

Casse protéique des vins blancs

Évaluation du risque et gestion du traitement à la bentonite

Richard Marchal^{1,2}, Thomas Salmon^{1,2}, Maéva Pudelko^{1,2}, Bertrand Robillard³

¹ Laboratoire d'œnologie – Université de Reims Champagne-Ardenne – Reims – France.

² LVBE – Université de Haute-Alsace – Colmar – France.

³ Institut Œnologique de Champagne – Épernay – France.

Introduction

Un trouble qui apparaît dans une bouteille de vin blanc reste incontestablement perçu comme un défaut et déprécie l'image globale qu'un consommateur gardera d'un vin. Il est donc très généralement considéré comme indispensable d'assurer la stabilité de la limpidité d'un vin après la mise en bouteille, quelles que soient par la suite les conditions rencontrées lors du transport et tout au long du stockage du vin, y compris lors des épisodes caniculaires, de plus en plus fréquents, et que connaissent tous les continents.

Les études scientifiques consacrées à l'estimation du risque de casse colloïdale (RCC) sont nombreuses et ininterrompues depuis 60 ans et nombre de travaux abordent la façon de traiter la casse protéique. En d'autres termes, puisque ce sont essentiellement les protéines qui sont à l'origine du trouble, comment peut-on agir sur ces dernières ?

Bentonites et alternatives techniques possibles

À l'échelle internationale, le traitement à la bentonite reste la référence pour éliminer, lorsqu'elles sont encore à l'état soluble, les protéines responsables du trouble d'un vin blanc. Toutefois, le traitement à la bentonite peut affecter la couleur, impacter la qualité aromatique ou diminuer la moussabilité d'un

vin de base destiné à la prise de mousse, mais aussi générer un volume de lies non négligeable. Pour ces diverses raisons, de nombreux vinificateurs sont demandeurs d'alternatives technologiques à la bentonite. Parmi ces dernières, on peut citer :

- le traitement thermique du moût ou du vin (appelé cracking ou flash-pasteurisation, jusqu'à 16 h à plus de 60 °C) pour induire, en cuve, la floculation des protéines thermo-instables. Le cracking fut initialement utilisé pour traiter les vendanges altérées par *Botrytis* et/ou présentant des taux élevés de géosmine (Guérin, 2013);
- l'utilisation de protéases capables de dégrader les protéines natives du raisin, en associant à un traitement thermique restreint d'une demi-heure à 50 °C avec un passage d'une minute à 70 °C (Pocock et al., 2003; Marangon et al., 2012; Marchal et al., 2020);
- l'utilisation de macromolécules comme les mannoprotéines de *Saccharomyces cerevisiae* (Moine-Ledoux et Dubourdieu, 1999; Dupin et al., 2000) ou des galactomannoprotéines de *Schizosaccharomyces japonicus* (Millarini et al., 2020), le chitosan (Colangelo et al., 2018) ou les carraghénanes (Ratnayake et al., 2019) qui modifient l'environnement colloïdal du vin pour interdire aux protéines de former des floculats visibles à l'œil nu;
- l'élimination des protéines du vin *via* de nouveaux adsorbants comme les oxydes de zirconium (Salazar et al., 2006; Marangon

et al., 2010; Lucchetta et al., 2013) ou des nanoparticules chargées (Mierczynska-Vasilev et al., 2017).

Malgré des résultats encourageants pour la plupart des approches citées ci-dessus, on note dans de nombreuses situations que la solution technique proposée n'est pas totalement satisfaisante. En d'autres termes, les alternatives techniques proposées réduisent notablement le RCC des vins traités (ou des vins issus des moûts traités), mais pas suffisamment pour considérer que le vin sera stable sur le plan colloïdal.

Ces conclusions tiennent peut-être au fait que, dans toutes ces expérimentations œnologiques menées en cuverie ou à l'échelle du laboratoire, le RCC est systématiquement estimé par un test à la chaleur où le vin est porté à 80 °C, pendant 30 minutes à 2 heures. Ces conditions sont très éloignées des températures auxquelles un vin peut être soumis, même dans des conditions caniculaires dont on a vu, au cours de ces dernières années, qu'elles sont de plus en plus fréquentes, plus longues en nombre de jours et avec des températures établissant sans cesse de nouveaux records.

Cet important écart de température, entre les tests à la chaleur pratiqués en laboratoire et la réalité (y compris caniculaire) que peut rencontrer un vin blanc, nous a conduits à reconsidérer la pertinence de ce test à 80 °C, utilisé pourtant de manière internationale. Cette démarche s'inscrit aussi dans le cadre de nombreuses observations que les productrices et producteurs de vins et les laboratoires d'œnologie nous rapportent depuis des années et qu'on peut résumer de la manière suivante :

- le test à 80 °C surestime le RCC;
- le test à 80 °C donne parfois des troubles avec des vins qui ne montrent, d'après l'expérience des vinificateurs et vinificatrices, jamais de casse protéique après embouteillage.

Ces observations sont totalement en accord avec une étude de Meistermann (2010), réalisée en réseau et portant sur plusieurs centaines d'échantillons. Les résultats de ce travail portant sur 6 cépages montrent que les turbidités observées après avoir chauffé les vins 30 min à 80 °C sont statistiquement supérieures, voire considérablement supérieures, à celles observées pour ces mêmes vins après avoir passé 2 mois à 35 °C.

Face à ces constats, notés pour différentes régions vitivinicoles françaises mais aussi dans d'autres pays, nous avons conduit une étude pour mieux comprendre les possibles relations entre le trouble estimé par divers tests à la chaleur et le trouble qui apparaît suite à un épisode de canicule. La réalité caniculaire étant diverse en fonction des régions et des conditions météorologiques de l'année, nous avons soumis les vins de cette étude à différentes conditions thermiques pour couvrir un champ assez large.

Dans de précédentes études, un test à 35 °C avait été choisi pour simuler la température qu'un vin peut atteindre en été : 10 jours à 35 °C (Dubourdieu *et al.*, 1988), 2 mois à 35 °C (Meistermann, 2010), 2 semaines à 35 °C (Vernhet *et al.*, 2020). Compte tenu des températures observées en 2020, nous avons opté pour des tests caniculaires à 38, 42 et 46 °C, dont la durée se compte en jours. Le test à 80 °C se déroule sur quelques dizaines de minutes. Pour être au plus proche de cette pratique actuelle qui permet de disposer des résultats en quelques heures, les vins ont aussi été soumis à des tests à 50 °C sur de courtes durées (10 à 90 min). Cette température est proche du test à 55 °C, utilisé dans une étude publiée voici bientôt 20 ans (Marchal *et al.*, 2002), qui s'éloignait déjà notablement du test de référence à 80 °C.

Vins de l'étude

Les résultats des essais que nous avons menés au cours des campagnes 2018, 2019 et 2020 sont résumés dans cet article en nous appuyant sur 3 exemples représentatifs de 2 régions vitivinicoles (Touraine et Auxerrois). Les vins étudiés sont issus de raisins ou de moûts, aimablement fournis par Les Vignerons des Coteaux Romains à Saint-Romain-sur-Cher (AOP Touraine et IGP Val de Loire) – sauvignon blanc 2020, et par les caves Bailly Lapierre à Saint-Bris-le-Vineux (AOP Saint-Bris) – sauvignon blanc 2020.

Moûts : aucun traitement à l'exception d'un sulfitage à hauteur de 6 g/hl. Ensemencement avec la levure IOC 18-2007 à 20 g/hl après réhydratation/multiplication 30 min dans le moût dilué au 1/2 avec de l'eau du robinet chaude pour obtenir 30-32 °C. Supplémentation avec 10 g/hl de phosphate de diammonium. FA en bonbonnes de verre de 5 litres.

Vins : soutirage en fin de FA et sulfitage à 8 g/hl de SO₂ pour éviter la FML. Stockage 4 semaines à 18 °C, passage en chambre froide à 4 °C pendant 2 semaines, puis centrifugation (5 min à 17 000 g) et stockage 2 semaines au cellier à 15 °C avant d'évaluer les RCC au moyen de différents tests à la chaleur.

Ces 3 vins seront notés : Sv-Loire 1, Sv-Loire 2 (vin qui sera utilisé pour les traitements à la bentonite), Sv-Saint-Bris.

Casse colloïdale et risque de casse colloïdale (RCC)

Tous les vins sont filtrés sur des membranes coupant à 0,45 µm avant de faire les 20 tests à la chaleur. Trois conditions sont réalisées pour chacun des 4 vins :

- chauffage à 80 °C pendant 10, 20, 30, 45 et 60 min, soit 5 tests à 80 °C ;
- chauffage à 50 °C pendant 10, 20, 30, 45, 60 et 90 min, soit 6 tests à 50 °C ;
- conditions de températures chaudes et caniculaires (9 modalités) : 1 j à 38 °C, 4 j à 38 °C, 1 j à 42 °C, 4 j à 38 °C + 1 j à 42 °C, 4 j à 42 °C, 4 j à 38 °C + 4 j à 42 °C, 4 j à 46 °C, 4 j à 42 °C + 4 j à 46 °C, 4 j à 38 °C + 4 j à 42 °C + 4 j à 46 °C.

Pour l'ensemble de ces 20 tests, les vins filtrés stérilement sont mis dans des tubes en verre de microbiologie hermétiquement fermés avec des bouchons équipés d'un joint évitant toute perte de liquide (15 ml de vin/tube). Les 20 modalités de chauffage sont analysées en triplicata pour tous les vins.

Pour les conditions caniculaires, les vins sont placés dans une chambre de culture à 38, 42 ou 46 °C avec une régulation de la température à ±0,5 °C. Pour les tests à 50 et 80 °C, les tubes sont placés sur des portoirs métalliques en quinconce pour permettre la circulation du liquide et plongés dans le bain-marie thermostaté avec régulation de la température à ±0,1 °C.

À l'issue du traitement thermique, les vins sont laissés à la température du laboratoire jusqu'au lendemain. Les turbidités sont mesurées au moyen d'un turbidimètre Hanna portatif qui couvre la gamme 0,1 – 750 NTU. Avant de mesurer la turbidité, les tubes sont retournés 3 fois pour remettre en suspension le dépôt de floculats. Chaque valeur donnée sur les histogrammes qui suivent est la moyenne de 3 mesures.

Traitement à la bentonite

Le vin de sauvignon de Touraine Sv-Loire 2 fut, en plus de la modalité témoin, traité avec une bentonite calcique activée (Bentostab, IOC, Épernay) préalablement gonflée dans de l'eau pendant 4 h (traitement en bouteilles de verre de 37,5 cl). Les doses de bentonite étaient de 10, 20, 30 et 40 g/hl. Après 2 jours à température ambiante, les vins furent centrifugés et filtrés (même conditions que les vins témoins non traités).

RCC du sauvignon de Saint-Bris (figure 1)

Les tests caniculaires montrent des RCC ne dépassant pas 3,2 NTU à 42 °C, y compris lorsque le vin a passé 4 j à 38 °C + 4 j à 42 °C. Ces conditions, qu'on peut considérer comme très exceptionnelles pour une bouteille de vin blanc, engendrent un trouble qui ne sera pas perceptible à l'œil nu. Après 4 j à 46 °C ou 4 j à 42 °C + 4 j à 46 °C, la turbidité se situe autour de 5 NTU et la comparaison visuelle avec le témoin non chauffé a permis aux juges de différencier les vins lors du test triangulaire (service en verres INAO). Certains juges ont noté que le vin chauffé avait moins de brillance ou qu'il paraissait un peu trouble. Toutefois, ces conditions de température, jamais atteintes à notre connaissance en Europe, ne traduisent pas (ou pas encore !) une réalité et les tests à la chaleur à 42 °C, voire à 38 °C (2,8 NTU), semblent des points de comparaison plus pertinents pour juger de la nécessité d'un traitement de stabilisation colloïdale.

Dans le cas présent, le vin peut être considéré comme stable, sans risque de casse colloïdale dans l'immense majorité des cas où il sera transporté ou conservé. Lorsque le vin est soumis à une température de 50 °C, on voit que la turbidité augmente notablement, y compris pour un temps de chauffage de 30 min où elle atteint 10,8 NTU. Cette valeur est 2 fois supérieure à celle notée dans les conditions caniculaires les plus extrêmes. En chauffant le vin 60 min et 90 min à 50 °C, le vin présente, le lendemain du chauffage, un trouble de 12,2 et 13 NTU respectivement.

On voit que le chauffage du vin à « seulement » 50 °C engendre un trouble qui ne traduit déjà plus la réalité caniculaire à laquelle une bouteille de vin blanc peut être soumise (38-46 °C).

Le terme « seulement » indique que la température de 50 °C reste fort éloignée du test à 80 °C, capable d'engendrer des troubles bien plus élevés. En effet, après un chauffage de 30 min à 80 °C, le vin montrait un trouble de 25,1 NTU, soit globalement le double de la turbidité générée par un test de 60 min à 50 °C (12,2 NTU).

Si maintenant on compare le test le plus utilisé pour prédire le risque de casse protéique (30 min à 80 °C) avec des conditions caniculaires très exceptionnelles (4 j à 42 °C), on voit que le trouble est surestimé d'un facteur proche de 8.

Concrètement, cela signifie, selon le test pratiqué, que ce vin de sauvignon est 1) stable sur le plan colloïdal (test canicule), 2) faiblement instable (test à 50 °C) ou 3) franchement instable (test à 80 °C). En se basant sur ces trois diagnostics, le vin n'aura 1) pas besoin de traitement à la bentonite, 2) besoin d'une dose fort faible ou 3) besoin d'une dose plus importante de bentonite (donner une dose de bentonite, en g/hl, n'a pas de sens dans l'absolu ; cela dépend de l'activité du produit œnologique). Cette situation n'est ni

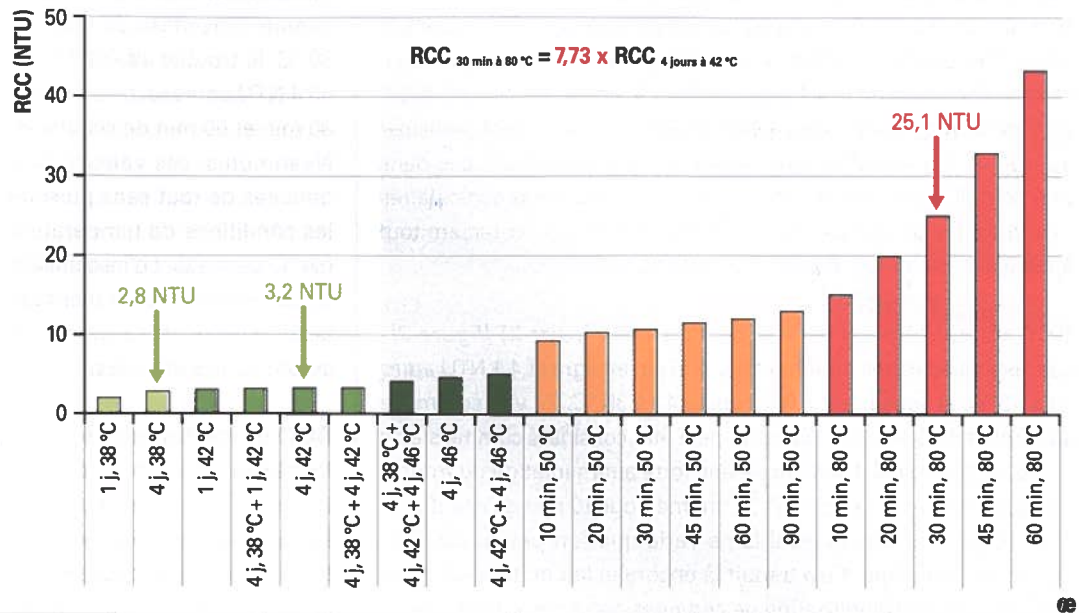
satisfaisante ni confortable pour les vinificateurs.trices.

RCC du sauvignon du Val de Loire (Sv-Loire 1) (figure 2)

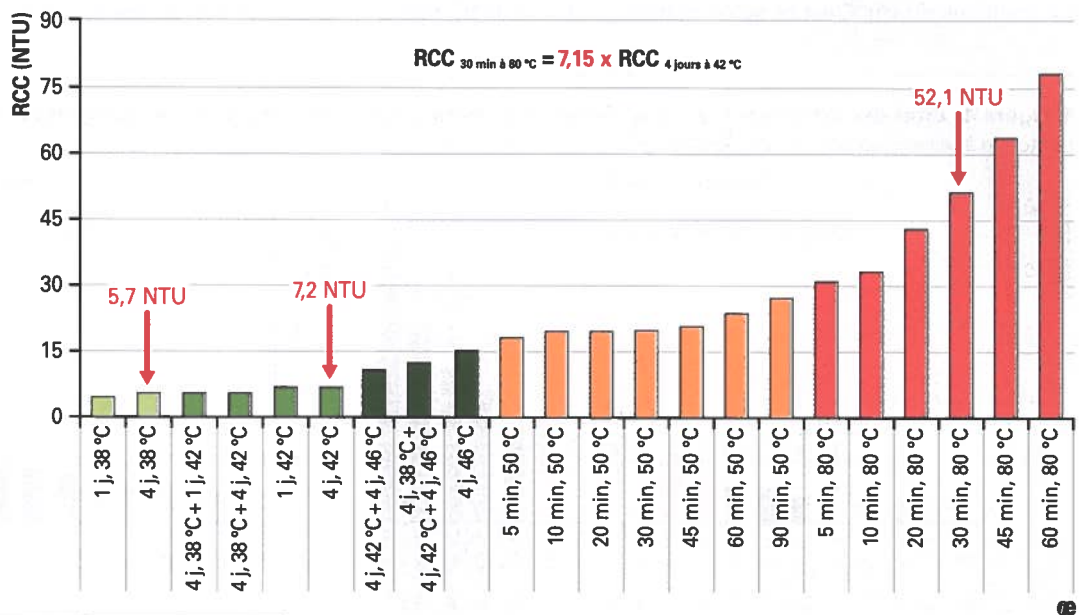
Les tests caniculaires montrent des RCC qui atteignent 7,2 NTU après 4 j à 42 °C, et même 15 NTU après 4 j à 46 °C. Ces niveaux de troubles, même s'ils ne sont que très exceptionnellement rencontrés pour ce vin, sont aisément perceptibles par un consommateur. Dans ces conditions de chauffage, ce vin de sauvignon peut être considéré comme légèrement instable sur le plan protéique (après 4 j à 38 °C, la turbidité était de 5,7 NTU). En chauffant le vin 30 min, à 50 °C, la turbidité atteint 20 NTU, et même 27,1 NTU si le chauffage est maintenu 90 min. Par rapport au test 4 j à 42 °C, le trouble est déjà multiplié par un facteur proche de 4 ($27,1 / 7,2 = 3,8$).

Le test à 80 °C pendant 30 min (51,2 NTU) multiplie encore le RCC par 2 par rapport au test à 50 °C pendant 90 min, déjà considéré comme excessif. Au final, le RCC du vin estimé après chauffage à 80 °C pendant 30 min est 7 fois supérieur au RCC observé dans des conditions caniculaires. Contrairement au sauvignon de l'Auxerrois (figure 1), ce vin peut être considéré comme faiblement instable. Mais une fois encore, on note des valeurs de RCC très différentes selon les tests à la chaleur pratiqués, avec des sauts considérables entre 42 et 50 °C, tout comme entre 50 et 80 °C. On peut comparer ces sauts qualitatifs avec le comportement des protéines du blanc mais d'œuf. Cet exemple est intéressant parce que tout le monde a déjà observé les différentes textures de l'œuf en fonction des cuissons appliquées. Les nombreuses études publiées à propos du comportement des protéines de l'œuf soumis à divers traitements thermiques montrent des températures critiques correspondant au passage des protéines d'un état soluble à un état insoluble. Comme pour

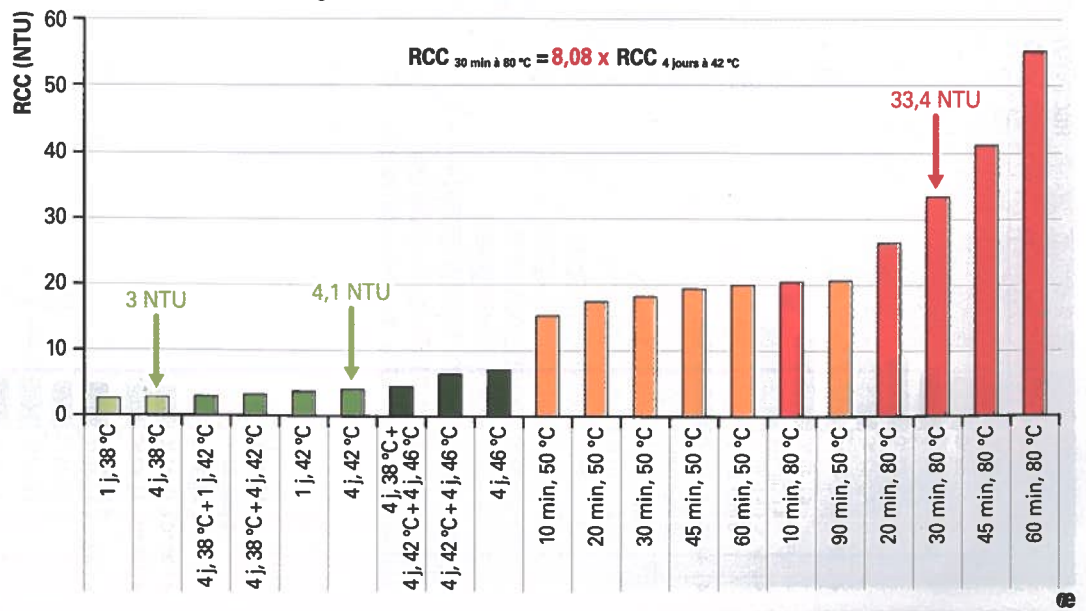
■ **Figure 1 : Effet du test à la chaleur sur l'évaluation du RCC: sauvignon – St-Bris-Le-Vineux (Yonne) – Vendange 2020 – AOC Saint-Bris.**



■ **Figure 2 : Effet du test à la chaleur sur l'évaluation du RCC: sauvignon (Sv-Loire 1) – Saint-Romain-sur-Cher (Loir-et-Cher) – Vendange 2020 – AOC Touraine.**



■ **Figure 3 : Effet du test à la chaleur sur l'évaluation du RCC: sauvignon (Sv-Loire 2) – Saint-Romain-sur-Cher (Loir-et-Cher) – Vendange 2020 – AOC Touraine.**



les protéines du vin, le temps pendant lequel une température donnée est appliquée est aussi un paramètre de première importance. Si le vin est chauffé 30 min à 80 °C, l'augmentation de température engendre l'insolubilisation des protéines les plus thermostables, comme l'invertase de raisin présente dans le vin (Marchal et al., 2020; Dufrechou et al., 2010). Avec le test de 30 min à 80 °C, vont participer au trouble des protéines qui ne seront jamais insolubilisées dans une bouteille, même conservées dans des conditions caniculaires extrêmes. Ce second exemple montre, là encore, le caractère tout à fait irréaliste du test à la chaleur à 80 °C.

RCC du sauvignon du Val de Loire (Sv-Loire2) (figure 3)

Les tests caniculaires montrent des RCC qui atteignent 4,1 NTU après 4 j à 42 °C, et seulement 3 NTU après 4 j à 38 °C. Ce vin, comme le sauvignon de Saint-Bris (figure 1), peut être considéré comme stable sur le plan colloïdal. On observe une forte augmentation du trouble lorsque le vin est chauffé à 50 °C, même pour 10 min de chauffage. À 50 °C, on voit que le trouble ne varie que fort peu entre 30 et 90 min de chauffage. Cela traduit là encore le fait qu'une température critique d'insolubilisation de certaines protéines du vin, essentiellement d'origine végétale (raisin), a été atteinte. Pour insolubiliser d'autres types de protéines, il faut augmenter la température de chauffage du vin. C'est ce qu'on note en passant à 80 °C, où les

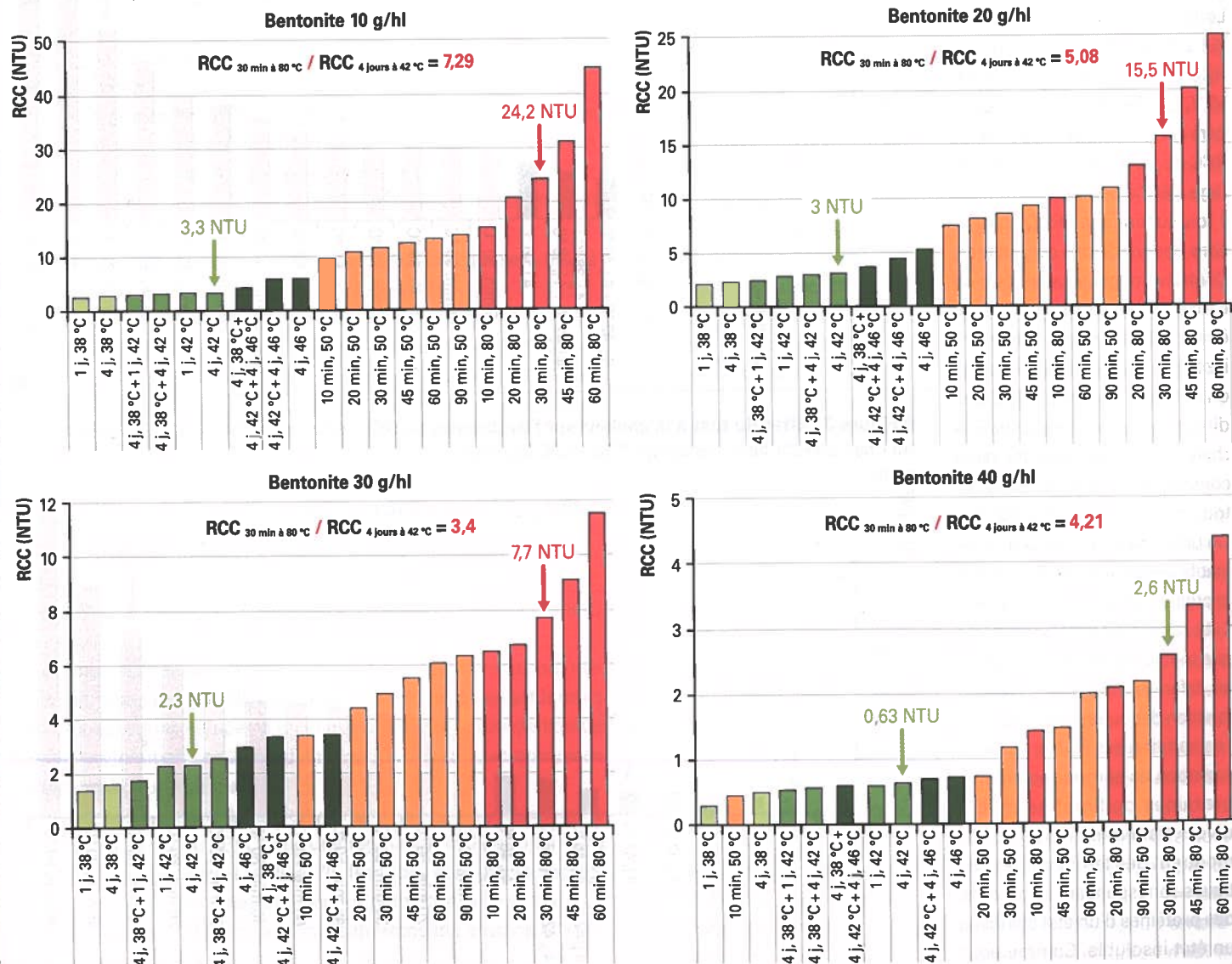
protéines les plus thermostables finissent néanmoins par flocculer, comme l'invertase de raisin. À 80 °C, le trouble atteint 33,4 et 55,4 NTU après respectivement 30 min et 60 min de chauffage. Néanmoins, ces valeurs sont dénuées de tout sens puisque les conditions de température (80 °C) permettant d'insolubiliser les protéines les plus thermostables d'un vin de sauvignon ne seront jamais atteintes.

RCC et traitement à la bentonite (figure 4)

Le vin de sauvignon du Val de Loire (Sv-Loire2), qui selon le test à la chaleur pratiqué pouvait être considéré comme stable ou à l'inverse instable sur le plan colloïdal (vin témoin) (figure 3), a été traité avec des doses de

bentonite allant de 10 à 40 g/hl. Ces 4 vins collés ont été pareillement soumis à 20 tests à la chaleur, en triplicata. Comme pour le vin non collé (figure 3), on note de très fortes différences de trouble entre une réalité caniculaire de 4 j à 42 °C et le test à la chaleur de 30 min à 80 °C. On voit que sur les graphes, l'échelle des turbidités diminue au fur et à mesure que la dose de bentonite utilisée augmente. Ainsi, on passe d'une échelle de 60 NTU pour le vin témoin (figure 3), à 45, 25, 12 et 5 NTU (figures 4) lorsque les doses de bentonite sont respectivement de 10, 20, 30 et 40 g/hl de vin. Cette diminution du trouble observé pour les vins collés correspond, comme attendu, à un appauvrissement de plus en plus marqué de la

■ **Figure 4 :** Effet des différents tests à la chaleur sur l'évaluation du RCC d'un vin de sauvignon Sv-Loire 2. Traitement du vin à la bentonite à respectivement 10, 20, 30 et 40 g/hl.



teneur en protéines totales du vin. Pour chaque dose de bentonite, le rapport RCC 30 min à 80 °C / RCC 4 jours à 42 °C est indiqué. Il passe progressivement de 8,08 pour le vin témoin à 3,4 pour le vin collé avec 30 g/hl de bentonite. Cela signifie que même pour un vin fortement appauvri en protéines thermo-instables, le test à 80 °C donne encore un trouble non négligeable parce que cette température insolubilise des protéines, comme l'invertase, 1) moins adsorbées par les particules argileuses que les protéines participant à la casse protéique (Vernhet et al., 2020) et 2) beaucoup plus thermostables que les protéines de type thaumatine ou les chitinases présentes dans le vin (Marchal et al., 2020).

Sur les 4 graphes de la **figure 4**, les flèches vertes indiquent les vins stables et les flèches rouges les vins instables vis-à-vis de la casse protéique. Avec le test de 30 min à 80 °C, le vin passe progressivement de 33,4 NTU (non traité) à 24,2, 15,5, 7,7 et 2,6 NTU quand la dose de bentonite utilisée passe de 10 à 40 g/hl. En d'autres termes, avec le test à 80 °C, le vin est considéré comme stable seulement après un collage avec cette bentonite à 40 g/hl. Dans des conditions caniculaires (4 j à 38 °C ou 4 j à 42 °C), ce vin non collé présente un trouble non ou très difficilement perceptible par l'œil humain ; il peut de ce fait être considéré comme sans risque de présenter une casse protéique. Les résultats des **figures 3 et 4** montrent que le choix de la dose de bentonite va clairement dépendre du test à la chaleur sur lequel on s'appuie : on pourra éviter un traitement à la bentonite ou utiliser une dose allant de 10 à 40 g/hl, selon le test à la chaleur pratiqué en laboratoire.

Conclusions

Les vins de sauvignon (Val de Loire et Auxerrois) présentés dans cette étude ont été soumis à des tests à la chaleur

allant de 38 °C (épisodes caniculaires) à 80 °C (test laboratoire le plus pratiqué à l'échelle mondiale). Pour ces 3 vins, on voit que la surestimation du RCC va d'un facteur 4 à un facteur 8 globalement.

Le test à 50 °C, avec un chauffage maintenu de 30 à 90 min, donne des résultats beaucoup plus proches des réalités caniculaires auxquelles une bouteille de vin blanc peut être soumise. Néanmoins, les troubles observés par ce test montrent encore une surestimation du RCC, qui peut être considéré comme une marge de sécurité pour les vins amenés à rencontrer des conditions extrêmes.

Ce test, qui de toute évidence est beaucoup plus adapté à l'estimation du RCC d'un vin que le test à 80 °C, doit toutefois être mis en œuvre avec un plus ample éventail de vins, pour prendre plus largement en considération l'effet du cépage, du millésime (conditions météorologiques), des pratiques vitivinicoles ou de la région où le raisin est produit.

Cette étude, dédiée à la comparaison entre tests à la chaleur en laboratoire et réalités caniculaires (lesquelles ont été traitées de manière plurielle), montre aussi qu'une estimation réaliste du RCC d'un vin permet la mise en œuvre d'un traitement œnologique adapté et réaliste. Pour de nombreux vins, cela signifie clairement une réduction, voire une suppression, de la quantité de bentonite utilisée pour la stabilisation colloïdale, lorsque cette dernière existe vraiment. C'est aussi la possibilité de reconsidérer ou de développer des alternatives techniques (présentées en début d'article) jugées insuffisantes si on se réfère au test à 80 °C, mais tout à fait efficaces si on se base sur un test à 50 °C. ■

NDLR : Les références bibliographiques concernant cet article sont disponibles sur le site internet de la Revue des *Enologues* : search.oeno.tm.fr

Laissons parler le Vin
TONNELLERIE & MERRANDERIE

ADOUR

1929



FRANCE



32 160 PLAISANCE - Gers - FRANCE

www.ador.fr - contact@ador.fr