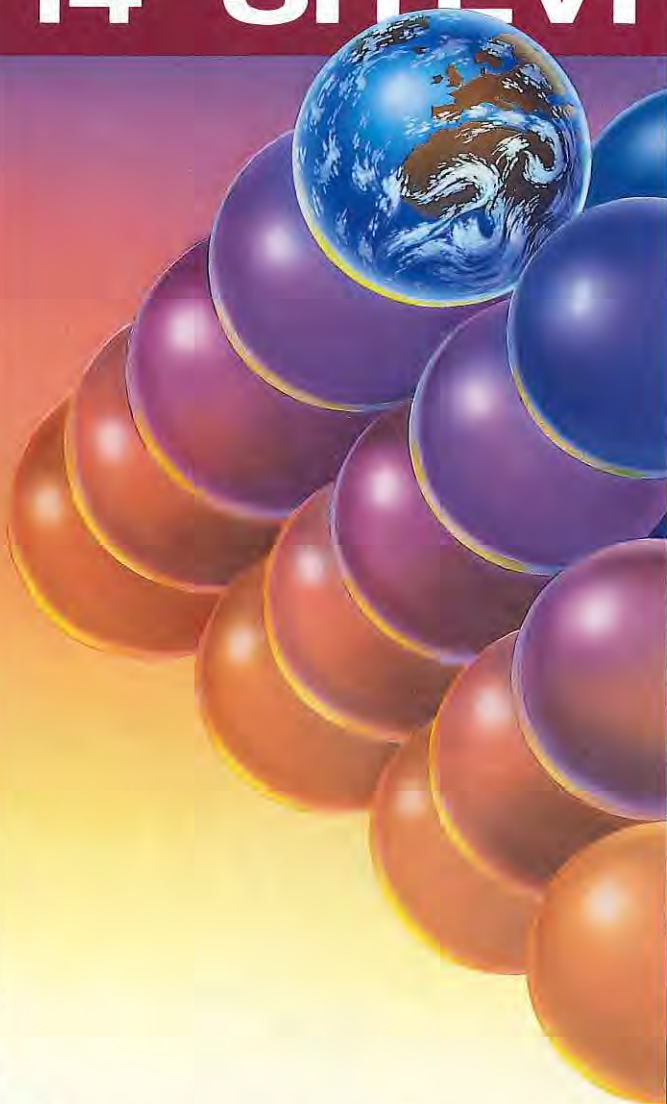


# 14<sup>e</sup> SITEVI



L'avenir passe au sud par le Sitevi.

L'avenir se dessine au sud.

Les entreprises "High-Tech" ne s'y trompent pas, qui gagnent en rangs toujours plus serrés la "sun belt" méditerranéenne : Roussillon, Languedoc, Provence-Côte d'Azur, mais aussi le Portugal, l'Espagne, le Maghreb, l'Italie, la Grèce, la Turquie...

L'avenir de la vigne, des productions légumières et fruitières de qualité se dessine au Sitevi.

**Sitevi** SALON PROFESSIONNEL INTERNATIONAL  
DES TECHNIQUES ET EQUIPEMENTS  
VITI-VINICOLES ET ARBORICOLES  
**27, 28, 29 NOVEMBRE 90**

PARC DES EXPOSITIONS MONTPELLIER FREJORGUES



Commissariat Général du SIMA - 24, rue du Pont - 92522 Neuilly-sur-Seine Cedex - Tél. : (1) 46.40.31.20

**MONTPELLIER**

Armo conseil

## TRAITEMENT

# APPRÉCIATION DE LA STABILITÉ TARTRIQUE DES VINS PAR LA TEMPÉRATURE DE SATURATION -INFLUENCE DU FACTEUR TEMPS SUR LA STABILITÉ (DURÉE DE STOCKAGE)-

D. VALLEE, A. BAGARD, C. BLOY, P. BLOY, L. BOURDE

CIVAM de la région de CORSE, Station d'expérimentation viti-vinicole de SAN GIULIANO, les Caselles, SAN GIULIANO 20230 SAN NICOLAO.

### RÉSUMÉ

La mesure de la température de saturation (TS) et la détermination du domaine de sursaturation ( $\Delta T$ ), corrélées d'une part avec des tests dits "au frigo" et d'autre part avec des stockages-vieillissements de différentes durées en cave (2 mois à 2 ans), ont permis de déterminer des règles de stabilité vis à vis des précipitations tartriques :

- + Températures de stabilité pour des stockages courts (0 à 1 mois) :
  - = T.S. - 15°C (vins blancs, rosés, rouges légers)
  - = T.S. - 20°C (vins doux naturels, type Muscat du Cap Corse)
  - = T.S. - 18 (20)°C (vins rouges semi-corsés à corsés)
  
- + Températures de stabilité pour des stockages longs-vieillissements :
  - = T.S. - 5 (7)°C (vins blancs et rosés)
  - = T.S. - 8 (10)°C (vins doux naturels, type Muscat du Cap Corse)
  - = T.S. - 6 (8)°C (vins rouges légers)
  - = T.S. - 8 (10)°C (vins rouges "semi-corsés")
  - = T.S. - 120 (12)°C (vins rouges "corsés")

La détermination précise et aisée de la température de saturation alliée à l'utilisation de ces "règles", nous permet donc de raisonner nos stockages-vieillissements et expéditions.

**MOTS CLÉS** : Domaine de sursaturation, température de saturation, température de stabilité, cristallisation, facteur temps.

**SUMMARY**

**The study and determining of the domain of oversaturation in connexion with tests known as "in the fridge", and stockings-ageings a long time in a cellar (from two months to two years), enabled us to determine rubs of stability towards for précipitations :**

- + **Températures of stability (short stockings : 0 - one month)**
  - = T.S. - 15°C (white, rosé, light red)
  - = T.S. - 20°C (sweet and natural wines like muscatel wines)
  - = T.S. - 18 (20)°C (red wines half-bodied wines)
- + **Températures of stability (long stockages-ageing) :**
  - = T.S. - 5 (7)°C (white and rosé wines)
  - = T.S. - 8 (10)°C (sweet and natural wines like muscatel wines)
  - = T.S. - 6 (8)°C (red and lighth wines)
  - = T.S. - 8 (10)°C (red and half-bodied wines)
  - = T.S. - 10 (12)°C (red and full-bodied wines)

**(température of stability = temperature under which a risk of precipitation exists, T.S. = temperature of saturation).**

**The accurate and easy determining of the T.S. combined with the use of these "rules" allows us to reason our stockings, ageings and dispatches.**

**KEY WORDS :** Domain of oversaturation, temperature of saturation, temperature of stability, crystallization, factor time.

La stabilisation tartrique est une étape importante de la stabilisation physico-chimique des vins. Depuis plusieurs années de nombreux travaux (6), (8), (9), (10), (11) ont été publiés afin de proposer des tests, ou des méthodologies, permettant d'apprécier le niveau de stabilisation atteint. Dans le présent article nous tentons, après un rapide rappel théorique des lois régissant la cristallisation, de préciser l'influence du facteur temps (durée de stockage) sur la stabilité du vin. Celle-ci, corrélée

à la température de saturation (TS) définie par Wurdig (10) et exploitée par Maujean et Coll. (8), a permis d'énoncer des règles prévoyant la stabilité des vins dans le temps. La finalité pratique de cette étude est de permettre, en fonction de la température de saturation atteinte, un raisonnement sur l'intérêt d'une stabilisation, en fonction de la température ultérieure de stockage et/ou d'expédition des vins.

## 1 Rappel des différents paramètres régissant la cristallisation du bitartrate de potassium (THK) dans les vins

Les équilibres de dissociation du THK dans les vins sont dépendants de plusieurs paramètres :

- concentration en acide tartrique (TH<sub>2</sub>)
- concentration en potassium (K<sup>+</sup>)
- pH
- degré alcoolique
- température
- force ionique du milieu

On observe dans les vins les mêmes phénomènes que dans les solutions binaires aqueuses (1) (2) (3) (4) (8) (cf. figure 1)

Le vin peut être, en première approximation, considéré comme un système ternaire par son eau, son alcool et son THK. A ces 3 composants majeurs, il faut ajouter la présence de substances inhibitrices de cristallisation (protéines, colloïdes, polyphénols, etc...) ayant une action soit de pollution des nucléi (adsorption sur les faces de grossissement) (7) (8) (15) soit de combinaisons de certains cations ou anions de vin (17).

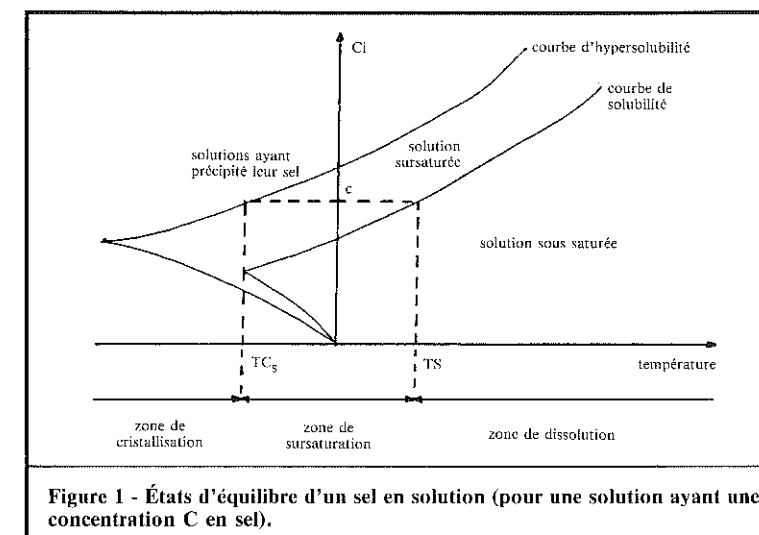
Le vin est une solution généralement sursaturée en THK, c'est à dire en état d'équilibre métastable. Cet état de "pseudo" équilibre peut être rompu soit par nucléation hétérogène induite (impuretés, etc...), soit par nucléation homogène induite (introduction de cristaux de THK dans la zone de sursaturation), soit par différents événements (12) qui peuvent entraîner une diminution du  $\Delta G^*$  de la réaction de nucléation : il y a, ainsi, rupture de l'état d'équilibre métastable et formation de cristaux.

Selon la température, le vin est une solution sous saturée, saturée ou sursaturée en THK.

Les études conductimétriques menées par Wurdig et Coll. (10) puis par Maujean et Coll. (8) ont permis de définir ces différents états dans le vin en fonction de la température et d'avoir ainsi accès à :

- T.S. : température de saturation,
- T.C.<sub>s</sub> : température de cristallisation spontanée,
- $\Delta T$  : domaine de sursaturation = T.S. - T.C.<sub>s</sub>.

Le calcul et la détermination de ces paramètres permettent d'avoir "une photo instantanée" des états du THK dans le vin en fonction de la température.



## 2 Étude de l'influence du facteur temps sur la stabilité tartrique des vins au cours du vieillissement

### 2.1 Matériel et méthodologie :

Les analyses ont porté sur des vins blancs, rosés, rouges et vins doux naturels type muscat du Cap Corse, issus d'essais de vinification 1986, 1987 et 1988 du CIVAM. Les caractéristiques physico-chimiques des vins ont été déterminées selon les méthodes officielles de l'Office International de la Vigne et du Vin dans les laboratoires du CIVAM à San Giuliano.

Les produits de concentration ont été déterminés selon la méthodologie préconisée par Berg et Keefer (6).

Les paramètres conductimétriques relatifs à la détermination de la T.S., T.C.<sub>s</sub>, du  $\Delta T$  ont été obtenus selon la méthodologie décrite par Maujean et coll. (8) avec le même type de matériel.

Ces mesures ont été corrélées d'une part au test dit "au frigo" (stockage à -2, -4°C durant plusieurs heures, voire plusieurs jours, avec observation journalière d'éventuelles précipitations) et, d'autre part, au stockage en cave thermorégulée (10 - 12°C) avec observation de la stabilité tartrique dans le temps (3 mois, 6 mois, 10 mois, 1 à 2 ans, selon les essais). Précisons que les vins de 1986 n'ont pas été stabilisés (froid naturel) et que ceux de 1987 et 1988 ont été stabilisés selon le traitement dit de "contact" (11).

### 2.2 Résultats - Commentaires :

Les résultats issus de ces analyses sont regroupés dans les tableaux n°1, 2, 3, 4, 5, 6.

Tableau n° 1 - Vins blancs

PARA-METRES ESSAIS	Titre alcoométrique (% Vol.)	Acidité totale (g/l H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	Acide tartrique (g/l)	pH	Potassium (mg/l)	Produit de concentra- tion (x10 <sup>6</sup> )	T.S. par expérience (°C)	ΔT (°C) = TS-TS <sub>s</sub>	TC <sub>s</sub> (°C)	Test dit "au frigo"	Température de stabilité d'après TS - 15	Observa- tions en cave 10 mois à 10-12°C	Observa- tions en cave 2 ans à 10-12°C
1986													
1	13,1	2,75	1,95	3,40	720	15,3	17,4	18,75	-1,35	++ à 0°C - 60h.	2,4	++	++
2	13,0	3,60	3,60	3,10	630	20,3	21,3	18,50	2,80	++ à 0°C - 24 h.	6,3	++	++
3	10,6	4,20	3,90	2,95	720	20,7	18,15	21,45	-3,3	RAS 0°C - 48 h.	3,15	++	++
4	13,5	3,30	1,80	3,35	990	18,9	19,3	-	-	++ à -4°C - 48 h.	4,3	+	+
5	10,9	3,60	2,70	3,20	800	20,9	19,35	23,55	-4,2	++ 0°C - 84 h.	4,35	+++	+++
6	11,3	2,95	1,45	3,55	1070	17,5	17,1	21,2	-4,1	RAS 0°C - 48 h.	2,1	RAS	RAS
7	12,2	3,60	2,85	3,10	820	20,9	17,8	-	-	++ à -4°C - 84 h.	2,8	+	++
8	10,8	4,15	1,70	3,30	1110	19,1	17,75	18,5	-0,75	RAS, 3 jours à -4°C	2,75	RAS	RAS
9	10,7	3,95	3,60	3,00	860	25,1	17,8	-	-	++ 0°C - 132 h.	2,8	RAS	RAS
10	9,2	3,30	2,10	3,35	880	19,3	14,1	-	-	++ 0°C - 48 h.	-0,9	RAS	RAS
11	9,5	3,40	2,70	3,25	820	21,7	15,9	-	-	++ -6°C - 60 h.	+0,9	RAS	RAS
12	12,1	3,90	2,10	3,25	800	16,6	19,15	21,85	-2,7	++ -6°C - 60 h.	4,15	RAS	+
13	10,95	3,60	3,40	3,10	700	20,4	17,75	17,95	-0,2	++ -2°C - 108 h.	2,75	+	+
14	11,3	3,30	1,60	3,60	1070	19,75	17,3	25,55	-8,25	++ à -4°C - 24 h.	2,3	+	++
15	11,3	3,70	1,70	3,40	820	15,1	15,5	-	-	RAS -4°C - 132 h.	+0,5	RAS	RAS
16	11,2	4,0	1,90	3,30	740	14,6	14,2	-	-	RAS -6°C - 60 h.	-0,8	RAS	RAS
17	11,2	4,30	2,20	3,20	660	14,1	14,95	26,9	-13,4	++ -6°C - 60 h.	-1,50	RAS	RAS
18	13,5	3,80	2,35	3,25	625	14,1	14,8	-	-	RAS -4°C - 132 h.	-0,2	RAS	RAS
19	13,3	3,70	2,05	3,30	605	12,6	14,2	-	-	++ -6°C - 60 h.	-0,8	RAS	RAS
20	13,0	3,70	2,10	3,30	625	13,5	16,6	-	-	++ -6°C - 60 h.	+1,6	RAS	RAS
21	12,5	3,70	2,25	3,30	585	13,5	14,1	-	-	++ -4°C - 84 h.	-0,9	RAS	RAS
22	12,1	3,70	2,05	3,30	645	13,5	14,2	-	-	RAS -6°C - 160 h.	-0,8	RAS	RAS
23	12,7	3,30	2,40	3,25	660	16,0	17,15	22,0	-4,85	RAS -4°C - 132 h.	+2,15	RAS	RAS
										++ -6°C - 60 h.			
										RAS 0°C - 72 h.			
										++ 4°C - 72 h.			

## 2.2.1 Le domaine de sursaturation (ΔT) :

Il est variable selon les types de vins. Les valeurs moyennes confirment les résultats déjà observés (7) (8) (5) à savoir : ΔT les plus faibles pour les vins blancs et rosés (tableaux 1, 2, 3) et égaux à 21,2°C (vins rosés) et 21,9°C (vins blancs). Ces 2 catégories peuvent être assimilées.

La comparaison des ΔT montre une augmentation de 2 / 3°C du domaine de sursaturation pour les vins rouges (ΔT = 24,1°C) et de 5 / 6°C pour les Vins Doux Naturels (ΔT = 26,25°C) : effet des colloïdes protecteurs, polyphénols, ... Grâce au même type de raisonnement que Maujean et Coll. (8), nous pouvons définir les règles de stabilité suivantes :

- Vins rosés, vins blancs, vins rouges légers : T.Stabilité = T.S.-15°C,  
- Vins doux naturels type muscat du Cap Corse : T.Stabilité = T.S.-20°C,  
- Vins rouges semi-corsés (ou semi-garde) et corsés (ou garde) : T.Stabilité = T.S.-18(20)°C.

2.2.2 Comparaison T.C<sub>s</sub> et test dit "au frigo" :

D'une façon générale, la T.C<sub>s</sub> déterminée à ± 2°C (5) est une réalité physique des équilibres du THK dans le vin : sur 65 déterminations - corrélations, 53 vérifient la stabilité annoncée soit 81 % des cas. Cela est surtout vrai pour les vins blancs et rosés, les Vins Doux Naturels et vins rouges sont à "temps de réponse" un peu plus long : effet des substances inhibitrices de cristallisation.

## 2.2.3 Comparaison T.S. - Stockage long (10 mois - 1 an - 2 ans) :

Après 2 mois de stockage en cave à 10 - 12°C, aucun échantillon ne présentait de dépôt cristallin, ce qui est en accord avec les règles énoncées au paragraphe III.1. Or, après 10 mois puis 1 an et 2 ans, de nombreux échantillons présentèrent un précipité bien qu'ils se trouvaient à une température supérieure à celle de la stabilité prévue. Comment expliquer cela ? Le domaine de sursaturation correspond, par définition, à un état "d'équilibre" métastable du THK dans le vin. Nous savons également qu'une solution sursaturée peut rester stable durant un certain temps puis rompre son état d'équilibre métastable et précipiter (12) : il s'agit d'une "zone à risques".

Pour illustrer cela, nous avons réalisé l'expérience suivante : après ajout et dissolution de 1 g./l. de THK un vin blanc (aux caractéristiques TS = 33,55°C et ΔT = 16,75°C) fut thermorégulé avec agitation à 23,7°C, soit 10°C sous sa T.S.. Après 24 heures d'agitation, une cristallisation de THK fut observée.

Le même vin, après redissolution du THK précipité, fut thermorégulé à 24,8°C soit 9°C sous sa T.S.. Après 30 heures, nous avons observé une précipitation du THK.

Après une nouvelle redissolution du THK précipité, il fut thermorégulé à 26,7°C soit 7°C sous sa T.S.. En 48 heures, aucune précipitation ne fut observée.

La même expérience fut réalisée avec 3 autres vins et des résultats identiques furent enregistrés. On constate donc que :

- plus l'état de sursaturation de la solution est grand (dT = TS - température du vin) plus le risque d'avoir une précipitation l'est aussi, et ce, dans un temps de plus en plus court (influence du facteur temps).

- Le domaine de sursaturation est une "zone à risque", la probabilité d'y observer une cristallisation n'est pas nulle. Elle est de plus en plus élevée au fur et à mesure que le degré (ou) l'état de sursaturation augmentent. Pour les vins, le domaine peut être scindé en 2 zones :

+ une pour laquelle la cristallisation est quasi-impossible, même avec un temps très long,  
+ une autre pour laquelle la cristallisation est possible (7).

## 2.2.3.1 Définition de règles de stabilité correspondant à des stockages longs - vieillissements :

- Vins blancs et rosés (tableaux n°1, 2, 3) : 1986 :

Les T.S. sont variables et élevées, ces vins n'ayant subi aucune stabilisation particulière (froid naturel). Seuls les échantillons à T.S. < 17°C ne présentent pas de précipitation après 2 ans de stockage. 1987 et 1988 :

Ces vins sont stabilisés, les T.S. sont faibles, aucune précipitation ne fut observée après 2 ans de stockage.

Tableau n° 2 - Vins blancs

PARA-METRES ESSAIS	Titre alcoométrique (% Vol.)	Acidité totale (g/l H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	Acide tartrique (g/l)	pH	Potassium (mg/l)	Produit de concentra- tion (x10 <sup>6</sup> )	T.S. par expérience (°C)	ΔT (°C) = TS-TS <sub>s</sub>	TC <sub>s</sub> (°C)	Test dit "au frigo"	Température de stabilité d'après TS - 15	Observa- tions en cave 10 mois à 10-12°C	Observa- tions en cave 2 ans à 10-12°C
1987													
1	12,9	3,65	1,20	3,03	585	5,8	8,0	21,7	-13,7	3 semaines à -4°C, RAS	-7,0	RAS	RAS
2	13,8	3,7	0,93	3,49	740	7,7	10,7	-	-	3 mois à -4°C, RAS	-4,3	RAS	RAS
3	11,7	4,5	2,33	2,91	430	7,2	9,0	26,85	-18,85	3 semaines à -4°C, RAS	-6,0	RAS	RAS
4	-	3,5	0,64	3,49	1050	7,5	10,5	-	-	2 mois à -4°C, RAS	-4,5	RAS	RAS
5	12,3	4,15	1,81	2,91	310	6,05	7,5	-	-	2 mois à -4°C, RAS	-7,5	RAS	RAS
6	12,7	3,05	0,30	3,57	1055	3,6	11,3	-	-	2 mois à -4°C, RAS	-3,7	RAS	RAS
7	13,2	3,40	2,31	3,04	350	6,75	8,6	-	-	2 mois à -4°C, quelques +	-6,4	RAS	RAS
1988													
1	-	-	-	-	-	-	9,45	-	-	RAS, 2 mois à -4°C	-5,55	-	-
2	-	-	-	-	-	-	9,3	-	-	RAS, 2 Mois à -4°C	-	RAS	-

Tableau n° 3 - Vins rosés

PARA-MÈTRES ESSAIS	Titre alcoométrique (% Vol.)	Acidité totale (g/l H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	Acide tartrique (g/l)	pH	Potassium (mg/l)	Produit de concentration (x10 <sup>3</sup> )	T.S. par expérience (°C)	ΔT (°C) = TS-TS <sub>s</sub>	TC <sub>s</sub> (°C)	Test dit "au frigo"	Température de stabilité d'après TS - 15	Observations en cave 10 mois à 10-12°C	Observations en cave 2 ans à 10-12°C
<u>1986</u>													
1	10,7	2,75	2,05	3,75	1405	32,1	19,3	22,15	-2,85	++ - 4°C - 48 h.	4,3	+	++
2	10,4	3,35	2,75	3,45	1210	36,9	23,75	19,45	4,3	++ 0°C - 24 h.	8,75	+	++
3	12,1	3,55	2,20	3,40	760	17,7	18,95	23,05	-4,1	RAS 72 h. - 0°C ++ 72 h. - 4°C	3,95	RAS	++
4	11,1	3,80	2,70	3,25	940	25,3	20,1	20,45	-0,35	++ 0°C - 72 h.	5,1	RAS	++
5	10,9	3,15	2,90	3,35	880	27,3	19,45	19,45	0	++ - 4°C - 18 h.	4,45	++	++
6	12,3	3,20	1,90	3,55	880	19,1	20,65	31,25	-10,6	RAS 72 h. - 4°C ++ 72 h. - 4°C	5,65	RAS	++
7	11,7	3,50	2,10	3,40	660	16,0	18,05	21,65	-3,6	RAS 72 h. 0°C ++ 72 h. - 4°C	3,05	++	++
8	12,3	3,30	2,40	3,45	1070	24,15	19,35	18,55	0,8	++ 72 h. - 4°C	4,35	RAS	++
9	12,5	3,70	3,15	3,35	860	22,9	20,25	19,65	0,6	++ 72 h. 0°C	5,25	+	+
10	12,7	3,80	3,30	3,30	900	30,1	20,75	16,75	4	++ 24 h. 0°C	5,75	+	++
11	12,6	4,20	3,40	3,20	820	27,7	20,05	17,75	2,3	++ 24 h. - 0°C	5,05	+	++
12	12,6	4,30	3,50	3,10	660	21,7	19,85	18,25	1,6	++ 24 h. - 0°C	4,85	+	+
13	10,8	2,20	1,55	3,70	970	17,1	15,45	26,95	-11,5	RAS 4 J. - 3,5°C	0,45	RAS	RAS
<u>1987</u>													
1	12,8	3,25	1,55	3,18	390	5,7	10,9	-	-	3 semaines à - 4°C . RAS	-4,1	RAS	RAS
2	12,2	4,10	1,97	3,03	505	8,2	12,8	-	-	2 mois à - 4°C ++ (1 mois RAS)	-2,2	RAS	RAS
3	12,0	4,50	1,37	3,01	507	5,6	14,0	-	-	1 mois à - 4°C RAS (2 mois ++)	-1,0	RAS	RAS
4	13,8	2,90	1,15	3,44	741	9,4	9,3	-	-	2 mois à - 4°C . RAS	-5,7	RAS	RAS
<u>1988</u>													
1	-	-	-	-	-	-	15,05	-	-	2 semaines à - 5°C . RAS	0,05	RAS	-
2	-	-	-	-	-	-	15,0	-	-	2 semaines à - 5°C . RAS	0,00	RAS	-

## Conclusion :

Pour les stockages - vieillissements en chais thermorégulés à 10 - 12°C, il convient pour les vins blancs et rosés d'obtenir un niveau de stabilité du type : T.S. ≤ 15°C (T.S. limite = 17°C ; zone de sécurité : 2°C), soit T.Stabilité (qui correspond à la température minimale de stockage que l'on doit s'imposer) = T.S. - 5°C pour des stockages longs.

## Vins doux naturels type muscat de Cap Corse (tableau n°4) :

1986 : Les T.S. sont variables et élevées, ces vins n'ayant subi aucune stabilisation. Seuls les échantillons à T.S. < 20°C ne présentent pas de précipité après 2 ans de stockage.

1987 : Ces vins furent stabilisés (traitement dit de "contact"). Après 2 ans de stockage, ils sont stables avec des T.S. < 16°C.

1988 : 2 échantillons furent analysés :

\* un présentant une T.S. de 17°C et qui est stable dans le temps (1 an de stockage)

\* un autre présentant une T.S. élevée (23,35) mais qui fut stable durant 2 mois à - 4°C (test dit "au frigo").

L'observation et la mesure du ΔT de cet échantillon (30,2) montre qu'il présente un domaine de sur-saturation bien plus élevé que le domaine moyen calculé pour les Vins Doux Naturels (26,25), d'où une T.C., faible qui explique cette stabilité bien que la T.S. soit élevée.

Tableau n° 4 - Vins doux naturels Type "Muscat du Cap Corse"

PARA-MÈTRES ESSAIS	Titre alcoométrique (% Vol.)	Acidité totale (g/l H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	Acide tartrique (g/l)	pH	Potassium (mg/l)	Produit de concentration (x10 <sup>3</sup> )	T.S. par expérience (°C)	ΔT (°C) = TS-TS <sub>s</sub>	TC <sub>s</sub> (°C)	Test dit "au frigo"	Température de stabilité d'après TS - 15	Observations en cave 10 mois à 10-12°C	Observations en cave 2 ans à 10-12°C
<u>1986</u>													
1	15,7	2,55	1,15	3,80	850	10,65	-	-	-	RAS 72 h. - 0°C ++ - 4°C - 24 h.	-	+	++
2	15,9	2,45	1,15	3,80	1210	15,25	20,85	27,45	-6,6	RAS 120 h. - 4°C RAS 48 h. - 6°C	5,85	+	++
3	15,7	2,40	1,15	3,85	1015	10,6	20,80	24,45	-3,65	RAS 132 h. - 4°C + 60 h. - 6°C	5,80	RAS	++
4	15,8	2,30	1,00	4,05	1250	13,1	22,85	24,3	-1,45	++ - 4°C - 168 h.	7,85	+	++
5	16,0	2,30	1,00	4,05	1325	14,2	20,95	26,0	-5,05	RAS 132 h. - 4°C RAS 60 h. - 6°C	5,95	RAS	++
6	16,0	4,45	1,25	3,80	1715	24,1	26,85	38,35	-11,5	RAS 132 h. RAS 60 h. - 6°C	11,85	RAS	RAS
7	15,8	3,10	1,60	3,50	840	15,1	16,95	-	-	RAS 132 h. - 4°C RAS 60 h. - 6°C	1,95	RAS	RAS
8	16,0	3,50	1,90	3,30	680	13,2	19,6	-	-	RAS 132 h. - 4°C RAS 60 h. - 6°C	-4,6	RAS	RAS
9	15,8	3,60	2,25	3,15	390	8,0	13,4	-	-	RAS 132 h. - 4°C RAS 60 h. - 6°C	-1,6	RAS	RAS
10	15,6	2,90	1,60	3,30	530	8,8	19,8	24,1	-5,65	RAS 72 h. - 1°C RAS 72 h. - 4°C	4,8	RAS	RAS
11	15,7	3,30	1,90	3,10	470	7,90	14,5	-	-	RAS 72 h. - 1°C RAS 72 h. - 4°C	-0,5	RAS	RAS
12	15,8	2,75	1,40	3,60	1050	16,8	20,65	24,0	-3,4	RAS 48 h. - 0°C ++ - 4°C - 48 h.	5,65	++	++
13	16,0	2,75	1,30	3,60	1090	16,3	21,15	24,65	-3,5	RAS 0°C - 48 h. ++ - 4°C - 48 h.	6,15	++	++
14	16,0	2,95	1,35	3,50	960	14,4	20,25	24,0	-3,75	++ - 4°C - 48 h.	5,25	++	++
<u>1987</u>													
1	14,7	2,50	1,27	3,30	468	6,10	11,35	21,3	-9,95	RAS, 1 mois - 4°C	-3,65	RAS	-
2	14,3	3,02	1,80	3,01	312	4,55	11,1	-	-	2 mois à - 4°C : RAS	-3,9	RAS	-
3	15,3	2,25	0,795	3,47	505	4,50	15,05	-	-	2 mois à - 4°C : RAS	0,05	RAS	-
<u>1998</u>													
1	-	-	-	-	-	-	23,35	30,2	-7,6	RAS 2 mois à - 4°C	8,35	-	-
2	-	-	-	-	-	-	17,1	-	-	RAS 2 mois à - 4°C	2,1	RAS	-

## Conclusion :

Pour les stockages - vieillissements en chais thermorégulés à 10-12°C, il convient pour les Vins Doux Naturels type muscat du Cap Corse (16% d'alcool, 80-100 g./l. de sucres) d'obtenir un niveau de stabilité du type : T.S. ≤ 18°C (TS limite = 20°C ; zone de sécurité : 2°C), soit T.Stabilité = T.S. - 8°C pour des stockages longs.

Pour les vins doux naturels issus de passerillage, ce type de relation convient d'être changé, le ΔT étant nettement plus important (échantillon N° 6 de 1986).

- Vins rouges (tableaux n° 5,6) :

La teneur en polyphénols influe fortement sur la stabilisation et le niveau de stabilité à atteindre pour les vins rouges. Cela a été démontré par les travaux de Gaillard et Coll. (16). Nous visualisons bien, par exemple, dans les tableaux 5 et 6 que pour 2 vins ayant T.S.<sub>1</sub> > T.S.<sub>2</sub> le vin 2 peut-être instable alors que le vin 1 est stable, ceci en relation avec l'I.P.T.<sub>280</sub>.

Nous avons donc tiré les conclusions suivantes : Pour des stockages - vieillissements en chais thermorégulés à 10-12°C, il convient pour les vins rouges d'obtenir un niveau de stabilité du type :

Tableau n° 5 - Vins rouges

PARA-METRES ESSAIS	Titre alcoométrique (% Vol.)	Acidité totale (g/l H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	Acide tartrique (g/l)	pH	Potassium (mg/l)	Produit de concentration (x10 <sup>3</sup> )	T.S. par expérience (°C)	ΔT (°C) = TS-TS <sub>s</sub>	TC <sub>s</sub> (°C)	Test dit "au frigo"	Température de stabilité d'après TS - 15	Observations en cave 10 mois à 10-12°C	Observations en cave 2 ans à 10-12°C	IPT 280	T.stabilité d'après TS = 10,24 + 0,3 IPT 280
1986															
1	10,9	3,60	0,40	3,75	1660	7,5	23,85	28,15	-4,3	RAS, 3 jours à - 3,5°C	8,85	RAS	RAS	39,2	22,0
2	12,7	3,35	1,05	3,80	1440	16,6	21,9	24,85	-2,95	RAS, 3 jours à - 3,5°C	6,9	RAS	RAS	36,9	21,31
3	13,1	3,80	3,40	3,35	975	34,8	21,75	17,7	4,05	++ 0°C - 48 h.	6,75	++	++	34,3	20,53
4	11,1	2,80	1,50	3,65	1270	21,6	17,15	20,7	-3,55	RAS, 3 jours à - 3,5°C	2,15	RAS	RAS	25,0	17,75
5	11,7	2,70	1,55	3,65	1250	22,2	16,35	29(?)	-12,65	RAS, 3 jours à - 3,5°C	1,35	RAS	RAS	25,3	17,83
6	12,5	3,30	3,20	3,40	940	32,4	22,25	20,75	1,5	++ 48 h. 0°C	7,25	++;Mat.Col.	++	29,8	19,18
7	11,8	4,60	4,55	3,10	800	32,7	21,45	21,65	-0,2	++ 3 jours à - 3,5°C	6,45	++;Mat.Col.	++	34,7	20,65
8	10,7	2,90	0,85	3,75	1460	14,05	22,4	23,25	-0,85	++ 7 jours à - 5°C	7,2	++;Mat.Col.	++	29,7	19,15
9	10,5	3,20	1,10	3,60	1420	17,3	24,7	20,8	3,9	++ 0°C 24 h.	9,6	++	++	29,2	19,0
10	12,7	3,70	2,10	3,30	920	19,3	21,65	19,85	1,8	++ 3 jours à - 3,5°C	6,65	++;Mat.Col.	++	31,0	19,54
11	12,6	4,60	4,10	3,00	640	20,4	18,75	22,05	-3,6	RAS, 3 jours à - 3,5°C	3,75	RAS	RAS	39,4	22,06
12	10,5	3,50	2,30	3,35	900	21,8	19,15	20,95	-1,8	++ 3 jours à - 3,5°C	4,15	+++	++	24,2	17,5
13	11,9	3,40	1,95	3,55	1170	25,9	22,55	26,45	-3,9	RAS, 3 jours à - 3,5°C	7,55	RAS	++	30,1	19,27
14	11,3	3,55	2,65	3,50	1210	36,0	21,35	24,75	3,4	++ 4 jours à - 3,5°C	6,35	RAS	+	26,1	18,07
15	12,1	2,90	2,35	3,70	1270	33,6	21,95	-	-	RAS, 3 jours à - 3,5°C	6,95	RAS	RAS	29,8	19,18
16	11,6	3,50	2,00	3,65	1170	26,9	18,65	27,35	-8,7	++ 4 jours à - 3,5°C	3,65	RAS	RAS	30,6	19,42
17	10,8	4,95	5,70	3,05	760	35,8	20,75	21,25	-0,5	RAS, 4 jours à - 3,5°C	5,25	RAS	+	25,9	18,01
18	10,9	3,50	2,20	3,25	940	21,0	17,9	-	-	RAS, 6 jours à - 3,5°C	2,9	RAS	RAS	21,5	16,7
19	11,7	3,60	2,05	3,35	960	20,8	15,65	-	-	RAS, 6 jours à - 3,5°C	0,65	RAS	RAS	31,0	19,54

\* Vins rouges légers (type primeur, etc...) T.S. ≤ 18°C (I.P.T.<sub>280</sub> < 30).

\* Vins rouges "semi-corsés, semi-garde" : T.S. ≤ 20°C.

\* Vins rouges "corsés ou garde" : T.S. ≤ 22°C (I.P.T.<sub>280</sub> > 37).

Ces résultats sont en accord avec l'équation T.S. limite = 10,24 + 0,3 I.P.T.<sub>280</sub> proposée par Gaillard et Coll. (16).

Soit pour des stockages longs :

\* T.Stabilité = T.S. - 6(8)°C pour vins rouges légers (I.P.T.<sub>280</sub> faibles).

\* T.Stabilité = T.S. - 8 (10)°C pour vins rouges "semi-corsés".

\* T.Stabilité = T.S. - 10 (12)°C pour vins rouges corsés (I.P.T.<sub>280</sub> élevée).

**Conclusion**

L'utilisation de T.S., ΔT, TC<sub>s</sub> permet de donner une interprétation globale de ce qui se passe ou peut se passer dans le vin à un instant t donné. Il s'agit d'une "photo instantanée" de la stabilité tartrique du vin. Par contre, dans le temps, nous avons démontré qu'il en va autrement. Le ΔT étant une zone à risque, il peut y avoir rupture de l'état d'équilibre métastable entraînant la précipitation du THK dans les vins.

Tableau n° 6 - Vins rouges

PARA-METRES ESSAIS	Titre alcoométrique (% Vol.)	Acidité totale (g/l H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	Acide tartrique (g/l)	pH	Potassium (mg/l)	Produit de concentration (x10 <sup>3</sup> )	T.S. par expérience (°C)	ΔT (°C) = TS-TS <sub>s</sub>	TC <sub>s</sub> (°C)	Test dit "au frigo"	Température de stabilité d'après TS - 15	Observations en cave 10 mois à 10-12°C	Observations en cave 2 ans à 10-12°C	IPT 280	T.stabilité d'après TS = 10,24 + 0,3 IPT 280
1987															
1	13,8	4,6	3,85	3,18	312	11,4	16,75	25,0	-8,25	après 3 semaines - 4°C : RAS	1,35	RAS	RAS	45,7	23,95
2	12,2	4,8	4,30	3,01	275	9,4	16,6	26,45	-9,85	3 semaines - 4°C : RAS	1,6	RAS	RAS	42,0	22,84
3	12,1	3,40	1,25	3,63	895	12,9	17,5	28,25	-10,75	3 semaines - 4°C : RAS	2,5	RAS	RAS	40,3	22,33
1988															
PRIMEURS															
1	10,8	3,33	1,91	3,53	1055	22,6	18,9	24,8	-5,85	1 semaine - 4°C RAS	RAS	RAS	++	26,0	18,04
2	10,7	3,48	2,08	3,46	955	22,0	18,75	23,35	-4,6	1 semaine - 4°C +	RAS	RAS	++	26,3	18,13
3	10,8	2,84	1,83	3,84	1495	30,3	22,2	28,6	-6,4	1 semaine - 4°C RAS	RAS	++	++	38,9	21,91
4	11,1	2,94	1,90	3,77	1475	31,5	24,15	24,75	-0,6	1 semaine - 4°C: +	RAS	++	++	36,4	21,22
5	10,8	3,14	1,97	3,62	1250	28,05	22,55	22,6	-0,05	1 semaine - 4°C: +	+	++	++	36,8	21,28
1988															
1	-	-	-	-	-	-	22,0	23,25	-1,25	4 jours à - 4°C RAS	-	-	-	-	-
2	-	-	-	-	-	-	19,2	-	-	1 mois à - 4°C:RAS	-	-	RAS	-	-
3	-	-	-	-	-	-	22,05	-	-	1 mois à - 4°C:RAS	-	-	RAS	-	-
4	-	-	-	-	-	-	19,3	27,4	-8,1	1 mois à - 4°C:RAS	-	-	RAS	31,9	19,8
5	-	-	-	-	-	-	20,80	-	-	1 mois à - 4°C:RAS	-	-	RAS	39,0	21,95
6	-	-	-	-	-	-	24,3	27,2	-2,9	++ 6jours à - 4°C	-	-	-	63,2	29,2
7	-	-	-	-	-	-	21,6	-	-	1 semaine à - 4°C : RAS	-	-	-	-	-
8	-	-	-	-	-	-	25,7	-	-	5 jours à - 3°C ++	-	-	-	-	-
9	-	-	-	-	-	-	20,9	-	-	1 semaine à - 4°C : RAS	-	-	-	-	-
10	-	-	-	-	-	-	24,35	23,25	-1,0	++ 3 jours à - 3°C	-	-	-	47,2	24,4
11	-	-	-	-	-	-	26,2	-	-	++ 4 jours à - 4°C	-	-	-	-	-

N.B. : Après 2 mois de stockage à 10-12°C aucun échantillon (blanc, rouge, rosé, VDN) ne présentait de précipitation.

La connaissance, par expérience et par observation, du domaine de sursaturation nous a amené à définir des relations permettant de présager de la future stabilité de nos échantillons, à savoir :

Températures à partir desquelles un risque de précipitation existe.

- T.Stabilité (stockage court : durée 0 - 1 mois) =
- . T.S. - 15°C (vins blancs, rosés, rouges légers)
  - . T.S. - 20°C (vins doux naturels, type muscat)
  - \* . T.S. - 18(20)°C (vins rouges semi-garde et garde corsés).
- T.Stabilité (stockage long - vieillissement) =
- . Vins blancs, rosés : T.S. - 5(7)°C
  - . Vins doux naturels, type muscat : T.S. - 8(10)°C
  - . Vins rouges légers : T.S. - 6(8)°C
  - . Vins rouges "semi-garde" : T.S. - 8(10)°C
  - . Vins rouges "garde-corsé" : T.S. - 10(12)°C
- et si possible une température de stockage - vieillissement la plus proche de la T.S.

\* car augmentation du  $\Delta T$  par rapport aux vins blancs et rosés.

D'une façon pratique, si nous prenons - 2°C la température minimale que notre vin peut connaître

durant un laps de temps court, on peut raisonnablement penser que les vins seront stables (stockage - expédition) si :

- . T.S.  $\leq$  13°C, vins blancs et rosés,
- . T.S.  $\leq$  18°C, vins doux naturels, type muscat du Cap Corse
- . T.S.  $\leq$  18°C, vins rouges légers et primeurs,
- . T.S.  $\leq$  20°C, vins rouges semi-garde,
- . T.S.  $\leq$  22°C, vins rouges de garde corsés.

Au delà de ces seuils, il conviendra soit d'envisager un traitement de stabilisation, soit d'envisager l'utilisation d'inhibiteurs de cristallisation avec toutes les limites que nous pouvons leur connaître, soit raisonner notre température de stockage, nos expéditions, etc... en fonction des relations énoncées précédemment.

Dans le cas de produits dits "récalcitrants" (ex. : vins doux naturels issus de passerillage) à la stabilisation, si les T.S. obtenues après traitement sont supérieures aux normes énoncées, il peut alors être intéressant de visualiser les différents états du THK dans le vin par la mesure du domaine de sursaturation ( $\Delta T$ ) et ainsi voir si le niveau de stabilité atteint est satisfaisant.

La détermination de la T.S. corrélée aux relations précédentes, nous permettra d'envisager la future stabilité du vin. Il est certain que ce type de relation ne fournit pas une explication pour chaque vin, mais tente de donner des "lois" simples et fiables applicables à la plupart des vins en utilisant un paramètre facile à déterminer d'une façon précise.

Ces travaux nous ont permis de rejoindre et d'élargir les conclusions émises par M<sup>r</sup> Wurdig et Coll. (10), Maujean et Coll. (8), Gaillard et Coll. (16).

#### RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. XANS Pierre, thèse présentée à la Faculté des Sciences de PAU pour obtenir le grade de Docteur ès Sciences Physiques : "Contribution à l'étude de la surfusion et de la sursaturation des solutions salines aqueuses".
2. CLAUSSE Danièle, thèse présentée à la Faculté des Sciences de PAU pour obtenir le grade de Docteur ès Sciences Physiques : "Contribution à l'étude de la surfusion et de la sursaturation des solutions aqueuses de chlorure d'ammonium".
3. DEVRAINNE Jean, thèse présentée à la Faculté des Sciences de l'Université de Lille, pour obtenir le titre de Docteur ès Sciences Physiques : "I Cristallisation des solutions sursaturées en présence de germes. Le problème de la formation de centres de cristallisation différents de l'ensemencement. Cas du Nitrate de Potassium. II Propositions données par la Faculté".
4. LESSIEUX J.C., thèse présentée à la Faculté des Sciences de Paris pour obtenir le titre de Docteur ès Sciences Physiques : "I - Recherche sur la vitesse de cristallisation des solutions aqueuses de Na Cl et KCl saturées des 2 sels à 10°C et 80°C. II - Propositions données par la Faculté".
5. M. GUITTARD SICAREX Alenaya : "Études conductimétriques de quelques vins du Languedoc - Roussillon".
6. BERG H.W., KEEFER R.M., "Analytical determination of tartrate Stability in wine". American Journal of Oenology and Viticulture Vol.9, n°4, 180-193, (1958).
7. VALLEE Denis, Rapport de Stage d'Oenologue : "Contribution à l'étude de la cristallisation du bitartrate de potassium dans les vins". Faculté des Sciences de Reims 1985.

#### RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

8. MAUJEAN A., SAUSY L., VALLEE D., "Détermination de la sursaturation en bitartrate de potassium d'un vin et quantification des effets colloïdes protecteurs". Revue Française d'Oenologie N°100, 39-49, 4<sup>ème</sup> trimestre (1985).
9. BOULTON et Coll., "The kinetics of Potassium Bitartrate crystallisation from Tables Wines". American Journal of Oenology and viticulture, N°32, (1981).
10. WURDIG G., MULLER Th., FRIEDRICH G., "Méthode pour caractériser la stabilité du vin vis à vis du tartre par détermination de la température de saturation". Bulletin O.I.V. N° 613 - Vol 55 - (Mars 1982).
11. MULLER SPATH, "Stabilisation du tartre avec le procédé de contact". Revue Française d'Oenologie (1979) - N° 79.
12. CIVAM de la Région CORSE : "Essais de Vinification - Paramètres Généraux", (1986).
13. CIVAM de la Région CORSE : "Essais de Vinification - Paramètres Généraux", (1985).
14. CIVAM de la Région CORSE : "Les Vins Doux Naturels - Type "Muscat" de Corse", (1987).
15. RODRIGUEZ-CLEMENTE R., CAREA-GOROSPE, "Structural, Morphological, and Kinetic Aspects of Potassium Hydrogen Tartrate precipitation from Wines and Ethanolic solutions". American Journal of Oenology and Viticulture, Vol.39, N°2, (1988).
16. GAILLARD (I.T.V. Rabastens) : Compte Rendu des Travaux Oenologiques I.T.V. 1988.
17. ESCUDIER J.L., MOUTOUNET M., BENARD P., "Influence de l'ultrafiltration sur la cinétique de cristallisation du bitartrate de potassium dans les vins". Revue Française d'oénologie, N° 108 (1987).



**SPECIALISTE DE LA VINIFICATION EN ROUGE**

- Des solutions adaptées pour des capacités jusqu'à 400 hl
- Des procédés exclusifs : "ROTOMATIC" et "PIJOTO"

**PRESENT AU GIA 1990 - HALL 1 ALLEE 0 N° 2**

**BP N° 9 - 18380 LA CHAPELLE D'ANGILLON - Tél. : 48 73 91 00 - FAX : 48 73 46 21**