Groupe ICV

Flash Info Vendanges
Edition Spéciale Entreprises
La clarification des moûts de thermovinification
juin 2008

L'Edition Spéciale Entreprises reprend les Flashs Infos Vendanges diffusés aux œnologues conseil du Groupe ICV. C'est une synthèse pratique sur un des points clés des vinifications et des élevages des vins méditerranéens et rhodaniens. Les Flash Infos Vendanges déjà publiés sur les différents thèmes évoqués sont rappelés au fil du texte. Ce Flash reprend des données fondamentales ainsi que des résultats d'essais en caves obtenus via le programme de R&D commun ICV – Novozymes. Il insiste plus spécifiquement sur la flottation, technique qui tend à se développer dans notre région : peu d'opérateurs maîtrisent les réglages possibles; le besoin d'information est donc grand.
Tous les Flash sont téléchargeables à partir du site Internet de l'ICV : www.icv.fr

La clarification des moûts issus de chaînes de thermovinification est un **enjeu majeur** pour les caves à la fois pour éviter les défauts organoleptiques résultant de trop fortes turbidités et pour orienter le style organoleptique en cohérence avec les choix de FA : bois ou pas, levure, température notamment.

Pour clarifier, il existe au moins trois techniques connues et plus ou moins bien maîtrisées :

la clarification statique à froid,

la filtration : filtre presse ou filtre rotatif sous vide

la flottation : continue ou discontinue.

Les différentes techniques mises en œuvre ont pour objectif de diminuer la turbidité, idéalement jusqu'à un seuil défini *a priori*, pour répondre aux objectifs organoleptiques.

Loi de Stokes et conséquences pratiques

La loi de Stokes exprime la vitesse de mouvement vers le haut ou le bas des particules en fonction des paramètres du milieu. Elle s'écrit :

$$V = \frac{D^2 \times \Delta\rho}{\eta \times 18}.g$$

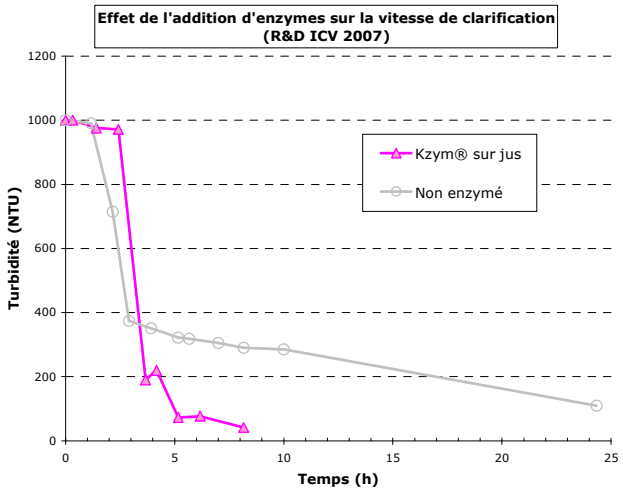
Où V est la vitesse de déplacement de la particule, D le diamètre, Δρ la différence de masse volumique entre la particule et le liquide et η la viscosité du liquide.

La première conséquence de cette loi est le sens de déplacement des particules : si Δρ est positif, les particules vont sédimenter et à l'inverse si Δρ est négatif les particules vont flotter. Dans un moût, la très large majorité des particules à éliminer est plus dense que le liquide. Avec la technique de clarification statique, l'essentiel des particules sédimente donc "naturellement". Dans la technique de flottation, on ajoute un gaz dont les bulles vont venir adhérer ou s'agréger aux particules : la masse volumique de l'ensemble "gaz – particules" diminue; quand elle est

inférieure à la masse volumique du moût l'ensemble flotte. La flottation est en quelque sorte une "sédimentation à l'envers".

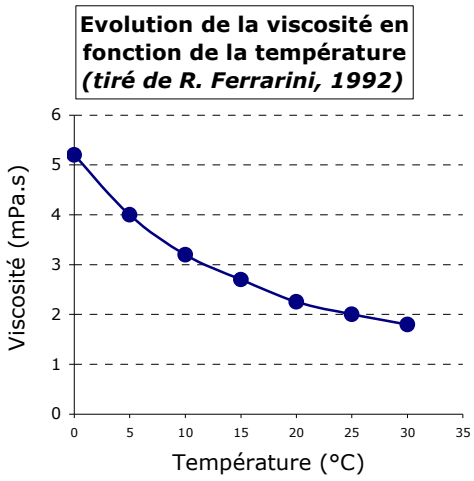
L'un des facteurs principaux qui ralentit la vitesse de clarification est la **viscosité** du milieu.
Cette viscosité dépend à la fois de :

- la teneur en colloïdes. Parmi les éléments connus, les pectines sont les plus étudiées.



Leur présence ralentit très fortement voire empêche la clarification dans des délais raisonnables. Les **enzymes** sont l'unique outil efficace pour dépectiniser. Le graphique ci – contre (jus de sauvignon à 5°C après pressurage au pressoir à plateaux de raisin foulé – éraflé) évalue la turbidité mesurée à une hauteur constante. La turbidité est l'outil de suivi de la clarification du moût. Au-delà des 3 premières heures où les particules les plus grosses sédimentent malgré la viscosité du milieu, on constate que sur le moût non enzymé, l'absence de dépectinisation ralentit très fortement la clarification : il faut 4 fois plus de temps pour passer en dessous de 200 NTU. Dans le cas des **moûts de thermos**, les enzymes du raisin ont été complètement dénaturées par les hautes températures. Les jus obtenus sont toujours plus difficiles à clarifier.

- la température.
  La relation entre celle – ci et la viscosité est une relation décroissante (cf. exemple sur Ugni Blanc, graphique ci – contre) : les fortes températures diminuent la viscosité jusqu'à une limite autour de 35° - 40°C. Au-delà, il n'y a plus d'effet positif significatif alors que les risques de départ spontané de FA sont très élevés. La clarification à chaud se justifie seulement dans la mesure où elle est réalisée rapidement, dans la foulée du pressurage. Il ne faut pas oublier également que, dans ces tranches de température, l'efficacité des enzymes augmente avec la température.



Les choix, quand ils sont possibles, résultent d'un compromis entre le risque (départ de FA) et l'augmentation d'efficacité (dépectinisation, viscosité intrinsèque).

Le dernier facteur, le **diamètre** des particules, ne doit pas être négligé : les grosses particules "tombent" rapidement. Ce constat doit être mis en lien avec la différence de masse volumique entre ces particules et le moût : les grosses particules denses vont mal floculer si l'effet "baisse de densité" dû à l'adhésion ou à l'agrégation de bulles de gaz est insuffisant.

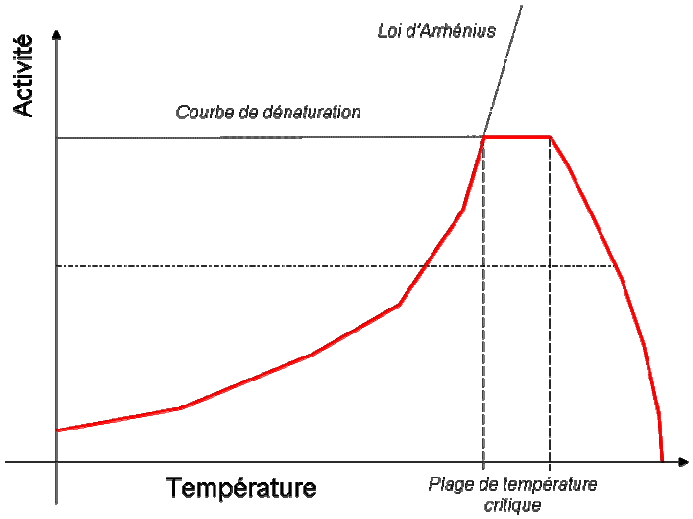
Les enzymes : quelques rappels et nouveautés

Les enzymes réduisent la viscosité en hydrolysant les pectines.

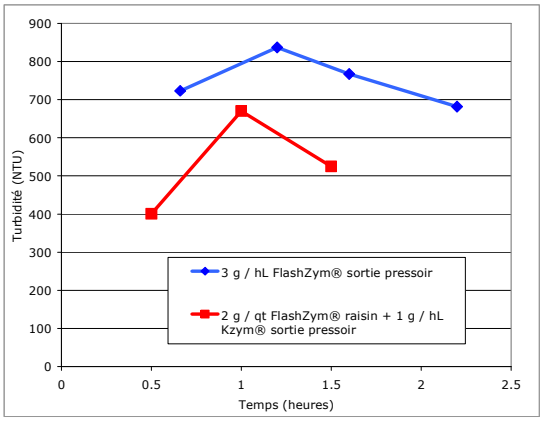
De manière générale, l'activité enzymatique augmente avec la température mais la dénaturation progressive des protéines limite leur utilisation au-delà de 60°C.

Dans le cas des chaînes de thermovinification, la cartographie des températures et des flux est une nécessité pour ajuster la dose et la durée.

En effet, l'activité enzymatique suit une courbe en fonction de la température qui combine la loi d'Arrhénius et la courbe de dénaturation. La plage de température critique est celle où l'activité maximale est atteinte. Ensuite, la dénaturation réduit progressivement et rapidement l'activité enzymatique. On constate aussi que l'on a la même activité à deux températures différentes. En résumé, pour compenser la dénaturation, il suffit d'avoir des temps de contact suffisamment longs ou des doses d'enzymes plus élevées. On peut retenir un temps de contact de 2 à 3 heures à 20°C ou de 2 h à 40°C ou encore de 1 h 30 à 50°C. Bien évidemment, ces chiffres sont indicatifs : ils dépendent de la richesse en pectines du moût, de la concentration de la préparation enzymatique utilisée et de la dose mise en œuvre.



Les travaux conduits en 2007 montrent que l'on obtient de meilleurs résultats en fractionnant les doses, lorsque cela est possible comme dans le cas des chaînes de flash – détente : les apports sont réalisables sur raisin, en sortie de détente, après pressurage. Alors que l'augmentation de la seule dose d'enzyme n'a pas eu d'effet sensible dans le cas étudié (merlot à bonne maturité pulpaire de la cave de Saint Félix – 34), le graphique ci – contre montre les turbidités obtenues après flottation avec



mise en œuvre d'une stratégie de fractionnement avec une dose totale globalement élevée.

La dose d'enzymes doit être **raisonnée** en fonction du cépage, de la maturité pulpaire et des triturations dans les phases de pressurage notamment. Du grenache noir, peu mûr et passant au pressoir continu nécessitera des doses élevées (2 ou 3 g / qt avec nos enzymes) alors que de la syrah, bien mûre, pressée au pneumatique pourra se satisfaire des doses classiques.

Il est important de contrôler la dépectinisation par un test Pectine à faire régulièrement (2 à 3 fois par jour) pour adapter sa pratique aux résultats de ces tests et aux objectifs visés.

La clarification statique

Elle est moins utilisée pour les moûts de thermovinification car elle ne correspond pas à la logique d'un atelier fonctionnant normalement en continu ou parce qu'elle est inadaptée : températures trop élevées nécessitant une puissance frigorique coûteuse, taux de bourbes "impressionnants" imposant l'emploi de très fortes doses d'enzymes.

Toutefois, elle peut être mise en œuvre notamment sur les jus de rosé issus de l'égouttage.

La maîtrise repose sur la capacité à descendre rapidement à des températures < 10°C tout en assurant une activité enzymatique suffisante : addition supplémentaire d'au moins 2 g / hL de KZym® et temps de contact – stabulation d'au moins 48 h.
Il est impératif d'enzymer dès que les températures sont conformes (< 60°C). Les enzymes dépectinisent le moût ce qui réduit sa viscosité. Les particules du trouble peuvent alors s'agglomérer pour ensuite sédimenter. C'est bien la première étape (dépectinisation) qui conditionne l'efficacité de la clarification.

La filtration sous vide

Elle existe dans de nombreux sites de vinification pour clarifier les bourbes ou directement les moûts.

En général, le vinificateur cherche à obtenir des turbidités faibles, < 150 NTU et le plus souvent proches de ou inférieures à 50 NTU.

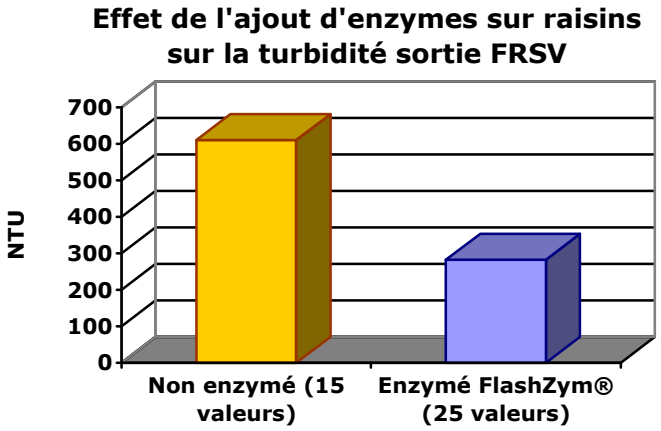
Dans les ateliers de thermovinification, l'objectif principal lorsque l'on met en œuvre cette technique est d'obtenir les jus les plus clairs possibles pour favoriser l'obtention de profils "technologiques" intenses (notes chimique de type "banane") soit pour une valorisation en primeur soit comme supposée "réserve" aromatique pour des assemblages à venir.

La clarification des moûts de thermovinification

juin 2008

1) L'importance des enzymes

Même si on n'est pas dans le cas de l'application de la loi de Stokes, la filtration fonctionnera d'autant mieux que les moûts et / ou les raisins auront été enzymés, et ceci de façon systématique. Pour la filtration aussi, la viscosité ralentit les processus. En outre, la présence de pectines non hydrolysées accélère le colmatage du gâteau de filtration.



Le graphique qui suit montre la différence de valeurs moyennes tirées de mesures sur 8 jours en sortie de filtre rotatif sous vide à la Cave de Corneilhan (34). Dans ce cas, l'enzymage est réalisé sur raisins avec FlashZym® à 15 g / t en amont d'une chaîne de thermo – détente. Même si le pilotage des filtres n'a pas toujours été parfait, il est peu probable que le hasard se soit acharné sur les jours où les raisins n'ont pas été enzymés…

2) Le pilotage : recommandations techniques

Des essais avec différentes terres de filtration, menés par le passé, notamment à Corneilhan, n'ont jamais donné de tendances significatives. En revanche, il est clair qu'au moins 2 facteurs sont primordiaux dans la qualité du pilotage :

- Ne pas avoir de développement significatif de levures. Pour qu'une fermentation soit visible, il faut atteindre des niveaux de population de l'ordre de 10 à 15 millions de levures par mL. Toutefois, ces levures, même si elles sont en nombre inférieur, produisent suffisamment de CO_2 pour gêner la stabulation "normale" dans les cuves tampon. Elles constituent en outre une biomasse qui accélère le colmatage du filtre. Une observation microscopique a confirmé 2 fois sur 3 la présence importante de levures sur des jus qui sortaient du filtre à des turbidités élevées
- Ne pas pomper dans les bourbes surtout en début de filtration. Dans la cuve tampon, on va retrouver 3 couches plus ou moins nettement séparées (cf. Loi de Stokes) : les bourbes denses en fond de cuve, le jus trouble sur l'essentiel de la hauteur et les bourbes moins denses que le moût en surface. En général, le pompage se fait par le fond. Lorsque la durée de stabulation est significative (plus de 3 heures) et à température ambiante, il est très probable que l'on commence par pomper du moût

fortement chargé en bourbes. Il existe 3 solutions possibles : soit on dispose d'un coude décanteur suffisamment grand pour aller pomper plus haut, soit la cuve est équipée d'un robinet positionné au dessus de ces bourbes, soit on envoie ce "premier" jus dans une cuve "de bourbes" qui sera filtrée à part.

La flottation

La technique est issue de l'industrie des jus de fruits. Elle est apparue en œnologie en Italie, d'abord pour la clarification des jus de blancs destinés à produire soit des bases de vins mousseux soit des vins de table.

C'est une technique nouvelle dans la région qui se développe en parallèle avec les équipements de thermovinification. Elle permet un fonctionnement en continu, est supposée générer moins de sous produits et *a priori* doit faciliter le pilotage des objectifs de turbidité. Toutefois, les infos qui remontent du terrain montrent que les fournisseurs eux – même ne mettent pas toujours en œuvre les moyens nécessaires pour accompagner les caves dans la maîtrise de ces outils. C'est une des raisons principales du travail que l'ICV a entrepris (avec l'aide de Novozymes) et de l'importance de ce chapitre dans ce document.

1) Principes et éléments mis en jeu

La séparation entre bourbes et jus clair se réalise grâce à l'addition d'un gaz : les bulles qu'il libère adhèrent aux flocons ou s'agrègent à l'intérieur de ceux – ci. Ce faisant, elles diminuent la masse volumique de l'ensemble, en augmentent le diamètre et impriment une légère force ascensionnelle.

Au-delà de la viscosité, facteur primordial, rien ne peut fonctionner sans ces "réactions" : formation d'un floc, adhésion ou agrégation des bulles aux flocons.

Enfin, il faut "un certain temps" pour qu'un pourcentage significatif de bourbes puisse flotter. Ce temps dépend de la charge initiale du moût, de la qualité du floc (densité, taille des particules et capacité d'adhésion / agrégation offerte aux bulles), du volume de gaz injecté mais aussi du **débit** ou du **temps de détention**. Ce temps de détention, temps nécessaire aux particules ayant la vitesse moyenne pour monter en surface, est déterminé expérimentalement sur un ou plusieurs moût de référence : le débit donné par le constructeur n'est donc rien d'autre qu'un débit indicatif qu'il est primordial d'adapter aux conditions spécifiques de la cave (objectif de turbidité, cépage, triturations en amont…).

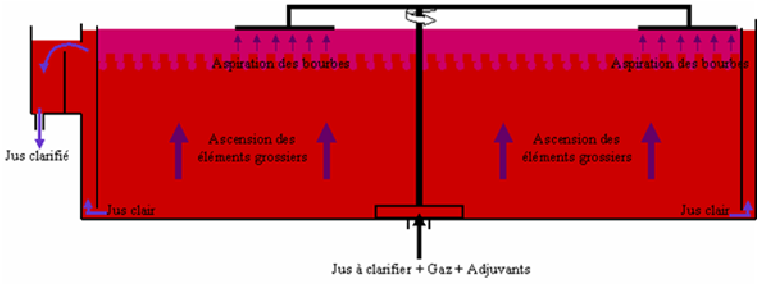
La clarification des moûts de thermovinification

juin 2008

2) Variantes (continue – discontinue)

Le principe est le même dans les deux cas.

Pour les systèmes continus les cuves circulaires à remplissage central sont les plus efficaces. L'aspiration des bourbes se fait en surface par des "râteaux" qui tournent autour de l'axe central. Il est important de s'assurer du bon fonctionnement de ce système, les pompes installées par les constructeurs n'étant pas toujours très efficaces ou s'usant très rapidement du fait de l'action abrasive des bourbes.



Idéalement, les flottateurs disposent d'un système de raclage et d'élimination des bourbes qui sédimentent parce que trop denses pour que leur vitesse soit ascendante. Lorsque ce système n'existe pas, il est conseillé de faire passer le moût par un dégrilleur pour éliminer les éléments les plus grossiers.

il existe sur certains appareils un système de recyclage qui renvoie une partie du moût limpide vers la pressurisation en amont de laquelle il va se mélanger avec le moût brut : ce recyclage est sensé favoriser la dissolution du gaz pour une meilleure efficacité.

Dans les systèmes discontinus le pompage se fait par l'intermédiaire d'un coude décanteur pour se placer au plus bas de la zone de jus clarifié. Là encore, le temps nécessaire à la flottation est variable en fonction des conditions du moût : de 1 à 3 h suivant le cas. Attention à ne pas attendre trop longtemps : la loi de Stokes n'annule pas celle de Newton (la gravitation); le floc est donc susceptible de "redescendre" !

Dans les deux cas, lorsque l'atelier de thermovinification travaille à des débits élevés, il est particulièrement important de bien dimensionner les matériels.

Enfin, dans un cas comme dans l'autre, les bourbes doivent être filtrées. Les utilisateurs considèrent qu'ils réduisent leur utilisation de terre de 60% environ en comparaison à la filtration intégrale par FRSV.

3) La formation du floc

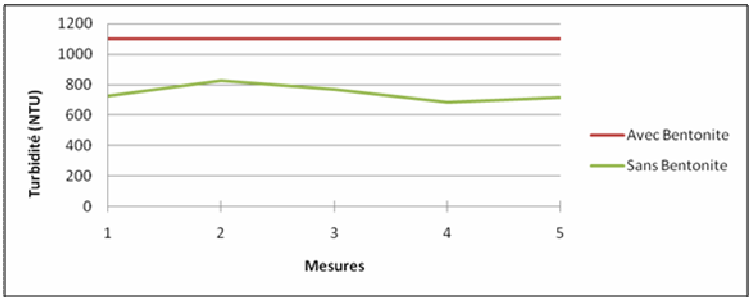
La pratique habituelle consiste à tester plusieurs niveaux d'additifs dans des éprouvettes de grosse contenance (1 L ou 2 L) avec addition de gaz : au bout de 30 min à 1 h on valide visuellement la flottation du floc formé. La séparation entre moût et bourbes doit être nette et la mousse compacte.

La clarification des moûts de thermovinification

juin 2008

L'addition d'enzymes est un atout pour faciliter la formation des flocons avec l'adjuvant utilisé (hors bentonite bien sûr).

Une autre façon de procéder consiste à mesurer la turbidité en sortie de flottation en faisant varier les réglages. Cette pratique a l'inconvénient de produire, à chaque mise en route, une quantité notable de jus trop peu (ou trop) clarifié qu'il est souhaitable de remettre dans le circuit.



Notre expérience montre que la bentonite (comme le gel de silice) est le plus souvent inutile. Trois explications possibles : inactivation des enzymes encore potentiellement actives pendant cette phase ou densité excessive du floc ou capacité d'adhésion / agrégation des bulles insuffisante.

Les doses de gélatine habituellement conseillées par les fabricants, autour de 5 g / hL, fonctionnent généralement. Il est nécessaire de faire quelques tests autour de cette valeur pour s'assurer que le floc est efficace : en général, en dessous de la valeur optimale, le floc ne se fait pas et au dessus, il n'y a pas d'effet significativement plus marqué. Les gélatines à haut poids moléculaire et peu hydrolysées semblent les plus efficaces tout en enlevant peu de tanins : attention à maintenir chaude leur solution pour éviter la prise en masse.

4) Les paramètres de réglage physiques

L'**enzymage** n'est pas au sens premier du terme un paramètre physique : en hydrolysant les pectines les enzymes diminuent la viscosité qui, elle, est un paramètre physique. Le fractionnement est la pratique la plus efficace : dose de base sur les raisins (FlashZym® à 1,5 g / qt) et dose complémentaire soit en sortie de flash avant pressurage, soit sur jus (KZym® à 1 g / hL). Dès lors que l'on travaille en thermo, il faut tout faire pour maximiser le temps d'action des enzymes : ce type d'atelier génère de nombreuses bourbes, à cause des triturations importantes qu'il induit. Il est parfois nécessaire de créer des points de stockage artificiels justement pour permettre aux enzymes d'agir : on décale par exemple le démarrage de la flottation d'une heure trente en stockant le jus enzymé dans une cuve en sortie de pressurage.

L'autre facteur positif sur la viscosité est la **température**. Idéalement, c'est-à-dire si les flux sont maîtrisés, il faut travailler à une température de 30°C à 35°C.

La clarification des moûts de thermovinification

juin 2008

Le **gaz** est important à plusieurs niveaux :

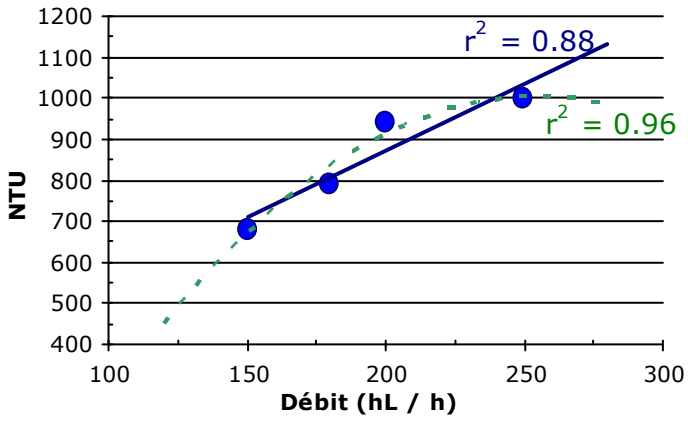
- La pression doit être supérieure à 4 – 5 bars pour que des bulles se forment. La plupart des réglages sont d'ailleurs autour de 6 bars. Au-delà on peut éventuellement améliorer la flottation avec deux limites : le coût, la formation de bulles trop "rapides" qui n'ont pas le temps d'adhérer au floc d'où la formation de mousse (cf. photo).
  Les essais menés par l'ICV et Novozymes montrent des impacts non négligeables de ce réglage dans la fourchette 5 à 7 bars, de l'ordre de quelques dizaines de NTU.

- Le système d'injection et la teneur en éléments grossiers du moût. Quand celle-ci est élevée, l'injection est moins efficace.
- Le gaz lui-même : au départ, certains voyaient dans l'utilisation de l'air comprimé un moyen de réaliser une hyper oxydation des moûts blancs, technique qui s'est popularisée au milieu des années 80. Cependant, la nature même de la technique contredit cette hypothèse : le but des bulles formées n'est pas de se dissoudre mais bien de rester des bulles le plus longtemps possible pour adhérer au floc et l'entraîner vers le haut. Les observations de terrain en 2007, ne montrent pas d'effet oxydant. Nous réaliserons cependant des mesures d'O_2 dissous sur moûts rouges en 2008 pour évaluer le risque en situation industrielle. Par ailleurs, le gaz carbonique est peu adapté : plus coûteux, il forme des bulles plus grosses qui ont tendance à éclater.
- Enfin, dernier point et non des moindres, le **débit**. La logique voudrait que, lorsqu'il s'accélère, la turbidité augmente : ce serait alors un outil essentiel pour piloter cette turbidité. L'inconvénient potentiel lié à ces réglages est leur impact sur la vitesse de travail de l'atelier. Quel est l'objectif principal : aller vite quitte à avoir des turbidités élevées ou atteindre une valeur cible jugée nécessaire pour obtenir le profil organoleptique visé quitte à travailler plus lentement ?

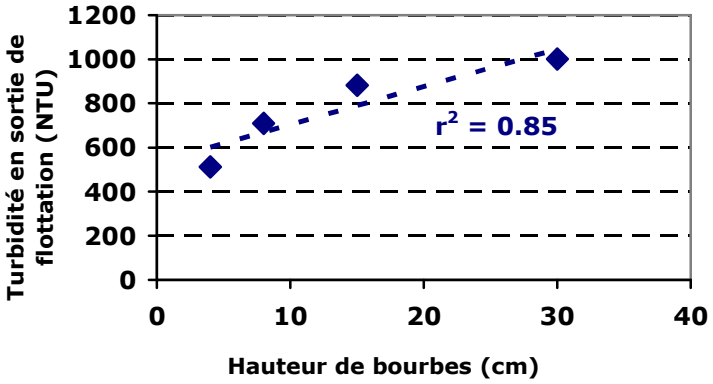
La clarification des moûts de thermovinification

juin 2008

L'essai conduit sur un moût de thermo – flash de Carignan en faisant varier le débit entre 150 et 280 hL / h confirme cette relation, presque linéaire (r²=0,88) voire polynomiale (ordre 2, r²=0,96), entre débit et turbidité. Dans ce cas précis on constate qu'une baisse de débit de 50 hL / h entraîne une baisse de la turbidité de l'ordre de 150 à 200 NTU. Il faut noter au passage que l'appareil est donné par le fabricant pour un débit de 180 hL / h. Par ailleurs, les quelques publications sur le sujet, annoncent des turbidités le plus souvent inférieures à 100 NTU (sans indication de débit) mais sur moûts de blancs ! Dans le cas d'espèce il faudrait travailler à des débits insignifiants pour arriver à de telles valeurs. De fait, la flottation a été développée dans un contexte bien différent de celui des moûts de thermo (classique, flashée ou détendue), celui des moûts de blanc où il est effectivement possible d'arriver à ces valeurs (témoignages de caves audoises l'ayant testé en 2007). Il est donc primordial d'**ajuster tous les réglages aux conditions de la cave**.



La mesure de la turbidité, les tests Pectines, l'observation microscopique mais aussi la **mesure de la hauteur des bourbes** dans la piscine sont les indicateurs de la qualité du travail réalisé. Ce dernier paramètre est particulièrement intéressant puisqu'il ne nécessite pas d'équipement spécifique : un double (ou triple) décimètre suffit. Nous avons en effet montré qu'il y a une bonne corrélation entre la hauteur des bourbes et la turbidité : ces deux variables augmentent dans le même sens (cf. graphique). Une explication logique serait que la compaction du chapeau de bourbes soit l'illustration que ces dernières ont eu suffisamment de temps pour arriver en surface pour y être éliminées.



5) <u>Problèmes potentiels et solutions possibles</u>

La plupart des problèmes ne peut pas être décelée à l'œil nu : un turbidimètre et le matériel pour réaliser le test Pectines (voire un microscope) sont le plus souvent nécessaires.

La clarification des moûts de thermovinification

juin 2008

Dans l'ordre d'importance on peut citer :

- L'absence de dépectinisation. Il faut alors se pencher sur l'enzyme, sa dose, la façon et le moment où elle est ajoutée et le temps de contact effectif avec le moût
- L'absence de formation du floc. La dose de gélatine est insuffisante ou celle-ci est mal apportée (panne de pompe d'injection par exemple)
- La présence de mousse que les râteaux ne peuvent aspirer. C'est le signe d'une pression de gaz trop élevée. La correction à mettre en œuvre est évidente.

Quand la turbidité reste trop élevée malgré les réglages réalisés (dont le débit), il faut suspecter le développement de microorganismes ou la présence de quantités trop élevées de bourbes lourdes (fragments de pellicules par exemple) qui gênent la dissolution du gaz voire s'accumulent au fond de la piscine du flottateur jusqu'à être entraînées en aval.
Dans le premier cas, il faut accélérer les débits de l'atelier ou ralentir les apports : après tout c'est bien ce qui se passe quand les pressoirs de blanc et les cuves tampons sont pleins. Dans le second cas, il est souhaitable d'installer un dégrilleur.

Document rédigé par Daniel Granès, Caroline Bonnefond (Direction Scientifique ICV) et Rose – Marie Canal (Novozymes) avec l'aide précieuse de Benjamin Roca & Joë Touma (stagiaires en 2007), d'Adrien Debaud, Eric Bru, Laurent Vial et Bernard Agay (Consultants ICV).