Connaissance Vigne Vin, 1983, **17**, N° 2, 121-136.

# PRÉVENTION DES PRÉCIPITATIONS TARTRIQUES DANS LES VINS AU MOYEN DU TRAITEMENT EN CONTINU PAR LE FROID

M. SERRANO *, P. SUDRAUD ** et P. RIBÉREAU-GAYON *

* Institut d'Œnologie, Université de Bordeaux II
351, cours de la Libération, 33405 Talence Cédex

** Station Agronomique et Œnologique
351, cours de la Libération, 33405 Talence Cédex

Travail effectué avec la collaboration technique de Jacqueline GUYONNET et J. GAYE

## INTRODUCTION

La stabilisation des vins vis-à-vis des précipitations des sels de bitartrate de potassium constitue toujours un problème d'actualité. Depuis quelques années sont proposées des techniques devant permettre d'obtenir des résultats plus rapides que la stabilisation par stabulation à basse température pendant plusieurs jours. Le procédé par contact, proposé par MÜLLER-SPÄTH (1977), a été étudié en détail par BLOUIN et *al.* (1979). Les possibilités du traitement en continu avec l'appareil VINIPAL ont été données par VIALATTE (1979).

Pour notre part, nous avons suivi des essais de stabilisation tartrique en continu, réalisés avec les appareils VINIPAL et GASQUET dans des entreprises vinicoles de la Gironde.

Dans une première partie, les matériels industriels utilisés sont brièvement décrits. Les méthodes analytiques de contrôle de la stabilité des vins vis-à-vis des précipitations tartriques sont détaillées et critiquées.

Dans une deuxième partie, nous donnons les résultats obtenus avec l'appareil VINIPAL. L'étude de certains facteurs : recyclage du vin au début de la réfrigération, filtration sur plaques serrées avant ou après le traitement, influence d'un traitement physique d'Ultra-dipersion, nous a permis de dégager un nouveau mode de conduite de l'appareil ; les résultats d'une série d'essais sont analysés.

Dans la troisième partie, nous donnons les résultats obtenus lors du traitement industriel de plusieurs vins blancs et vins rouges de la Gironde réalisé avec l'appareil GASQUET. En particulier l'influence d'une addition de cristaux de bitartrate de potassium dans le cristallisateur est discutée.

Dans tous les cas où cela a été possible, les essais industriels effectués en continu sont comparés à la stabulation à basse température pendant plusieurs jours.

## MATERIELS ET METHODES

### I. — MATERIELS INDUSTRIELS UTILISES

Le principe du traitement en continu consiste à provoquer l'apparition rapide de micro-cristaux dans le vin et à faciliter ensuite leur grossissement.

Les schémas des deux matériels utilisés sont donnés figure 1 et figure 2. Ils permettent des débits de l'ordre de 30 à 40 hl/h. Par rapport à l'appareil VINIPAL, le matériel GASQUET présente certaines différences techniques ; en particulier, le cristallisateur est de plus grande capacité (70 hl au lieu de 20 hl) et il est muni d'un système d'agitation et de recyclage des cristaux.

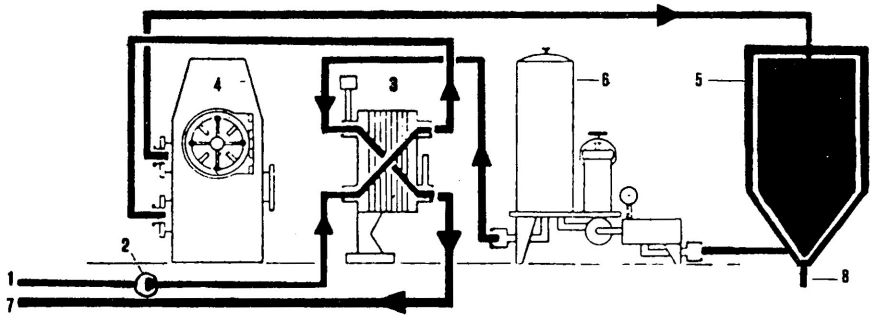



Fig. 1. — Principe de fonctionnement de l'appareil VINIPAL

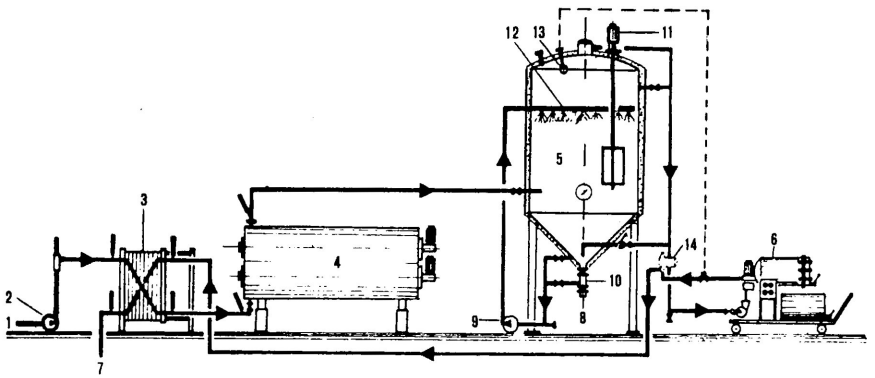



Fig. 2. — Principe de fonctionnement de l'appareil GASQUET

1 — Vin à réfrigérer
2 — Pompe d'alimentation
3 — Echangeur à plaques
4 — Générateur de froid
5 — Cristallisateur
6 — Fitre kieselguhr
7 — Vin stabilisé
8 — Extraction des tartres
9 — Pompe de recyclage des cristaux
10 — Sas de visibilité
11 — Agitateur
12 — Diffuseur de cristaux
13 — Dispositif de lavage
14 — Régulateur de débit

## II. — METHODES ANALYTIQUES DE CONTROLE DE LA STABILITE DU BITARTRATE DE POTASSIUM DANS LES VINS.

### 1°) Calcul du produit de concentration (Pc) des ions bitartrate [HT—] et potassium [K+].

BERG et KEEFER (1958) ont proposé le calcul du produit de concentration (Pc) afin d'étudier la stabilité des vins vis-à-vis des précipitations de bitartrate de potassium. Ils ont essayé d'établir, pour une température donnée, des comparaisons entre la valeur du Pc et la solubilité du bitartrate de potassium dans des solutions hydroalcooliques de même titre que les vins, exprimée par le produit de solubilité (Ps) des ions [K+] et [HT—]. Si les vins se comportaient comme des solutions synthétiques, un vin stable à une température donnée, devrait avoir un Pc égal à la valeur du Ps d'une solution hydroalcoolique de même titre que le vin, à la même température. Mais de nombreux contrôles analytiques ont prouvé que les vins stables après réfrigération industrelle à — 4 °C ont toujours des valeurs des Pc (voisines ou supérieures à $10 \times 10^{-5}$) très supérieures aux valeurs correspondantes des Ps ($1{,}8 \times 10^{-5}$ à $2{,}6 \times 10^{-5}$). Le vin ne se comporte pas comme une solution simple. Des travaux ont montré que, dans le vin, les différents anions et cations (PEYNAUD et *al.*, 1964 ; PILONE et BERG, 1965) modifient les équilibres. De même les protéines (DIEMAIR et MAIER, 1962), la matière colorante (BALAKIAN et BERG, 1968), les colloïdes (USSEGLIO-TOMASSET, 1976) maintiennent le bitartrate de potassium en solution sursaturée. La comparaison des Pc aux Ps correspondants ne permet donc pas de contrôler la stabilité du bitartrate de potassium dans les vins.

D'autres auteurs ont réalisés des études statistiques sur de nombreux vins américains (BERG et AKIOSHI, 1971) et français (AUDOUIT et BLOUIN, 1979 ; BLOUIN, 1981). Ils ont essayé de chiffrer, pour les vins blancs et les vins rouges, une valeur limite du Pc, au-dessous de laquelle les vins sont à l'abri d'une précipitation de bitartrate de potassium ; les vins étudiés ont été « stabilisés » par réfrigération au laboratoire, dans différentes conditions expérimentales. Toutefois, ces auteurs constatent que pour certains vins stables la valeur des Pc est nettement supérieure à la valeur du Pc limite ; par conséquent l'utilisation des valeurs limites du Pc ne présente qu'un intérêt limité pour apprécier la stabilité des vins.

Dans l'état actuel de nos connaissances l'utilisation de la valeur du produit de concentration des ions bitartrate et potassium ne permet que de comparer, pour un même vin, l'efficacité des différentes conditions opératoires d'un procédé de stabilisation ou le résultat de deux techniques différentes. En effet, la stabilité du vin, vis-à-vis des précipitations de bitartrate de potassiun est d'autant plus satisfaisante que la valeur du produit de concentration des ions bitartrate et potassium est basse.

Pour tous les essais, les valeurs des produits de concentration des ions bitartrate et potassium des vins sont calculées avant et après les traitements industriels, selon la méthode décrite par BERG et KEEFER (1958).

Le titre alcoométrique est dosé par densimétrie après distillation par entraînement à la vapeur (RIBÉREAU-GAYON et *al.*, 1972).

Le pH est mesuré avec une électrode de verre (RIBÉREAU-GAYON et *al.*, 1972).

L'acide tartrique est déterminé par la méthode colorimétrique de Rebelein modifiée par VIDAL et BLOUIN (1978).

Le potassium est dosé par photométrie de flamme (RIBÉREAU-GAYON et *al.*, 1972). Lorsque le calcium est déterminé il est dosé par spectrométrie d'absorption atomique.

2°) Essai de tenue à — 4 °C

Les observations réalisées sur vingt-huit vins blancs secs et vingt-huit vins rouges, instables, de la région de Bordeaux, permettent de faire les remarques suivantes : Pour les vins blancs secs 81 p. 100 des échantillons abandonnent un dépôt cristallin dans les deux premiers jours ; tous les vins présentent un dépôt au bout de 8 jours. Pour les vins rouges 52 p. 100 des échantillons donnent un dépôt tartrique dans les 2 premiers jours, 84 p. 100 au bout de 8 jours, 96 p. 100 au bout de 15 jours. Les autres vins précipitent avant 1 mois.

Ces observations montrent que le test décrit par BERG et KEEFER (1958), qui consiste à contrôler la tenue des vins après stabulation pendant 2 jours à — 4 °C, est insuffisant.

Pour cette raison, dans tous nos essais, les différents échantillons sont placés en chambre froide à — 4 °C pendant 1 mois. La présence de dépôt cristallin est contrôlée tous les 2 jours.

## RESULTATS

I. — APPAREIL VINIPAL.

1°) Essais préliminaires.

Cinq vins blancs secs et neuf vins rouges sont traités comparativement avec l'appareil VINIPAL et par stabulation pendant 6 jours à — 4 °C. Les vins sont préalablement collés et filtrés sur kieselguhr. Les résultats montrent que les cinq vins blancs sont stabilisés par stabulation alors que deux seulement sont stables après le traitement VINIPAL. En ce qui concerne les neufs vins rouges, deux sont stabilisés par les deux procédés, un est stabilisé par le matériel VINIPAL, un autre uniquement par stabulation ; les cinq derniers demeurent instables quel que soit le traitement.

Pour les vins blancs et les vins rouges, lorsque les deux procédés conduisent à des résultats positifs, la stabultion donne le plus souvent les valeurs de Pc les plus basses ; elle est donc ici plus efficace.

Les résultats de ces premiers essais sont manifestement insuffisants. Mais ils sont obtenus sur de faibles volumes (50 hl) ; pour chaque vin, l'appareil a fonctionné à peine plus d'une heure. On conçoit que, dans ces conditions, l'accumulation de cristaux dans le cristallisateur puisse être insuffisante. Il était donc intéressant d'étudier l'effet d'un éventuel recyclage du vin dans l'appareil au début du traitement. Cette opération doit jouer un rôle important, surtout lorsqu'il s'agit de volumes limités.

2°) Influence de la durée du recyclage.

Afin de vérifier l'utilité du recyclage du premier volume réfrigéré, un vin blanc sec collé à la gélatine (7 g/hl) et à la bentonite (60 g/hl) et filtré sur kieselguhr deux jours après le collage, est traité dans les conditions suivantes. Avant le début du traitement le cristallisateur est vidangé et rincé ; il est donc exempt de germes de cristallisation. Après remplissage de l'appareil et lorsque la température du traitement est atteinte, on fait circuler le vin en circuit fermé entre le groupe frigorifique, le cristallisateur et le filtre kieselguhr (figure 1). Des échantillons sont prélevés à la sortie du filtre au début du recyclage après 15 minutes, 30 minutes, 1 heure, 1 h 30 mn et 2 heures. Les déterminations analytiques et les résultats des essais de tenue sont rassemblés dans le tableau I. Ils montrent qu'une période d'induction des cristaux d'au-moins 1 heure est nécessaire pour obtenir la stabilisation du vin. Les teneurs en calcium ne sont pas modifiées. Le recyclage du vin au début du traitement doit être systématiquement réalisé. Il revêt une grande importance, surtout pour le traitement de petits volumes.

3°) Influence d'une filtration sur plaques serrées effectuée avant traitement.

On sait que le traitement par le froid est plus efficace sur les vins filtrés que sur les vins bruts (RIBÉREAU-GAYON et *al.*, 1977). De même, BRUGIRARD (1979) constate que des vins stables vis-à-vis des précipitations cristallines deviennent instables après une filtration serrée sur plaques ou sur membranes. En utilisant des vins déjà préfiltrés sur kieselguhr, il semblait intéressant de préciser, au laboratoire, l'influence d'une deuxième filtration avec des plaques serrées sur l'efficacité du traitement par le froid. Dans l'éventualité de résultats satisfaisants, un filtre à plaques pourrait être placé à l'entrée des appareils fonctionnant en continu afin d'améliorer leur efficacité.

L'essai est conduit sur deux vins blancs secs et trois vins rouges préfiltrés sur kieselguhr. Ces préfiltrations industrielles ont été réalisées avec des adjuvants serrés, les vins présentent des turbidités faibles voi-

sines de 3,0 mg de silice par litre. L'expérimentation est ensuite poursuivie au laboratoire dans des récipients de 1 litre. Pour chaque vin, un échantillon filtré sur plaque serrée et un échantillon simplement préfiltré sur kieselguhr sont placés en chambre froide (— 4 °C) pendant 6 jours. Une troisième bouteille sert de témoin. Les contrôles analytiques et les résultats des essais de tenue sont rassemblés dans le tableau II.

## TABLEAU I

**Influence du recyclage du vin sur la précipitation du bitartrate de potassium au début du traitement vinipal**

Titre alcoométrique du vin : 11,85 % vol.

| | pH | Acide tartrique (g/l) | Potassium (g/l) | PC ($\times 10^{-5}$) | Essai de tenue* | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | 2 | 8 | 15 | 30 |
| témoin | 3,36 | 1,84 | 0,900 | 17,7 | +++ | ++++ | ++++ | ++++ |
| t = 0 mn | 3,34 | 1,38 | 0,860 | 12,5 | ++ | +++ | +++ | +++ |
| t = 15 mn | 3,34 | 1,38 | 0,840 | 12,2 | + | +++ | +++ | +++ |
| t = 30 mn | 3,34 | 1,38 | 0,840 | 12,2 | - | ++ | ++ | ++ |
| t = 1 h | 3,34 | 1,34 | 0,840 | 11,8 | - | - | - | - |
| t = 1 h 30 mn | 3,34 | 1,34 | 0,840 | 11,8 | - | - | - | - |
| t = 2 h | 3,34 | 1,20 | 0,840 | 10,6 | - | - | - | - |

* La durée des essais de tenue est exprimée en jours.

Importance du dépôt : — absence ; + très faible ; ++ faible ; +++ important ; ++++ très important.

Pour quatre vins sur cinq la filtration sur plaques ne conduit pas à une meilleure stabilisation vis-à-vis des précipitations de bitartrate de potassium comme le montrent les valeurs des Pc ; un seul résultat positif est obtenu. Les teneurs en calcium demeurent inchangées.

Les résultats de cet essai de laboratoire montrent qu'une filtration sur plaques serrées avant traitement par le froid n'est pas indispensable ; des préfiltrations sur kieselguhr avec des adjuvants bien adaptés semblent suffisantes.

4°) Influence d'une filtration sur plaques serrées à la sortie de l'appareil VINIPAL.

Il a été conseillé par le fabricant de l'appareil VINIPAL de placer un filtre à plaques en série après le filtre à kieselguhr afin d'améliorer la rétention des cristaux les plus fins qui peuvent traverser le premier filtre.

**TABLEAU II**

**Influence d'une filtration sur plaques serrées avant traitement par le froid sur les précipitations du bitartrate de potassium**

Essai de laboratoire

| Vins (1) et traitements | | | pH | Acide tartrique (g/l) | Potassium (g/l) | PC ($\times 10^{-5}$) | Essai de tenue |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Blancs secs | N° 1 (11,1) | T | 3,09 | 2,80 | 0,800 | 19,9 | + |
| | | F K | 3,04 | 2,05 | 0,580 | 10,0 | - |
| | | F P S | 3,04 | 2,25 | 0,605 | 11,5 | - |
| | N° 2 (10,7) | T | 3,36 | 2,25 | 1,060 | 25,4 | + |
| | | F K | 3,28 | 0,82 | 0,740 | 6,2 | - |
| | | F P S | 3,28 | 0,80 | 0,755 | 6,2 | - |
| Rouges | N° 1 (11,6) | T | 3,65 | 1,80 | 1,235 | 25,3 | + |
| | | F K | 3,63 | 1,20 | 1,070 | 14,6 | - |
| | | F P S | 3,64 | 1,25 | 1,070 | 15,1 | - |
| | N° 2 (11,9) | T | 3,67 | 2,00 | 1,235 | 28,1 | + |
| | | F K | 3,66 | 1,30 | 1,150 | 17,1 | + |
| | | F P S | 3,64 | 1,45 | 1,110 | 18,4 | + |
| | N° 3 (11,8) | T | 3,58 | 2,40 | 1,120 | 30,6 | + |
| | | F K | 3,56 | 1,60 | 1,020 | 18,6 | + |
| | | F P S | 3,56 | 1,10 | 0,915 | 11,4 | - |

(1) Sous le n° du vin figure, entre parenthèses, son titre alcoométrique.
+ présence d'un dépôt tartrique ; — absence d'un dépôt tartrique.
T = témoin ; FK = après filtration sur kieselguhr ; FPS = après filtration sur kieselguhr et sur plaques serrées.

Ce mode de conduite est étudié au cours du traitement de deux vins blancs secs et deux vins rouges. Avant traitement les vins rouges sont collés à la gélatine (7 g/hl), les vins blancs à la gélatine (7 g/hl) et à

la bentonite (60 g/hl) ; ils sont filtrés sur kieselguhr deux jours après collage. Lors des traitements, les échantillons sont prélevés à la sortie du filtre à kieselguhr et du filtre à plaques placé en série. Les déterminations analytiques et les résultats des essais de tenue sont rassemblés dans le tableau III.

L'utilisation d'un filtre à plaques serrées, à la sortie de l'appareil VINIPAL, diminue légèrement la valeur du Pc des vins traités, mais l'amélioration de la stabilité à l'égard des précipitations tartriques n'est pas évidente (résultats des essais de tenue). La mise en œuvre de cette deuxième filtration ne semble pas justifiée compte tenu des frais occasionnés.

**TABLEAU III**

**Influence d'une filtration sur plaques serrées à la sortie de l'appareil VINIPAL sur la rétention des cristaux de bitartrate de potassium**

| Identification du vin(1) | Niveau du prélèvement | pH | Acide tartrique (g/l) | Potassium (g/l) | PC ($\times 10^{-5}$) | Essai de tenue |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Blanc sec n° 1 (12,1) | T | 3,31 | 1,95 | 0,950 | 19,2 | + |
| | SFK | 3,30 | 1,70 | 0,910 | 15,9 | + |
| | SFP | 3,30 | 1,80 | 0,900 | 16,7 | + |
| Blanc sec n° 2 (11,0) | T | 3,33 | 1,15 | 0,880 | 10,7 | - |
| | SFK | 3,33 | 1,00 | 0,880 | 9,3 | - |
| | SFP | 3,33 | 1,00 | 0,860 | 9,1 | - |
| Rouge n° 1 (10,7) | T | 3,48 | 3,65 | 1,250 | 50,9 | + |
| | SFK | 3,49 | 3,30 | 1,140 | 41,9 | + |
| | SFP | 3,48 | 3,05 | 1,100 | 37,3 | + |
| Rouge n° 2 (11,0) | T | 3,56 | 2,20 | 1,180 | 29,5 | + |
| | SFK | 3,54 | 1,95 | 1,080 | 23,8 | + |
| | SFP | 3,54 | 1,90 | 1,060 | 22,8 | + |

(1) Sous le n° du vin figure, entre parenthèses, son titre alcoométrique.

T = Témoin
SFK = Sortie filtre kieselguhr
SFP = Sortie filtre plaques serrées

\+ présence d'un dépôt tartrique
— absence d'un dépôt tartrique

5°) Influence d'un traitement physique d'ultra-dispersion sur les précipitations tartriques au cours d'un traitement par le froid.

Il a été montré par HAUSHOFER et SZEMELIKER (1973) que le traitement du vin par les ultra-sons accélère les précipitations tartriques. En partant de cette observation nous avons étudié dans quelles conditions

l'ultra-dispersion peut conduire à des résultats similaires. En effet, cette technique est un traitement mécanique qui provoque une violente agitation du vin et modifie sa structure colloïdale (DUBOURDIEU et *al.*, 1976). Si l'ultra-dispersion accélère les précipitations tartriques elle pourrait être associée à un traitement de stabilisation par le froid afin d'améliorer son efficacité.

Un essai de laboratoire est réalisé avec l'ultra-disperseur décrit par DUBOURDIEU et *al.* (1976). Cinq vins blancs secs et cinq vins rouges sont placés en chambre froide (— 4 °C) pendant 6 jours. Pour chaque vin, deux échantillons subissent un traitement d'ultra-dispersion avant et pendant le traitement par le froid, un troisième échantillon ne subit pas de traitement mécanique, un quatrième échantillon (témoin) n'est pas placé en chambre froide.

Les résultats sont rassemblés dans le tableau IV. Dans la plupart des cas, la mise en œuvre de l'ultra-dispersion ne permet pas d'obtenir une précipitation plus importante du bitartrate de potassium comme le montre la valeur des Pc. Cependant cette technique permet de stabiliser deux vins blancs et deux vins rouges ; pourtant les valeurs des Pc des vins ainsi traités sont plus élevées que celles obtenues après 6 jours de stabulation. L'ultra-dispersion n'a pas d'incidence sur les teneurs en calcium.

Dans ces essais l'ultra-dispersion ne permet pas d'obtenir suffisamment de résultats positifs pour justifier sa mise en œuvre industrielle afin d'améliorer l'efficacité des traitements de stabilisation par le froid.

6) Essais industriels.

A la suite des résultats insuffisants obtenus lors des essais préliminaires avec l'appareil VINIPAL et des observations précédemment développées, une nouvelle série d'essais industriels a été réalisée. Avant traitement tous les vins sont préfiltrés sur kieselguhr avec des adjuvants serrés (turbidité après filtration comprise entre 2,5 et 3 mg de silice par litre). Après la mise en route de l'appareil, lorsque la température proche du point de congélation est atteinte, le premier vin est recyclé durant 1 heure, avant d'effectuer l'alimentation en continu.

Trois vins blancs secs et cinq vins rouges sont ainsi traités. Parallèlement chaque vin est réfrigéré pendant 6 jours de stabulation à — 4 °C. Les résultats des différents contrôles sont rassemblés tableau V.

Les trois vins blancs secs et deux vins rouges sont stabilisés par les deux techniques ; pour deux vins, un blanc et un rouge, les valeurs de Pc obtenues avec le procédé VINIPAL sont légèrement plus faibles qu'avec une stabulation de 6 jours à — 4 °C. Pour les trois autres vins,

## TABLEAU IV

### Influence de l'ultra-dispersion sur les précipitations de bitartrate de potassium au cours d'un traitement par le froid

Essai de laboratoire

| Vins[1] et traitements | | | pH | Acide tartrique (g/l) | Potassium (g/l) | PC ($\times 10^{-5}$) | Essai de tenue |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Blancs secs | N° 1 (11,1) | T | 3,09 | 2,80 | 0,800 | 24,4 | + |
| | | PUD | 3,04 | 2,05 | 0,580 | 10,1 | - |
| | | UDAF | 3,04 | 2,05 | 0,580 | 10,1 | - |
| | | UDPF | 3,03 | 1,80 | 0,530 | 8,1 | - |
| | N° 2 (10,7) | T | 3,36 | 2,25 | 1,060 | 23,4 | + |
| | | PUD | 3,28 | 0,82 | 0,740 | 6,3 | - |
| | | UDAF | 3,28 | 0,80 | 0,740 | 6,1 | - |
| | | UDPF | 3,26 | 0,80 | 0,695 | 5,5 | - |
| | N° 3 (13,4) | T | 3,11 | 2,20 | 0,635 | 12,2 | + |
| | | PUD | 3,14 | 1,80 | 0,635 | 10,5 | + |
| | | UDAF | 3,13 | 2,10 | 0,635 | 12,3 | - |
| | | UDPF | 3,13 | 2,10 | 0,635 | 12,3 | - |
| | N° 4 (11,6) | T | 3,27 | 1,60 | 0,875 | 14,0 | + |
| | | PUD | 3,30 | 1,30 | 0,875 | 11,8 | + |
| | | UDAF | 3,29 | 1,50 | 0,875 | 13,5 | - |
| | | UDPF | 3,29 | 1,35 | 0,860 | 12,2 | - |
| Rouges | N° 1 (11,6) | T | 3,65 | 1,80 | 1,235 | 25,3 | + |
| | | PUD | 3,63 | 1,20 | 1,070 | 14,6 | - |
| | | UDAF | 3,63 | 1,25 | 1,070 | 15,1 | - |
| | | UDPF | 3,62 | 1,30 | 1,090 | 16,2 | - |
| | N° 2 (11,9) | T | 3,67 | 2,00 | 1,235 | 28,1 | + |
| | | PUD | 3,66 | 1,30 | 1,150 | 17,2 | + |
| | | UDAF | 3,66 | 1,80 | 1,130 | 23,2 | - |
| | | UDPF | 3,66 | 1,40 | 1,110 | 17,7 | - |
| | N° 3 (12,3) | T | 3,60 | 1,80 | 1,130 | 23,2 | + |
| | | PUD | 3,60 | 1,80 | 1,130 | 23,2 | + |
| | | UDAF | 3,60 | 1,80 | 1,130 | 23,2 | - |
| | | UDPF | 3,60 | 1,80 | 1,130 | 23,2 | - |
| | N° 4 (11,8) | T | 3,58 | 2,40 | 1,120 | 30,6 | + |
| | | PUD | 3,56 | 1,60 | 1,020 | 18,4 | + |
| | | UDAF | 3,56 | 1,60 | 1,020 | 18,4 | + |
| | | UDPF | 3,55 | 1,60 | 1,010 | 18,2 | + |
| | N° 5 (11,8) | T | 3,58 | 2,40 | 1,070 | 29,2 | + |
| | | PUD | 3,57 | 2,20 | 1,070 | 26,7 | + |
| | | UDAF | 3,55 | 2,20 | 1,030 | 25,7 | + |
| | | UDPF | 3,52 | 2,40 | 1,050 | 28,2 | + |

(1) Sous le n° du vin figure, entre parenthèses, son titre alcoométrique.
T : témoin ; PUD : pas d'ultra-dispersion ;
UDAF : ultra-dispersion avant le traitement par le froid ;
UDPF : ultra-dispersion pendant le traitement par le froid ;
+ présence d'un dépôt tartrique ; — absence d'un dépôt tartrique.

deux blancs et un rouge, on fait l'observation inverse. Lorsque la réfrigération traditionnelle ne permet pas d'obtenir de stabilisation, le procédé en continu ne donne pas de meilleurs résultats. Comme on pouvait le supposer l'appareil VINIPAL ne modifie pas les teneurs en calcium.

## TABLEAU V

### Résultats des traitements de stabililsation tartrique effectués avec l'appareil VINIPAL

| Vins[1] et traitements | | | pH | Acide tartrique (g/l) | Potassium (g/l) | PC ($x10^{-5}$) | Essai de tenue |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Blancs secs | N° 1 (10,9) | T | 3,32 | 2,15 | 0,895 | 19,9 | + |
| | | TC | 3,23 | 1,00 | 0,650 | 6,5 | - |
| | | TV | 3,23 | 1,15 | 0,695 | 8,0 | - |
| | N° 2 (11,0) | T | 3,24 | 2,10 | 0,740 | 15,6 | + |
| | | TC | 3,24 | 2,20 | 0,725 | 15,3 | - |
| | | TV | 3,23 | 2,00 | 0,680 | 13,6 | - |
| | N° 3 (11,2) | T | 3,38 | 1,94 | 0,960 | 20,2 | + |
| | | TC | 3,33 | 1,00 | 0,710 | 7,6 | - |
| | | TV | 3,31 | 1,74 | 0,810 | 14,5 | - |
| Rouges | N° 1 (11,4) | T | 3,53 | 2,60 | 0,930 | 27,3 | + |
| | | TC | 3,52 | 2,40 | 0,930 | 25,0 | - |
| | | TV | 3,52 | 2,40 | 0,895 | 24,0 | - |
| | N° 2 (11,6) | T | 3,50 | 2,45 | 0,930 | 25,4 | + |
| | | TC | 3,50 | 2,30 | 0,895 | 23,0 | - |
| | | TV | 3,51 | 2,40 | 0,915 | 24,7 | - |
| | N° 3 (12,0) | T | 3,72 | 1,65 | 1,330 | 24,9 | + |
| | | TC | 3,71 | 1,61 | 1,305 | 23,8 | + |
| | | TV | 3,71 | 1,62 | 1,305 | 24,1 | + |
| | N° 4 (11,8) | T | 3,46 | 2,32 | 1,090 | 27,9 | + |
| | | TC | 3,46 | 2,17 | 1,050 | 25,2 | + |
| | | TV | 3,46 | 2,25 | 1,090 | 27,1 | + |
| | N° 5 (11,7) | T | 3,49 | 2,00 | 1,030 | 23,0 | + |
| | | TC | 3,49 | 2,00 | 1,010 | 22,6 | + |
| | | TV | 3,49 | 2,00 | 1,010 | 22,6 | + |

(1) Sous le n° du vin figure, entre parenthèses, son titre alcoométrique.
T : témoin avant traitement
TC : après traitement classique
TV : après traitement VINIPAL ;
+ présence d'un dépôt tartrique
— absence d'un dépôt tartrique

## TABLEAU VI

### Résultats des traitements de stabililsation tartrique effectués avec l'appareil GASQUET

| Vins[1] et traitements | | | pH | Acide tartrique (g/l) | Potassium (g/l) | PC ($\times 10^{-5}$) | Essai de tenue |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Blancs secs | N° 1 (12,0) | T | 3,21 | 1,75 | 0,640 | 10,9 | + |
| | | TC | 3,16 | 1,12 | 0,475 | 5,0 | - |
| | | TG | 3,19 | 1,46 | 0,560 | 7,8 | - |
| | N° 2 (11,5) | T | 3,20 | 1,68 | 0,610 | 9,9 | + |
| | | TC | 3,17 | 1,20 | 0,490 | 5,5 | - |
| | | TG | 3,18 | 1,44 | 0,560 | 7,7 | - |
| | N° 3 (11,2) | T | 3,28 | 1,65 | 0,750 | 12,6 | + |
| | | TG | 3,25 | 1,18 | 0,585 | 6,9 | - |
| | N° 4 (11,1) | T | 3,13 | 1,40 | 0,560 | 7,1 | + |
| | | TG | 3,11 | 1,24 | 0,560 | 6,3 | - |
| | N° 5 (11,6) | T | 3,21 | 3,96 | 0,730 | 28,0 | + |
| | | TG | 3,18 | 1,40 | 0,600 | 7,9 | - |
| | N° 6 (11,7) | T | 3,34 | 1,62 | 0,860 | 14,7 | + |
| | | TG | 3,27 | 1,14 | 0,660 | 7,7 | - |
| | N° 7 (11,8) | T | 3,27 | 1,88 | 0,830 | 15,8 | + |
| | | TG | 3,17 | 0,90 | 0,530 | 4,5 | - |
| Rosé (11,2) | | T | 3,35 | 1,72 | 0,640 | 11,7 | + |
| | | TG | 3,32 | 1,25 | 0,545 | 7,4 | - |
| Rouge (11,8) | | T | 3,43 | 2,40 | 0,730 | 19,2 | + |
| | | TG | 3,43 | 1,90 | 0,730 | 15,2 | - |

(1) Sous le n° du vin figure, entre parenthèses, son titre alcoométrique.
T : témoin avant traitement
TC : après traitement classique
TG : après traitement GASQUET ;
+ présence d'un dépôt tartrique
— absence d'un dépôt tartrique

Cette serie d'essais industriels montre que l'appareil VINIPAL, conduit avec les prescriptions appropriées, permet une stabilisation équivalente à celle obtenue avec la stabulation classique.

II. — APPAREIL GASQUET.

Sept vins blancs secs, un vin rosé et un vin rouge instables sont traités avec l'appareil GASQUET dans les conditions normales de fonction-

nement, comportant une agitation dans le cristallisateur et la remise en suspension des cristaux par le système de diffusion (figure 2). Parallèlement, deux des sept vins blancs sont réfrigérés par stabulation, 6 jours à — 4 °C. Les résultats sont rassemblés dans le tableau VI.

Les neuf vins sont stabilisés par l'appareil GASQUET. Toutefois, lorsque le procédé classique est utilisé en comparaison, il permet d'obtenir des valeurs de Pc légèrement inférieures. Les teneurs en calcium demeurent inchangées quelle que soit la technique utilisée.

Cet appareil permet de modifier facilement certains paramètres ; il serait donc intéressant d'étudier l'influence du débit, des conditions de

**TABLEAU VII**

**Influence d'une addition de cristaux de bitartrate de potassium dans le cristallisateur, lors du traitement d'un vin rouge avec l'appareil GASQUET**

Titre alcoométrique du vin : 11,7 % vol.

| Identification de l'échantillon | pH | Acide tartrique (g/l) | Potassium (g/l) | PC ($\times 10^{-5}$) | Essai de tenue |
|---|---|---|---|---|---|
| Témoin avant traitement | 3,48 | 1,74 | 0,950 | 18,5 | + |
| Après traitement classique | 3,43 | 1,40 | 0,830 | 12,7 | - |
| Après traitement GASQUET | 3,47 | 1,40 | 0,900 | 14,0 | - |
| Après traitement GASQUET avec addition de cristaux (0,3 g/l) | | | | | |
| 1 heure après l'addition | 3,45 | 1,25 | 0,820 | 11,3 | - |
| 3 heures après l'addition | 3,46 | 1,20 | 0,820 | 10,9 | - |
| 24 heures après l'addition | 3,46 | 1,20 | 0,860 | 11,4 | - |

+ présence d'un dépôt tartrique ; — absence d'un dépôt tartrique.

l'agitation et de la remise en suspension des cristaux. De même, l'incorporation préalable de cristaux de tartre dans le cristallisateur mériterait une étude détaillée. En effet, le traitement d'un vin rouge avec une faible addition de cristaux (0,3 g/l) dans le cristallisateur (tableau VIII) montre que cette opération permet d'abaisser le produit de concentration des ions bitartrate de façon significative et d'atteindre des valeurs inférieures à celles obtenues par la réfrigération classique.

## CONCLUSION

L'utilisation pratique de l'appareil VINIPAL, dans une entreprise vinicole de la Gironde, montre que ses performances dépendent étroitement du mode de fonctionnement. Les meilleurs résultats sont obtenus dans les conditions suivantes : préfiltration des vins sur kieselguhr avec des adjuvants serrés afin d'obtenir des turbidités voisines de 3 mg de silice par litre, recyclage du premier vin pendant une heure, au début du traitement, avant de commencer l'alimentation en continu. On n'observe pas d'amélioration significative en mettant en œuvre une filtration sur plaques serrées, avant traitement pour améliorer la précipitation, ou après traitement, pour avoir une meilleure rétention des cristaux. La même remarque concerne le traitement physique d'ultra-dispersion, destiné à favoriser la précipitation des cristaux de tartre par rupture de la structure colloïdale du vin.

Si les conditions d'utilisation précédemment définies sont respectées, l'appareil VINIPAL permet d'obtenir une efficacité équivalente à celle de la technique classique, avec tous les avantages d'un procédé en continu.

Les essais réalisés avec l'appareil GASQUET conduisent aux mêmes conclusions. Toutefois, cet appareil permet de modifier facilement certaines variables. Ainsi le traitement d'un vin, avec addition préalable de cristaux de bitartrate de potassium à dose modérée (0,3 g/l) dans le cristallisateur, améliore la stabilisation. Compte tenu de son intérêt, une telle possibilité mérite d'être affinée.

Cette étude montre donc l'intérêt de ces nouveaux procédés de stabilisation tartrique. Mais elle montre aussi la nécessité, pour les entreprises vinicoles, de développer une technologie rigoureuse pour tirer le meilleur profit des techniques et des équipements actuellement proposés.

Manuscrit reçu le 28 décembre 1982 ; accepté pour publication le 6 janvier 1983.

## RÉSUMÉ

Les matériels de traitement en continu VINIPAL et GASQUET conduisent à une stabilisation du bitartrate de potassium pratiquement identique à celle obtenue par la stabulation classique à basse température si les conditions suivantes sont respectées : mise en œuvre des vins préfiltrés sur kieselguhr avec des adjuvants serrés. Recyclage du vin au début du traitement. L'addition d'une faible dose de cristaux de bitartrate de potassium (0,3 g/hl) dans le cristallisateur donne des résultats intéressants.

## SUMMARY

The use of an equipment of continuons treatment of wine VINIPAL and GASQUET leads to a stabilization of potassium bitartrate. This result is identical to this obtained by usual low temperature storage if the following conditions are respected :

(1) Use of wines prefiltered with kieselguhr
(2) Recycling of the wine at the beginning of the treatment.
An addition of a low level of potassium bitartrate crystals (0,3 g/hl) in the crystalizer givers interesting results.

## ZUSAMMENFASSUNG

Die kontinuierlichen Verfahren von Vinipal und Gasquet führen zu einer Stabilisierung des Kaliumbitartrates identisch dem klassischen Verfahren bei niedriger Temperatur, unter Berücksichtigung der nachstehenden Konditionen : Anwendung der auf Kieselguhr vorfiltrierten Weine mit enggestellten Adjuvantien. Wiederaufbereitung des Weines im Anfang des Verfahrens. Zusatz einer geringen Dosis Kristallen (0,3 g/hl) im Kristallisator führt zu interessanten Ergebnissen.

## RESUMEN

Materiales de tratamiento en continuo VINIPAL y GASQUET producen la estabilización del bitartrato potásico prácticamente igual a la obtenida por la estabilización clásica a baja temperatura si se respetan las siguientes condiciones : vinos perfiltrados sobre Kieselguhr con coadyuvantes finos.

Reciclado del vino al comienzo del tratamiento. La adición de una pequeña cantidad de cristales de bitartrato potásico (0,3 g/Hl) en el centralizador produce buenos resultados.

## RIASSUNTO

I materiali di trattamento in continuo VINIPAL et GASQUET danno una stabilisazione di bitartrato di potassio press'a poco identico a quella ottenura con la stabulazione classica a bassa temperatura, se le condizioni seguenti sono rispettate : messa in opera dei vini prefiltrati su Kieselguhr con adiuvanti stretti. Riciclo del vino all'inizio del trattamento. L'addizione d'una dose bassa di cristalli di bitartrato di postassio (0,3 g/hl) nel cristallizzatore da risultati interessanti.

### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

AUDOUIT P. et BLOUIN J., 1979. Etude des variations de composition tartrique des vins par stabulation à basse température. *Note Chambre Agriculture de la Gironde,* 1-6.

BALAKIAN S. et BERG H.W., 1968. The role of polyphenols in the behavior of potassium bitartrate in red wines. *Am. J. Enol.*, **19**, (2), 91-100.

BERG H.W. et KEEFER R.M., 1958. Analytical determination of tartrate stability in wine. — I. Potassium bitartrate. *Am. J. Enol.*, **9**, (4), 180-193.

BERG H.W. et AKIYOSHI M., 1971. The utility of potassium bitartrate concentration - product values in wine processing. *Am. J. Enol.*, **22**, (1), 127-134.

BLOUIN J., GUIMBERTEAU G. et AUDOUIT P., ,1979. Prévention des précipitations tartriques dans les vins par le procédé par contact. *Connaissance Vigne Vin,* **13**, (2), 149-169.

BLOUIN J., 1981. Contrôle analytique de la stabilité des vins vis-à-vis du bitartrate de potassium. *Note Chambre Agriculture de la Gironde,* 1-4.

BRUGIRARD A., 1979. Filtration stérile et précipitations de sels tartriques. *Revue Française d'Œnologie,* **73**, (1), 49-59.

DIEMAIR W. et MAIER G., 1962. Beiträge zur Weinanalytik. III. Mitteilung : zur Ermittlung der Weinsteinloslichkeit in Weinen. *Z. Lebensm. Unters. Forsch.,* 118, 398.

DUBOURDIEU D., ,LEFEBVRE A. et RIBÉREAU-GAYON P., 1976. Influence d'un traitement physique d'Ultra-dispersion sur la filtration des vins. *Connaissance Vigne Vin,* **10**, (1), 73-92.

HAUSHOFER H. et SZEMELIKER L., 1973. Die Förderung der Weinsteinausscheidung bei Weinen durch Zugabe von Impfkristallen, Kratzen an glaswänden und. Anwendung von Ultraschall. *Mitt. Rebe. Wein. Klosterneuburg.,* **23**, (4), 259-284.

MÜLLER-SPÄTH H., 1977. Un nouveau procédé de prévention des précipitations de bitartate de potassium : « le procédé par contact ». 3e Symposium International d'Œnologie, Bordeaux. *Ann. Technol. Agri.,* **27**, (1), 333-334.

PEYNAUD E., GUIMBERTEAU G., BLOUIN J., 1964. Die Loslichkeitsgleichgwichte von Kalzium und Kalium in Wein. *Mitt. Rebe. Wein. Klosternenburg.,* **14**, (4), 176-186.

PILONE F.B. et BERG H.W., 1965. Some factors afferting tartrate stability in wine. *Am. J. Enol.,* **16**, (4), 195-211.

RIBÉREAU-GAYON J., PEYNAUD E., SUDRAUD P. et RIBÉREAU-GAYON P., 1972. Sciences et techniques du vin, Tome I — Ananlyse et contrôle des vins. Dunod éd., Paris.

RIBÉREAU-GAYON J., PEYNAUD E., RIBÉREAU-GAYON P. et SUDRAUD P., 1977. Sciences et techniques du vin, Tome IV — Clarification et stabilisation. Matériels et Installations. Dunod éd., Paris.

USSEGLIO-TOMASSET L., 1976. Altérations physico-chimiques de la limpidité des vins : causes et mécanismes. 2e Symposium International du vin, Jerez, 7-11 juin.

VIALATTE G., 1979. Stabilisation des vins en continu vis-à-vis du bitartrate de potassium. *Rev. Fr. Œnologie,* **73**, (1), 67-71.

VIDAL M., BLOUIN J., 1978. Dosage colorimétrique rapide de l'acide tartrique dans le moût et les vins. *Rev. Fr. Œnologie,* **70**, (2), 39-46.