° C) après ajout de 4 g de bitartrate de potassium par litre.

Ces résultats concernent l'analyse de 19 vins de toute origine confondue, c'est-à-dire pour lesquels nous faisons abstraction des traitements des moûts et des vins correspondants et, notamment du collage, de la centrifugation, de la filtration.

L'examen des résultats laisse apparaître un parallélisme assez étroit entre température de saturation et produit de concentration ionique. Cette corrélation s'exprime par la droite de régression de la figure 2 d'équation $Ts = + 1{,}19\ pSk + 0{,}61$. Le coefficient de corrélation est égal à 0,874.

En outre, sur 54 vins de Champagne de toute origine et traitements confondus la valeur moyenne observée du produit de concentration ionique est égale à $7{,}40.10^{-5}$, ce qui correspond à une chute de 58,8 % du produit initial du vin et une température de saturation de 9,4° C.

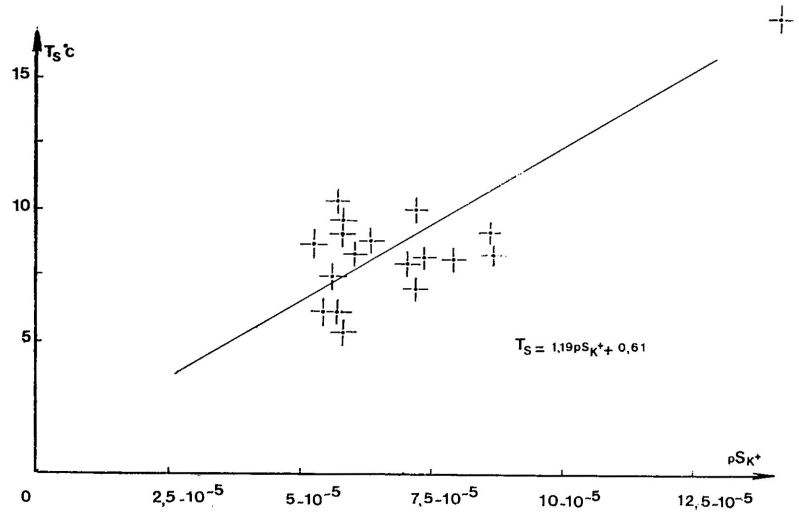


Fig. 2. — Droite de régression entre la température de saturation, d'un vin de base champenois traité par le froid artificiel, et le produit de concentration ionique du bitartrate de potassium.

IV. *CORRELATION ENTRE LA TENEUR EN POTASSIUM D'UN VIN ET LA TEMPERATURE DE SATURATION*

Le contrôle d'efficacité d'un traitement par le froid à partir du calcul du produit de concentration ionique en bitartrate de potassium est un test analytique impliquant la mesure du pH, du potassium et la mesure de la teneur en acide tartrique. De ce fait, en pratique la mesure du produit de concentration ionique est assez peu commode et difficilement utilisable, pour un contrôle d'efficacité, en particulier pour l'utilisateur d'une technologie de traitement par le froid en régime dynamique.

Il nous a donc paru intéressant de voir s'il existait une relation simple et, commode d'accès pour le praticien entre la température de saturation d'un vin et sa teneur en potassium. En effet, dès à présent, le dosage du potassium en continu par photométrie de flamme en sortie de système de froid artificiel est concevable. En outre, on peut attendre raisonnablement et dans un futur proche la commercialisation d'électrode spécifique au potassium assurant une mesure fiable. Les résultats observés en solutions hydroalcooliques (tableau III) et sur des vins (tableau IV) en témoignent.

La droite de régression d'équation

$$T_s = \frac{[K+]}{29{,}1} - 2{,}02$$

reliant température de saturation et teneur en potassium (figure 3) a été obtenue à partir des résultats d'analyse rassemblés dans le tableau II. Le

TABLEAU III

Comparaison des teneurs en potassium de solutions hydroalcooliques étalons déterminées par photométrie de flamme et par électrode spécifique.

Les chiffres représentent des mg par litre.

Solutions	Potassium		Différences entre les deux méthodes
	Photomètre de flamme	Electrode spécifique	
1	200	237	+ 37
2	300	303	+ 3
3	400	402	+ 2
4	500	500	0
5	600	593	− 7
6	700	690	− 10
7	800	7,89	− 11

TABLEAU IV

Comparaison des teneurs en potassium de vins, déterminées par photométrie de flamme et par électrode spécifique.

Les chiffres représentent des mg par litre.

	Potassium		Différence entre les deux méthodes
	Photomètre de flamme	électrode spécifique	
Vin A			
T	664	669	+ 5
1	332	335	+ 3
2	276	289	+ 13
3	372	383	+ 11
Vin B			
4	200	252	+ 52
5	442	441	− 1

T : vin brut
1 : vin dilué au demi ; 2 : vin dilué au demi après traitement par le froid ;
3 : vin dilué au demi après traitement par le froid et ajout de 100 g de bitartrate de potassium par litre ; 4 : vin après traitement par le froid ; 5 : vin après traitement par le froid et ajout de 200 mg de bitartrate de potassium par litre.

coefficient de corrélation est égal à 0.867, valeur à notre avis déjà suffisamment élevée pour être utilisable en pratique.

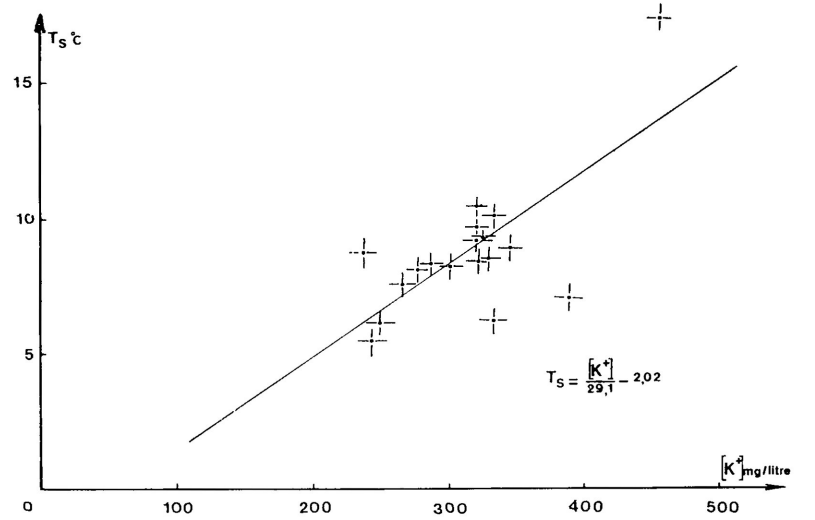


Fig. 3. — Droite de régression entre la température de saturation, d'un vin de base champenois traité par le froid artificiel, et la concentration en potassium.

TABLEAU V

Variations moyennes des paramètres analytiques pour 54 vins tranquilles de la région de Champagne après traitement par le froid artificiel

	Diminution	
	réelle	p. 100
Acidité totale (g H_2 SO_4 par l)	— 0,3	— 5,6
pH	— 0,076	— 2,5
Potassium (mg/l)	— 275	— 43,7
Acide tartrique (mg/l)	— 530	— 22
Produit de concentration ionique du bitartrate de potassium	— 11,4	— 58,8

Il apparaît, à partir de cette corrélation, que la valeur moyenne de la concentration en potassium d'un vin tranquille champenois après traitement par le froid doit se situer vers 330 mg soit une température de saturation du vin de 9,3° C. Sur 54 vins de tout origine ou traitements confondus, l'on observe après passage au froid sur appareil ALFA LAVAL une chute moyenne du potassium de 275 mg par litre soit 43,7 p. 100.

Le tableau V résume les variations moyennes observées des principaux paramètres physicochimiques de 54 vins des vendanges 1982 traités par le froid en continu.

V. *PREPARATION D'UN VIN DE CHAMPAGNE AU TRAITEMENT PAR LE FROID ARTIFICIEL*

Une règle générale se dégageant de la littérature est qu'un vin devant subir un traitement par le froid artificiel doit être un vin « propre ». L'abandon en Champagne des vinifications en fût de chêne au profit des cuves en acier inoxydable de grand volume conduit à des vins beaucoup plus chargés et troubles. Pour remédier à cet inconvénient diverses pratiques sont utilisées, d'une part le collage par des adjuvants variés comme la bentonite, la bentocaséine, l'association tanin-gélatine, d'autre part, les traitements physiques comme la centrifugation et la filtration.

Nous nous proposons de décrire les effets de telles pratiques au niveau de l'efficacité réelle d'un traitement par le froid artificiel en stabulation et en système continu.

A. *Traitement en continu*

Un assemblable de 1400 hectolitres de cuvées réacidifiées à 70 g d'acide tartrique par hectolitre est divisé en cinq fractions allant de 250 à 320 hectolitres — dont quatre sont traitées différemment en vue d'un traitement sur appareil ALFA LAVAL.

Les 2 cuves « bentonitées » (tableau VI) ont été soutirées après une sédimentation de 15 jours. La bentonite utilisée (bentonite sodique à indice de gonflement en eau égal à 8 et à indice d'absorption en protéines égal à 44) avait été préalablement mise à « gonfler » 14 heures dans un fondoir. Une cuve est « bentonitée » à raison de 25 g par hectolitre, l'autre à 50 g par hectolitre.

L'élimination des tartres en sortie d'appareil est assurée par centrifugation et filtration sur Kieselguhr.

B. *Traitement en stabulation*

La cuvée est fractionnée en 8 parts (tableau VII). La bentonite est mise à gonfler à la concentration de 25 g par litre pendant 12 heures avant son utilisation aux doses de 25 g et 40 g par hectolitre. De même la bentocaséine a été mise en solution à la concentration de 40 g par litre pendant 12 heures avant son emploi à raison de 40 g par hectolitre.

Le tanin est ajouté à la dose de 8 cl par hectotitre de solution commerciale à 100 g par litre. On attend 12 heures avant d'introduire 8 cl par hectolitre de la solution commerciale de gélatine à 100 g par litre. Ces conditions opératoires correspondent très sensiblement à celles de la pratique. Après contact 10 jours et sédimentation des colles les 8 échantillons sont stockés 10 jours en cuverie de stabulation.

TABLEAU VI

Influence de quelques traitements préalables sur l'efficacité de la stabilisation par le froid en continu.

		Acidité totale (g H_2SO_4 par l)	pH	Acide tartrique (g/l)	Potassium (mg/l)	$PS_k \times 10^5$	Températures de saturation calculées à partir de	
							PS_k	Potassium
Témoin	Avant stabilisation	4,70	3,12	2,06	680	19,31	7,77	9,04
	Après stabilisation	4,45	3,03	1,48	322	6,02		
	Variation	— 0,25	— 0,09	— 0,58	— 358	— 13,29		
Filtration sur Kieselguhr	Avant stabilisation	4,75	3,11	2,07	716	20,18	7,37	8,97
	Après stabilisation	4,50	3,03	1,41	320	5,68		
	Variation	— 0,25	— 0,08	— 0,66	— 396	— 14,50		
Centrifugation (débit : 85 hl/h)	Avant stabilisation	4,55	3,18	2,06	732	21,82	8,14	9,80
	Après stabilisation	4,20	3,09	1,38	344	6,33		
	Variation	— 0,35	— 0,09	— 0,68	— 388	— 15,49		
Bentonite (20 g/hl)	Avant stabilisation	4,65	3,13	2,14	688	20,36	7,47	8,97
	Après stabilisation	4,25	3,06	1,39	320	5,77		
	Variation	— 0,40	— 0,07	— 0,75	— 368	— 14,59		
Bentonite (40 g/hl)	Avant stabilisation	4,55	3,15	2,05	696	20,17	7,47	8,97
	Après stabilisation	4,05	3,06	1,27	320	5,77		
	Variation	— 0,50	— 0,09	— 0,78	— 376	— 14,40		

TABLEAU VII

Influence des pré-traitements sur les paramètres physiochimiques d'un vin traité par le froid.

		Acidité totale (g H_2SO_4 par l)	pH	Conductivité Δ (µs)	Potassium (mg/l)	Acide tartrique (g/l)	$pS_k \times 10^4$	T_s (°C) calculées à partir			
								ΔL	pS_k+	Potassium	Moyenne
Témoin	Avant stabulation	5,2	3,09	1624	558	2,62	19,58	8,34	9,34	7,81	8,49
	Après stabulation	5	3,01	1363	286	2,08	7,34				
	Variation	— 0,2	— 0,08	ΔL_{20} = 261	Δ(K+) = 272	— 0,54	Δ(pS_k+) = 12,24				
Filtration AF_3	Avant stabulation	5,2	3,10	1631	558	2,56	19,31	7,98	9,98	8,29	8,75
	Après stabulation	5,1	3,01	1363	300	2,13	7,88				
	Variation	— 0,1	— 0,09	ΔL_{20} = 268	Δ(K+) = 258	— 0,43	Δ(pS_k+) = 11,43				
Filtration AF_7	Avant stabulation	5,2	3,09	1631	558	2,58	19,28	9,31	10,73	9,11	9,71
	Après stabulation	5,05	3,01	1389	324	2,13	8,51				
	Variation	— 0,15	— 0,08	ΔL_{20} = 242	Δ(K+) = 234	— 0,47	Δ(pS_k+) = 10,77				
Filtration AF 600 S	Avant stabulation	5,2	3,09	1624	564	2,58	19,48	9,00	10,92	9,25	9,72
	Après stabulation	5,1	3,02	1376	328	2,12	8,67				
	Variation	— 0,1	— 0,07	ΔL_{20} = 248	Δ(K+) = 236	— 0,46	Δ(pS_k+) = 10,81				
Tanin-Gélatine	Avant stabulation	5,2	3,09	1640	558	2,58	19,28	15,96	17,40	13,58	15,64
	Après stabulation	5,2	3,06	1529	454	2,39	14,11				
	Variation	— 0	— 0,03	ΔL_{20} = 111	Δ(K+) = 104	— 0,19	Δ(pS_k+) = 5,17				
Bentonite (25 g/hl)	Avant stabulation	5,2	3,10	1630	558	2,58	19,46	6,41	7,41	6,50	6,77
	Après stabulation	4,9	3,01	1331	248	1,87	5,72				
	Variation	— 0,3	— 0,09	ΔL_{20} = 299	Δ(K+) = 310	— 0,71	Δ(pS_k+) = 13,74				
Bentonite (50 g/hl)	Avant stabulation	5,42	3,10	1631	558	2,53	19,09	5,70	7,53	6,29	6,50
	Après stabulation	4,9	3,01	1318	242	1,95	5,82				
	Variation	— 0,3	— 0,09	ΔL_{20} = 313	Δ(K+) = 316	— 0,58	Δ(pS_k+) = 13,27				
Bentocaséine (40 g/hl)	Avant stabulation	5,2	3,10	1643	558	2,54	19,16	7,73	8,97	7,46	8,05
	Après stabulation	4,95	3,04	1370	276	2,00	7,03				
	Variation	— 0,25	— 0,06	ΔL_{20} = 273	Δ(K+) = 282	— 0,54	Δ(pS_k+) = 12,13				

Le tartre est éliminé par simple filtration sur papier filtre de laboratoire en chambre froide pour éviter toute remontée de température et redissolution.

De l'examen des tableaux VI et VII se dégagent les résultats majeurs suivants :

α) La nature du collage d'un vin a une influence plus importante en stabulation statique qu'en traitement continu. Il apparaît notamment qu'un collage aux tanins-gélatine et à un moindre degré à la bentocaseïne constituent des opérations assez peu judicieuses quant à l'efficacité d'un traitement par le froid par stabulation. Ces résultats sont concordants avec ceux de PERIN (1982).

L'interprétation que nous proposons est qu'en système continu, par suite du choc thermique et de la ponctualité du traitement, la cristallisation de bitartrate de potassium est moins influencée qu'en stabulation statique, avec formation de plus gros cristaux, par les substances inhibitrices des cristallisation.

β) La bentonite constitue la meilleure préparation d'un vin en vue d'un traitement par le froid en régime statique et dynamique. D'un point de vue concrêt, c'est une dépense inutile pour un vin de Champagne d'utiliser la bentonite à des teneurs supérieures à 25 g par hectolitre — 30 g par hectolitre. On constate, en effet, que des doses de 40 g par hectolitre ou 50 g par hectolitre ne conduisent pas à une efficacité supérieure du traitement par le froid, qui plus est, une addition excessive de bentonite peut conduire à un appauvrissement en protéines, préjudiciable à la quantité et la tenue de mousse du vin champagnisé.

γ) Les résultats observés avec les échantillons filtrés, en particulier en stabulation, nous apparaissent quelque peu inattendus. En effet, il est généralement admis que la filtration d'un vin sur plaque assez fine serait à l'origine d'une chute de colloïdes gênant la cristallisation. Nous n'observons pas, en fait, dans nos essais de différences notables entre un filtre sur plaques dégrossissantes et un filtre sur plaques stérilisantes. L'interprétation pouraît en être que l'éventuelle élimination de colloïdes par filtration serrée serait, dans le même temps, à l'origine d'une disparition d'une certaine quantité de germes de cristallisation.

En pratique, il apparaît donc qu'une filtration sur Kieselguhr fin ou un collage moyen à la bentonite suffisent à préparer un vin brut pour sa stabilisation.

VI. *APPROCHES A LA QUANTIFICATION D'UN EFFET COLLOIDE PROTECTEUR*

La notion d'effet « colloïde protecteur » dans les vins reste actuellement encore, une notion essentiellement qualitative et même les spé-

cialistes éprouvent un certain désarroi lorsqu'il s'agit de quantifier les interactions de ces substances. La littérature récente (DUNSFORD et BOULTON, 1981 ; BOULTON, 1982) montre qu'une meilleure connaissance de l'effet colloïde protecteur exige une étude cinétique approfondie du phénomène de cristallisation du bitartrate de potassium. C'est dans cette optique que nous avons envisagé l'étude de la cinétique d'augmentation de conductivité à 20° C par ajout de 4 g de bitartrate de potassium par litre à des échantillons différemment collés d'un même vin soumis à stabulation statique pendant 10 jours à —4° C.

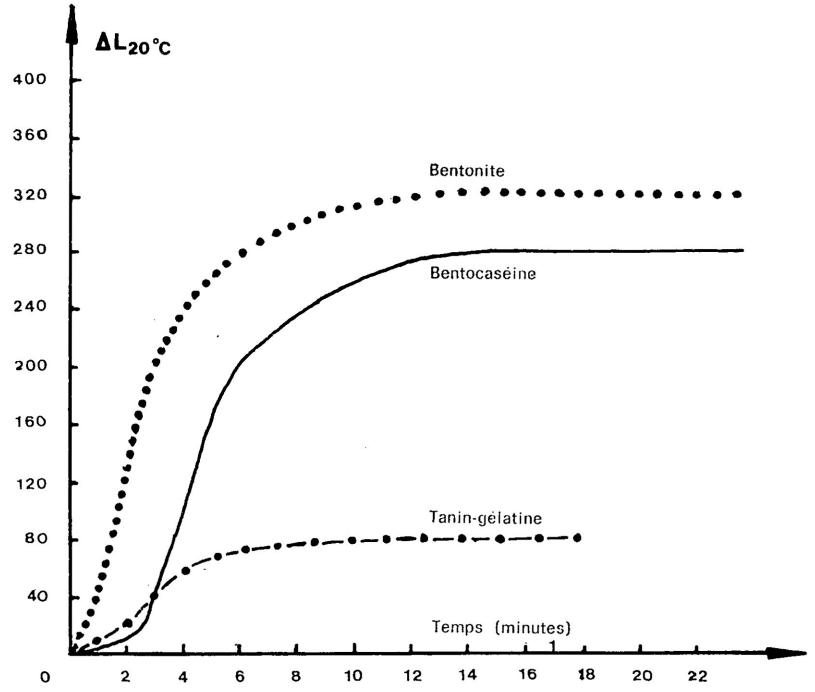


Fig. 4. — Cinétique de l'augmentation à 20° C de la conductance d'un vin de base champenois traité par le froid artificiel, après ajout de 4 g de bitartrate de potassium par litre. Effet de la nature du collage du vin.
Bentonite (50 g/hl) ; Bentocaséine (40g/hl) ; Tanin-gélatine (8 cl/hl - 8 cl/hl)

Il apparaît (figure 4) que la bentonite, réputée favorisant le mieux la cristallisation du bitartrate de potassium en assure aussi une dissolution la plus rapide et la plus importante. On constate, en effet, qu'avec ce collage la concentration en sel tartrique est quatre fois supérieure à celle observée avec le collage tanin-gélatine. De plus, la bentonite assure la dissolution en un temps plus court ; ainsi en 4 mn et 12 mn d'agitation la quantité de bitartrate dissoute est 4 fois supérieure. A partir de ces premiers résultats il apparaît possible de quantifier, au moins de manière relative, l'effet colloïde protecteur des divers adjuvants de collage. Nous pensons que la technique conductimétrique de WURDIG est un moyen

d'accès relativement aisé pour une meilleure connaissance des substances à effet colloïde protecteur et ceci en relation avec leur nature et leur structure. Des essais en cours devraient permettre de préciser ce point.

CONCLUSION

A l'échelle de la pratique, il apparaît que la nature du collage d'un vin est déterminante pour l'efficacité du traitement par le froid artificiel, en particulier par la technique de stabulation. La bentonite conduit, en stabulation comme en régime dynamique, à la meilleure efficacité. Une addition de bentonite à une dose supérieure à 25-30 g par hectolitre n'a mène aucune efficacité supplémentaire et de plus, peut être à l'origine de difficultés au stade du remuage et conduire à des vins à qualité et de tenue de mousse médiocres. En pratique, un traitement efficace par le froid artificiel d'un vin de base champenois doit conduire à une teneur en potassium voisine de 330 g par litre, c'est-à-dire à une température de saturation proche de 9° C. C'est du moins ce qui a été établi de manière statistique sur les vins de la récolte 1982.

D'un point de vue théorique, le contrôle par conductimétrie apparaît comme une méthode de choix pour une meilleure connaissance de l'effet colloïde protecteur des colles utilisées. Cette approche devrait permettre de proposer dans l'avenir, au praticien champenois, la conduite à tenir au niveau du collage du vin et lui faire disposer ainsi, de la solution la plus efficace et la plus œnologique.

Manuscrit reçu le 5 octobre 1983 ; accepté pour publication le 22 décembre 1983

Les auteurs remercient MM. PERIN J., Œnologue, Ingénieur au Comité Interprofessionnel du Vin de Champagne et M. JESTIN, Œnologue à la Maison DUVAL LEROY pour leur disponibilité bienveillante. Ils sont reconnaissants à la Station Œnotechnique (Magenta) pour son aide matérielle et les excellentes conditions de travail qu'elle leurs a fournies.

RÉSUMÉ

Un moyen de contrôle d'efficacité de traitement par le froid artificiel utilisable en stabulation comme un régime dynamique est proposé.

Il est montré que la préparation du vin, et en particulier la nature de son collage, a une influence déterminante sur l'efficacité du traitement par le froid artificiel, en particulier en stabulation. L'addition de bentonite aux vins de base champenois apparaît comme le meilleur adjuvant de collage.

Une première approche de quantification d'effet colloïde protecteur est envisagée à partir de mesures de conductance selon la technique de WURDIG.

SUMMARY

A means to check the efficiency of refrigeration is offered, which can be used in « stabulation » as well as in a dynamic circulation.

The preparation of wine — and particularly the nature of its clarifying process — is shown to widely influence the efficiency of refrigeration, especially in « stabulation ».

Treating the basic wines from Champagne through bentonite seems to be the best clarifying adjuvant.

The conductance measures according to WURDIG'S technique enable to contemplate a first study on the quantitative measuring of the protecting, colloïd effect.

ZUSAMMENFASSUNG

Eine Möglichkeit um die Wirksamkeit der Behandlung durch Kunstkälte zu kontrollieren sei es in Strabulation oder in dynamischen Verhältnis, ist vorgeschlagen.

Man zeigt, dass die Vorbereitung des Weines, und besonders die Natur seiner Klärung, ein entschliesslicher Einfluss hat, was die Wirksamkeit der Behandlung durch Kunstkälte anbelangt.

Die Behandlung mit Bentomine der Grundchaumweine erscheint als bestes Hilfsmittel für die Klärung.

Eine erste Annäherung für die Messung der colloidischen Protektionswirkung ist vorgeschlagen, von der Messung der Konduktanzen an. (Technik von WURDIG).

RESUMEN

Se propone un medio de control de la eficacia del tratamiento por frio artificial utilizable en estabulación del vino y en particular la naturaleza del encolado tiene una influencia determinante sobre la eficacia del tratamiento por frio artificial, en particular en la estabulación. El tratamiento a la bentonita de los vinos de base « champenois » se presenta como el mejor sucedaneo del encolado.

na primera aproximación de cuantificación del efecto coloide protector a sido considerada a partir de las medidas de conductancia según la técnica de WURDIG.

RIASSUNTO

Un mezzo di controllo dell'efficacità del trattamento con il freddo artificiale che si utilizza in stabulazione come in regime dinamico è proposto.

E dimostrato che la preparazione del vino ha un'influenza determinante sull'-efficacità del trattamento con il freddo artificiale specialmente in stabulazione. L'aggiunta di bentonite nei vini di basi di Champagne sembra il meglio adiuvante di chiarificazione.

Un primo studio di quantificazione d'effetto colloido prottetore é analizzato a partire di misuri di conduttanza secondo la tecnica di WURDIG.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BERG H.-W. et KEEFER R.M., 1958. Anaytical determination of tartrate stability in wine. *Am. J. Enol.*, **9**, N° 4, 180-193.

BOULTON R., 1982. La cinétique de la précipitation du bitartre de potassium dans les vins. *Rev. Fr. Œnol.*, N° 87, 97-100.

DUNSFORD P. et BOULTON R., 1981. The kinetics of potassium bitartrate crystallisation from tables wines. I - Effect of particles size, particle surface area and agitation. II - Effect of temperature and cultivar. *Am. J. Enol. and Vitic.*, **312**, N° 1, 100-105 ; 106-110.

MULLER Th. et WURDIG G., 1978. Das Minikontaktverfahrenein einfacher Test zur Prüfung auf Weinsteinstabilität. *Die Weinwirtschaft*, 114, 857-861.

PERIN J., 1982. La stabilisation des vins par le froid en Champagne. *Rev. Fr. Œnol.*, N° 87, 105-108.

SALGUES M., HEITZ F. et BIDAN P., 1982. Réflexion sur la cristallisation du tartre dans les vins. *Bull. O.I.V.*, **55**, N° 613, 229.

WURDIG G., MULLER Th. et FRIEDRICH G., 1982. Méthode pour caractériser la stabilité du vin vis-à-vis du tartre par détermination de la température de saturation. *Bull. O.I.V.*, **55**, N° 613, 220.

WURDIG G., MULLER Th. et FRIEDRICH G., 1980. Untersuchen zur Weinsteinstabilität. Bestimmung der Sättingungstemperatur von Weinen durch Leitfähigkeimessung. *Die Weinwirtschaft*, **116**, 720.