

CLARIFICATION-COLLAGE DES VINS

Stabilisation-Turbidité-Filtrabilité



Hervé ROMAT
200217 QUEBEC/CANADA
HERVE ROMAT CONSEIL
www.Herve-Romat-Conseil.fr

GENERALITES

- Clarification globale – Anticipation de l’Embouteillage
- Utilisation des enzymes
- Stabilité tartrique - Traitements stabilisants et additifs œnologiques
- Phénomènes colloïdaux
- Le principe du collage
- Nécessité du collage
- Les différents types de « colle »
- Les accidents de collage : le « surcollage » et les troubles divers
- La stabilisation protéique
- Autres traitements d’élimination de tanins, de clarification ou de stabilisation
- La pratique du collage
- Contrôle après collage ou autre traitement

CLARIFICATION – ANTICIPATION DE L’EMBOUTEILLAGE

- Tous les vins doivent être clarifiés et stables avant l’embouteillage
- La Clarification globale d’un vin intègre : l’aspect visuel (turbidité), la stabilité de la couleur (Blanc et Rouge), la stabilité protéique (Blanc), la stabilité microbiologique...
- **Avant toute filtration, le vin doit être préparé pour que la filtration soit la moins agressive possible, remettant le moins possible en cause les qualités acquises**
- ***Collage*** : permet une clarification globale, une amélioration de la turbidité, une stabilité de matière colorante, une amélioration de la filtrabilité et de la stabilité microbiologique, ainsi que d’améliorer les qualités organoleptiques
- **D’autres actions possibles-nécessaires-complémentaires, suivant l’état du vin :**
- ***Utilisation d’enzymes pectolytiques*** : élimination de colloïdes pectiques, qui gêne ou empêche la clarification
- ***Traitements « au froid »*** : permet une stabilité contre les précipitations tartriques, contribue à une clarification par l’élimination d’amas colloïdaux (avec polysaccharides les plus gros), et favorise une certaine stabilité de la matière colorante.

PHÉNOMÈNES COLLOÏDAUX - NECESSITE DE L'ELEVAGE

- Solutions et état colloïdal

Vin = solution/dispersion colloïdale :

=> **partie liquide** (soluble) + **partie solide** (agglomérats colloïdaux, Matière colorante, polysaccharides + divers) + **partie Métastable** (intermédiaire entre solide et liquide)
+ **particules** (végétales, Levures, bactéries) => lies ou à éliminer par collage/filtration

- Agrégation, Floculation, Adsorption - ELEVAGE

Le vin n'est pas stable naturellement, et subit ou doit subir des Agrégations, Floculations, Adsorptions, pour acquérir une stabilité et une certaine clarification = ELEVAGE

- Stabilité de l'état colloïdal (dont matière colorante en vin rouge)

Fonction de l'oxygène, des conditions d'acidité/pH, des conditions du chai (température), et de certains additifs (produits à base de levures/Mannoprotéines, gomme arabique...)

LE PRINCIPE GENERAL DU COLLAGE

- C'est la **flocculation** d'une protéine (colle) avec des tanins qui après sédimentation apporte :
 - **directement** : une stabilisation de la matière phénolique (et/ou colorante), et aussi une modification organoleptique, pouvant être positive ou négative, suivant la nature et la quantité de la protéine
 - **indirectement** : une clarification (baisse de la turbidité et amélioration de la filtrabilité), une amélioration de la stabilisation microbiologique,
- ***La flocculation dépend de nombreux facteurs*** dont le pH, la température, l'oxydo-réduction (introduction d'oxygène), et la présence de cations métalliques (Fer, Cuivre, Calcium...)
- ***Le floculat tanin-protéine*** résulte à la fois d'une réaction électrochimique (protéines + et tanins -) ainsi que d'une dénaturation des protéines

SCHÉMA DU MÉCANISME DE LA FLOCULATION

(d'après Ribéreau-Gayon)

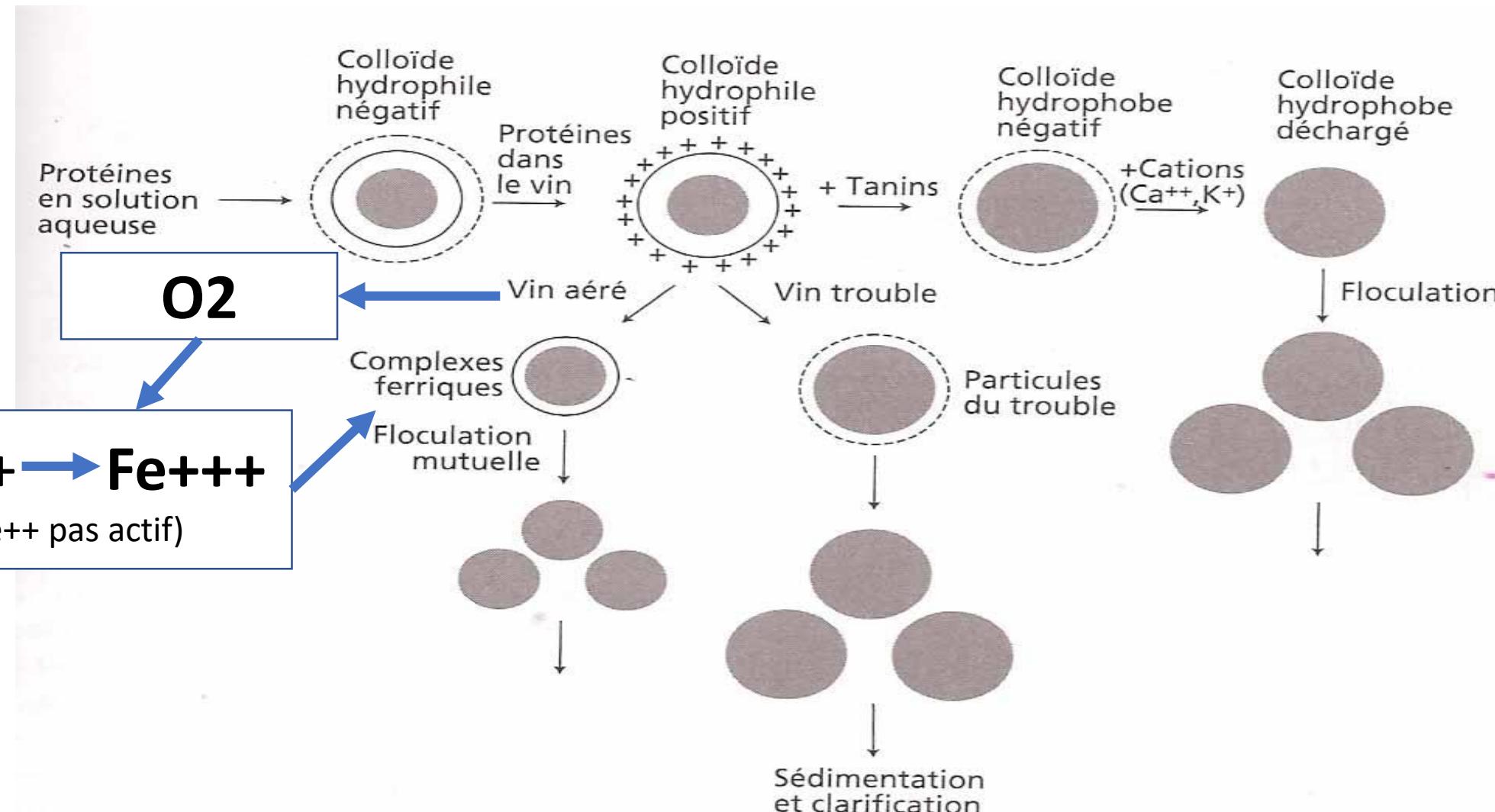


Figure 10.3 — Schéma du mécanisme de la floculation des protéines dans le vin au cours du collage (Ribéreau-Gayon *et al.*, 1977).

LE PRINCIPE DU COLLAGE (2)

Remarque : même si ce schéma peut être remis en cause, il reste une vision globale des phénomènes en jeu...

- **Les interactions dépendent donc des types de tanins et du type de protéines :**
 - ***tanin*** : origine (pellicule, pépins, rafle), taille (poids moléculaire), degré de polymérisation, structure, charge,...
 - ***protéine*** : Poids moléculaire, composition en acides aminés (proline), charge (potentiel zêta)...
- * ***pH*** : son influence est importante sur les charges des tanins et des protéines, donc vis-à-vis de leur capacité à réagir ensemble. Pour la majorité des colles, plus le pH est élevé, plus la quantité de tanin éliminé sera élevée pour une même dose de protéine.

LE PRINCIPE DU COLLAGE (3)

- L'oxygène change le potentiel Redox, en particulier transforme le Fe++ (inactif) en Fe+++ actif, et permet d'« activer » la colle.
- **Homogénéisation** : introduire la colle sur la fraction du vin la plus importante possible, au minimum 50% et encore mieux si transvasement de cuve.
- Certains polysaccharides s'opposent au collage tels que le glucane de Botrytis et la gomme arabique (traitement spécifique pouvant être utilisé pour prévenir les précipitations de matière colorante)
- **Il est toujours nécessaire de faire un test de contrôle de « tenue à l'air » après collage en contrôlant la turbidité, pour valider qu'il n'y ait pas de résidus de colle non activée.**

NÉCESSITÉ DU COLLAGE

- Stabilisation de tanins instables susceptibles de précipiter (amas colorés au fond des bouteilles)
- Modification aromatique : principalement sur la perception du végétal, du fruité et du boisé,
- Modification gustative/Assouplissement des vins : diminution de la dureté-sécheresse-astringence-amertume, modification de l'équilibre (positif ou négatif) et d'éventuels défauts spécifiques liés à la sécheresse et à l'amertume

Remarque : si la colle n'est pas adaptée ou la dose trop faible ou trop importante, l'équilibre, la densité, ou la longueur peuvent en être modifiées. Attention pas toujours de relation linéaire avec les doses de colle

- Diminution de la turbidité
- Diminution des micro-organismes entraînés par les floculats ; souvent nécessaire pour une amélioration de la stabilisation microbiologique
- Amélioration de la filtrabilité – diminution du nombre de filtrations - meilleure filtration, plus performante sur le plan microbiologique et moins agressive pour les vins

INCIDENCE DU COLLAGE SUR LA CLARIFICATION

	18/12/2018	15/02/2019
VR 2017	Avant collage	sortie de colle
Filtrabilité CC	82	45
Turbidité	18,6	2,3
Levures/mL	1 100/mL	inf 1/mL
Bactéries/mL	136 000/mL	9 300/mL

REFERENTIEL FILTRABILITE COUPLE VIN - MATERIAU

Hervé ROMAT, Gaëlle REYNOU (2007)
TURBIDITE (NTU)

	<u>TURBIDITE (NTU)</u>		
	T < 3 NTU	3 NTU < T < 15 NTU	15 NTU < T < 50 NTU
<u>CFLA</u> (K/Qo, 10⁻⁵.s/l²)	MEMBRANE A * (type 0,65µm)	MEMBRANE B * (type 1,2µm)	MEMBRANE C * (tpe 5µm)
CC (CFLA) < 10	PREFILTRE CARTOUCHE + MEMBRANE 0.65µm CALCUL DU VMAX OU IC	PLAQUE/LENTICULAIRE « SERREE » Type K 100-EK * ou PREFILTRE CARTOUCHE + MEMBRANE 1.2µm	PLAQUE/LENTICULAIRE Type K250 - K 100 * ou FRITTE INOX 05
10 < CC (CFLA) < 50	PLAQUE/LENTICULLAIRE "STERILISANT" TYPE EK-EKS * ou PREFILTRE CARTOUCHE + MEMBRANE 1.2µm	PLAQUE/LENTICULAIRE Type K250 - K 100 * ou FRITTE INOX 05	PLAQUE « CLARIFIANTE » Type K 700 * ou TERRE FINE (<1Da) ou TANGENTIELLE
200 >CC (CFLA) > 50	PLAQUE/LENTICULAIRE Type K250 - K 100 ou FRITTE INOX 05	PLAQUE « CLARIFIANTE » Type K 700 * ou TERRE FINE (<1Da)	TERRE LACHE (2Da) ou MELANGE AVEC FINE (<1Da) ou TANGENTIELLE

INFLUENCE DU COLLAGE SUR LA FILTRABILITE

- **Le collage permet une amélioration globale de la filtrabilité par l'élimination**
 - de colloïdes/agglomérats colmatants
 - de micro-organismes plus ou moins colmatants, suivant populations
- **Cette amélioration permet :**
 - de diminuer le nombre de filtrations
 - d'améliorer la rétention des micro-organismes
 - de diminuer les conséquences négatives de chaque filtration, et limitant le colmatage/la surfiltration
 - de conserver les qualités intrinsèques des vins
- **Un collage est toujours préférable à une filtration, beaucoup plus œnologique, plus respectueux du vin avec une élimination « choisie »**
- **La décision du collage devrait prendre en compte l'influence sur la filtrabilité ; il ne sert à rien de ne pas coller ou de choisir une dose de colle faible si ensuite les filtrations doivent largement modifier le profil du vin!**

INFLUENCE DU COLLAGE SUR LA MICROBIOLOGIE (1)

- Le collage permet par la sédimentation des floculats d'entraîner par adsorption un certain nombre de micro-organismes, dont de nombreuses bactéries (Ribereau Gayon 1977), mais aussi certaines Levures dont les *Brettanomyces* (ML. Murat, 2003)
- Par la clarification que le collage induit, il permet aussi de diminuer les risques de développements de micro-organismes en supprimant l'effet support
- Sur les *Brettanomyces*, l'Albumine d'œuf est légèrement plus performante que la gélatine, mais l'efficacité est surtout liée à l'effet dose.
- Réduction de 10^3 à 10^5 UFC/mL
- Réduction des bactéries acétiques par adsorption. Et si utilisation de l'Albumine d'Œuf diminution des bactéries lactiques par effet complémentaire du Lysozyme

INFLUENCE DU COLLAGE SUR LES BRETTANOMYCES

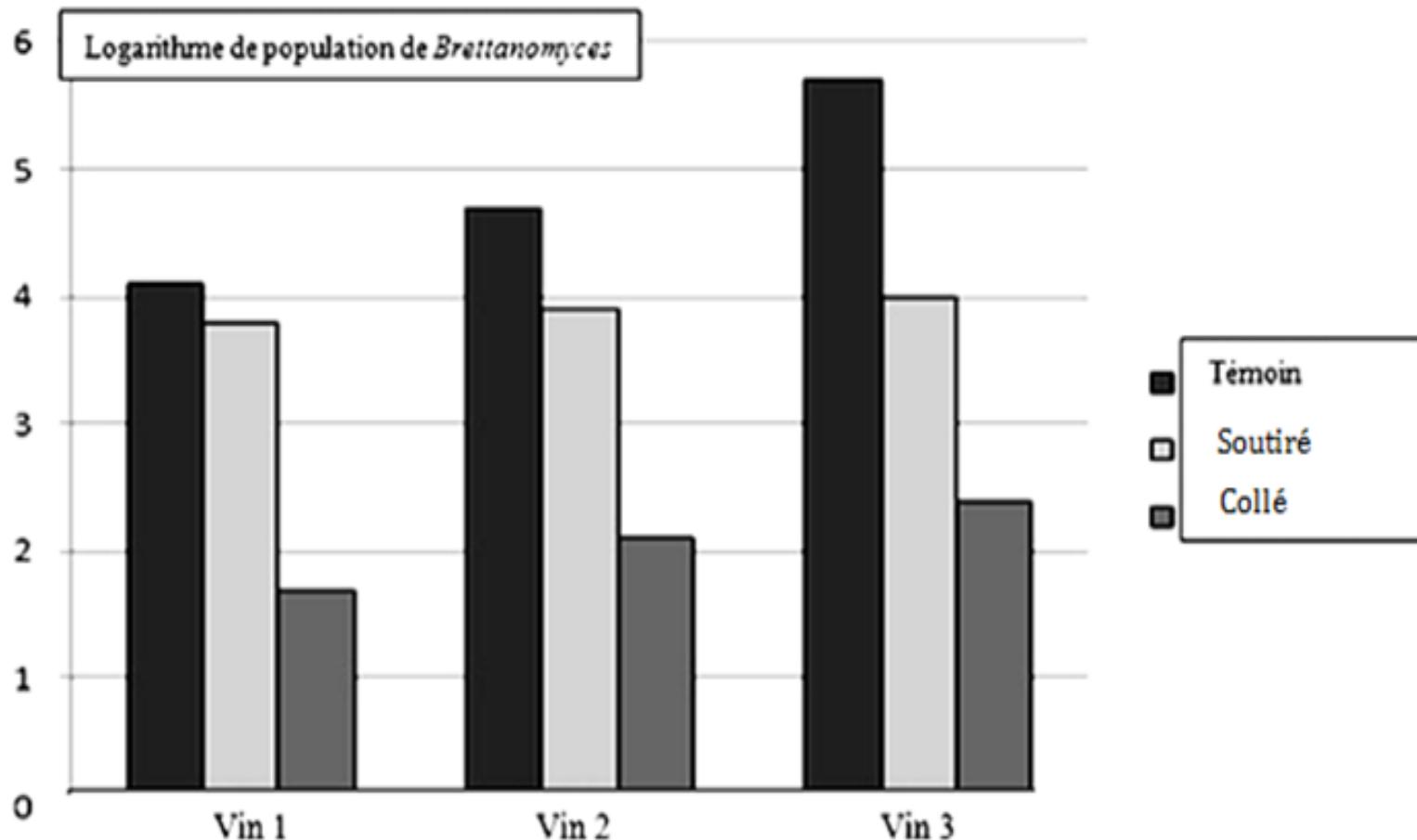


Figure 11.2 - Effet du collage sur la diminution des populations de microorganismes de type *Brettanomyces*. (MURAT, 2003)

INFLUENCE DU COLLAGE SUR LES BACTÉRIES ACÉTIQUES

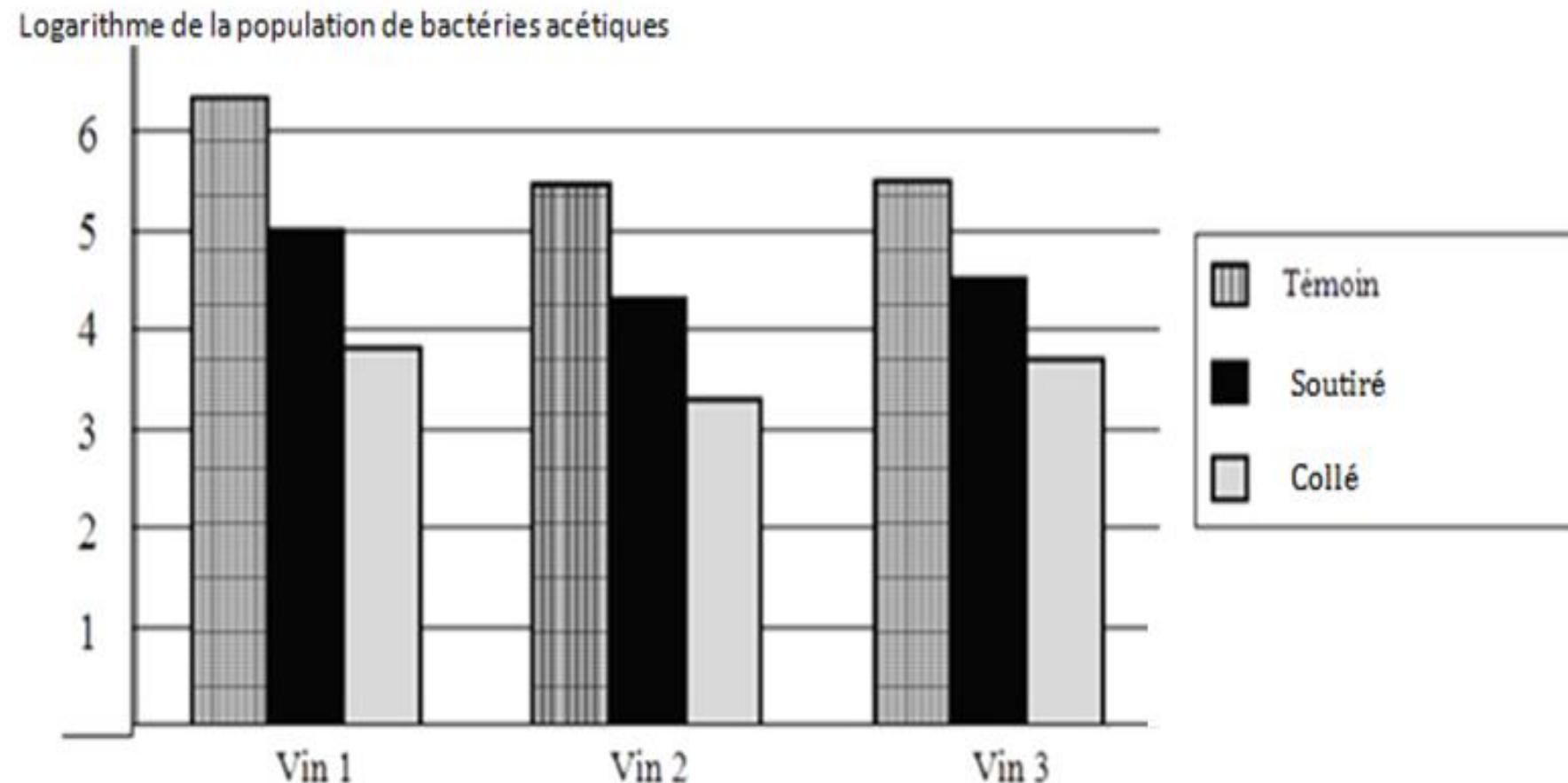


Figure 11.3 - Effet du collage sur la diminution des populations de microorganismes de bactéries acétiques. (MURAT, 2003)

LES DIFFÉRENTS TYPES DE « COLLE »

- **Protéines d'origine animale :**
 - VR : albumine d'œuf (poudre, écaille, ou liquide) gélatines (soluble à chaud, soluble à froid, liquide /plus ou moins dégradées-hydrolysées)
 - VB : caséine, colle de poisson, gélatines (faibles doses)
- **Protéines d'origine végétales** : à base de petits pois (pas neutre sur la dégustation) ou de pomme de terre (très réactive électrostatiquement)
- **Produits de collage d'origine fongique** : à base d'écorces de levure (encore peu développés - potentiel zêta négatif)

Remarque : la gomme arabique est un stabilisant et peut prévenir de certaines précipitations potentielles de matière colorante, mais ne stabilise pas toujours totalement. Elle n'empêche pas non plus les précipitations tartriques. La gomme arabique diminue plus ou moins la filtrabilité en fonction du degré d'hydrolyse, inversement proportionnel à la protection. **ATTENTION :** elle empêche le collage

PRODUITS COURAMMENT UTILISÉS EN CLARIFICATION – STABILISATION DES VB

Les plus couramment utilisés :

- Caséine (allergène) : 5 - 30 g/HL
- Colle de Poisson (+/- allergène): 0.5 – 2 g/HL
- Gélatine : 0.5 – 3g/HL
- PVPP : 5 – 50 g/ HL
- Sol de Silice : 20 à 50 ml/HL
- Association Bentonite-cellulose
- À base de Blé, de pois ou de Pomme de terre (variable suivant fournisseur), et plutôt réservé aux fractions très taniques telles que bourbes et presses
- À base d'écorce de levure (5 à 10 g/HL)

PRODUITS COURAMMENT UTILISÉS EN CLARIFICATION – STABILISATION DES VR

- Albumine d'œuf poudre (allergène) : 2 – 10 g/HL
- Albumine d'œuf liquide (allergène) : 3 - 15 cl/HL
- Gélatines liquides de faible concentration (100 g/L) peu hydrolysées : 2 à 10cL / HL – plutôt sur vin après élevage moyen à long
- Gélatines liquides de concentration moyenne (+/- 150 g/L) moyennement hydrolysées : 1.5 à 7.5 cl/HL
- Gélatines liquides de concentration élevée (300 g/L), fortement hydrolysées : 1 à 5 cL/HL – sur vins jeunes, et plutôt réservées aux fractions très taniques telles que bourbes et presses
- PVPP : 5 – 80 g/HL (dose maximale autorisée)
- À base de Blé, de pois ou de Pomme de terre (variable suivant fournisseur) et plutôt réservé aux fractions très taniques telles bourbes et presses
- À base d'écorce de levure (5 à 10 g/HL)

PRODUITS ALLERGÈNES

- Ils sont susceptibles de provoquer des allergies
- **Ils nécessitent une mention sur l'étiquetage du vin, QUE S'IL N'Y A PAS VALIDATION DE LEUR ABSENCE (< 0,25 mg/L). Si analyse, pas de nécessité d'étiquetage**
- à partir du 1^{er} Juillet 2013 (règlement CE 579/2012) - en plus du SO2 (Etiquetage obligatoire depuis 2005)
 - Caséine
 - Albumine d'œuf

Remarque : sur certain Pays tel que Canada, la colle de poisson est aussi considérée comme allergène...

Les produits de collages ne sont véritablement allergènes que s'ils persistent dans le vin. Or, ils sont éliminés naturellement par soutirage et ensuite par filtration...ils ne persistent donc pas dans le vin...

LES ACCIDENTS DE COLLAGE : LE « SURCOLLAGE » ET LES TROUBLES DIVERS

- Le « surcollage » se dit vis-à-vis d'un VR ou VB qui a une fraction non floculée de protéines ajoutées
- **Peu fréquent sur les VB (car on vérifie la stabilité protéique)** : il provoque un trouble dès un enrichissement en tanin, par exemple après contact avec le bouchon lors de la mise en bouteilles, et quelque fois après aération.
- **Assez fréquent sur les VR : par une certaine réduction, peu riches en Fe⁺⁺⁺, sans être forcément « réduits » olfactivement** ; ils ne permettent pas à la colle d'être à 100% active. Le vin se retroule après soutirage (même bien réalisé). Augmentation de la turbidité et diminution de la filtrabilité après soutirage
- Attention à bien introduire la colle sur au moins 50% du volume et de manière homogène
- Certains défauts de clarification liés au collage, sont fréquemment dus à la présence de colloïdes naturels (Botrytis) ou ajoutés (gomme arabique).

LA STABILISATION PROTÉIQUE PAR LE TRAITEMENT À LA BENTONITE

- La bentonite n'est pas une « colle » car le nom est réservé aux protéines
- **Les bentonites sont des argiles** (ou silicates d'aluminium hydratés, appartenant aux montmorillonites) ;
- Il y a des bentonites sodiques (les plus utilisées car plus de capacités d'adsorption), et d'autres de type calciques.
- On observe leur indice de gonflement dans l'eau pour en déterminer leur capacité de flocculation.
- **La bentonite est chargée négativement et permet d'adsorber les protéines des moûts et des vins**
- Le traitement des moûts est de moins en moins utilisé au profit des traitements sur vins pour une meilleure maîtrise des doses et pour une meilleure expression des vins.
- **Il est impératif de la faire gonfler dans l'eau (> 4h) pour une meilleure préparation/introduction et une efficacité maximum.**

LA STABILISATION PROTÉIQUE PAR LE TRAITEMENT À LA BENTONITE (2)

- ***Il faut toujours vérifier la stabilité protéique après traitement*** (test à l'aide de la mesure du trouble protéique/tanin par la turbidité en comparaison avec le témoin (H.Romat /Laffort). Il existe aussi le bentotest mais plus strict, et parfois au-delà du nécessaire .
- ***Le traitement à la bentonite est contradictoire avec l'utilisation d'enzyme (protéine) et avec l'élevage sur lies. Il doit être effectué après.***
- Bien qu'il induise une perte de certains tanins, le traitement à la bentonite peut être associé à des colles organiques

Remarques : pour des doses importantes > 80g/Hl on peut avoir des pertes aromatiques et de structures : il faut alors envisager un collage préalable pour éliminer une partie des éléments pouvant réagir avec la bentonite. On peut aussi l'utiliser pour diminuer le cuivre dans les vins (si < 1mg/l) et éviter la casse cuivrique ; ainsi que pour éliminer certains tanins de Vins Rouges (presses). Il existe des associations avec PVPP et cellulose.

TRAITEMENT AU PVPP (POLYVINYL POLYPYRROLIDONE)

NON UTILISABLE EN BIO

- C'est un polymère qui possède une capacité d'adsorption avec certains tanins formant un floculat, à l'image des colles organiques
- Il peut être utilisé sur Vins Rouges et Vins Blancs, surtout pour éliminer les tanins les plus végétaux/herbacés/amers/secs
- Sur VB il élimine les tanins les plus rustiques, durs, secs et amers – surtout utilisé sur les vins de bourbes et de presses

Remarque : il enlève aussi les tanins responsables du « pinking » (sauvignon) et du brunissement

- Sur VR il peut diminuer l'astringence, la sécheresse, et l'amertume – surtout utilisé sur les presses
- Il peut être utilisé en association avec des colles organiques, pour une meilleure élimination.

UTILISATION DES SOLS DE SILICE

- Se sont des solutions aqueuses de fines particules de silice (chargées négativement)
- On ne l'utilise pas seul mais en additif des colles organiques
- Cela augmente la taille et le poids du floculat qui sédimente donc plus vite, et conduit à des lies plus tassées.
- Evite les risques de surcollage (VB)
- **Ne sont pas utilisées sur les vins de qualités (sauf certains vins très sucrés), pour les « dépouiller », par adsorption de polysaccharides et macromolécules favorables.**
- Il faut toujours procéder par essais préalables.

DÉTERMINATION DE LA DOSE DE COLLE

- La pratique du collage à une incidence sur les caractéristiques organoleptiques : expression (végétal, fruité, boisé), structure, texture, équilibre, longueur, amertume...
- Il est impératif de passer par des essais de collage pour déterminer le type de colle, la dose la plus adaptée, et la valider en fonction de différents critères.
- Les critères à prendre en compte sont : la dégustation, la clarification globale Turbidité et Filtrabilité, et éventuellement la microbiologie et éventuellement la quantité/hauteur des lies suivant les cas.

Remarque : tenir compte du fait que l'essai de collage se fait sur une bouteille dont le vin a été préalablement aéré par la prise d'échantillon

la pratique du « collé-filtré » (souvent effectuée par le négocié) qui consiste à effectué la filtration directement en suivant du collage sans stabulation, est une technique à proscrire totalement, qui remet en cause la validité de l'essai de collage et pour provoquer une sur-filtration et une dégradation qualitative systématique

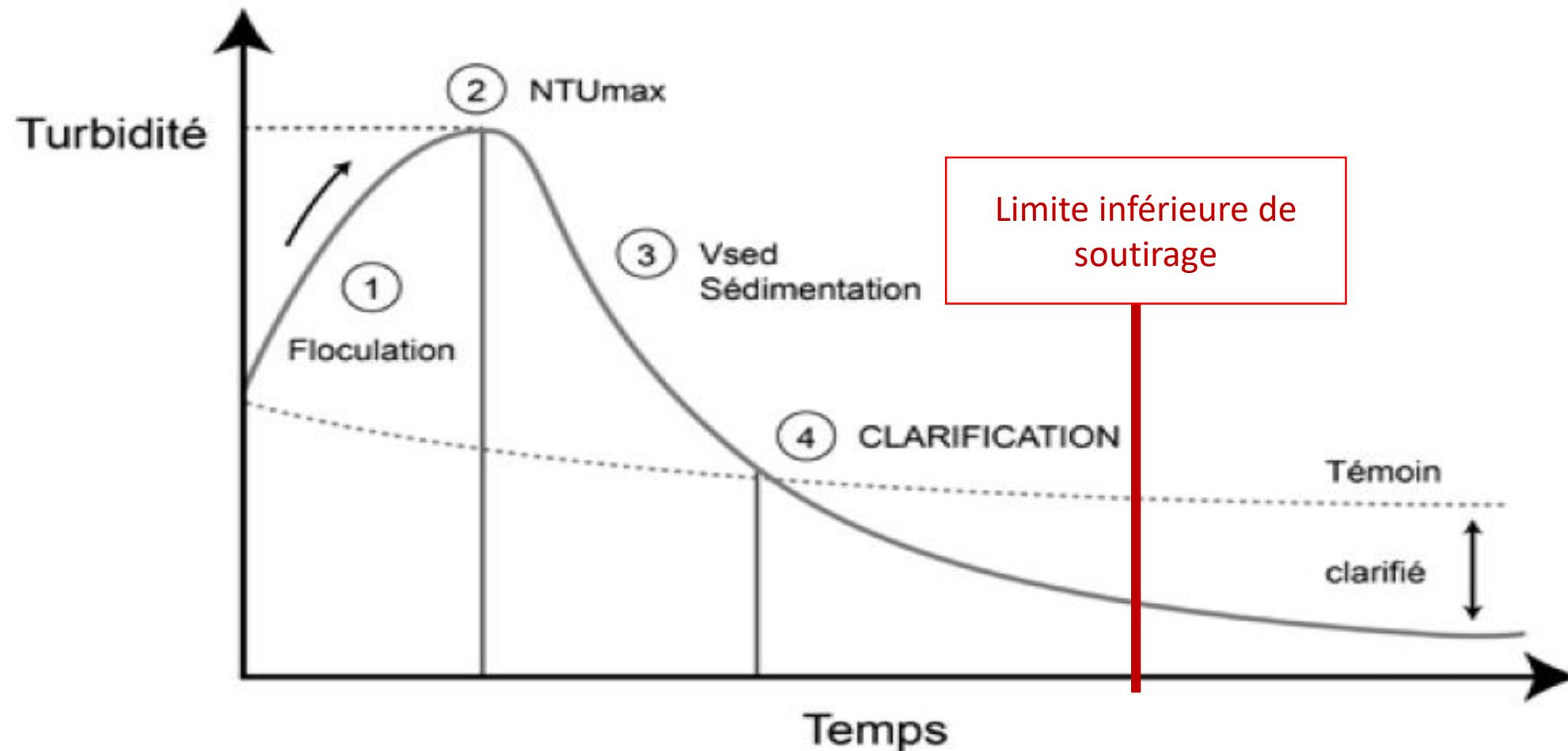
PRATIQUE DU COLLAGE

- La qualité d'un collage sera fonction :
 - De l'**homogénéisation** : pompe doseuse, système venturi, canne d'homogénéisation (N2)
 - de la **rapidité d'introduction des produits** : meilleur si introduit lentement et sur au moins 50% du volume
 - De l'**état d'oxydo-réduction** (meilleur après aération)
 - Des **non variations de températures** pour éviter la remise en suspension : béton> inox isolé> inox, et surtout si les cuves sont très hautes et en extérieur.
 - De la **quantité de CO2** Vin Blancs, mais aussi certains Vins Rouges
- Le soutirage de colle doit être fait avec précaution pour ne pas reprendre de la lie de colle dans le vin clarifié
- Il peut arriver que lors du soutirage le vin se re-trouble, par **surcollage = présence de résidus de colle non floculée** (Réduction, manque de cations métalliques)

Remarque : il doit être raisonnable, appréhender avec méthode et appliquer suffisamment de temps avant l'embouteillage (< 1,5 mois), pour avoir le temps de la sédimentation, du soutirage, du réajustement du SO2, de l'introduction de certains produits œnologiques...

ATTENTION : par son effet clarifiant il peut fragiliser le vin vis-à-vis de l'oxydation, et il ne doit donc pas être mis en œuvre trop tôt > 3 mois avant l'embouteillage

EVOLUTION DE LA TURBIDITE AU COURS D'UNE OPERATION DE COLLAGE



Le soutirage ne devrait pas intervenir avant 2 semaines de stabulation,
mais pas après 8 semaines par risque de dégradation olfactive

Contrôle après collage ou traitement

- Dégustation
- Turbidité, et évolution à la tenue à l'air
- Filtrabilité (CC/CFLA) pour déterminer la meilleure filtration complémentaire, et évolution de la turbidité à la tenue à l'air
- Microbiologie
- Stabilités diverses (protéique, matière colorante,...)
- Présence d'allergènes

REMARQUES SUR LA DÉGUSTATION

- Le collage contribue à un nouvel équilibre aromatique et gustatif, qui peut être meilleur que le témoin
- Il prépare le vin à une meilleure filtration qui sera moins agressive et plus respectueuse
- Modification sur le fruité/végétal, les notes épicées et l'expression du boisé
- Diminution de l'astringence, de l'amertume ou de la sécheresse
- Recherche d'une expression plus noble, d'un meilleur équilibre, et d'une persistance aromatique
- La modification du vin n'est pas linéaire vis-à-vis de la dose et du type de colle utilisés.

Remarque : une différence de 0,5g/hL d'une dose de colle peut s'avérer importante car représentant 15 à 20% de la dose utilisée

UTILISATION D'ENZYMES

L'utilisation d'enzymes peut être nécessaire pour améliorer le collage, en amont ou en aval

- **Enzymes pectolytiques « classiques »** : éliminent la pectine pour tout ou partie.
Elles regroupent : Polygalacturonase (PG) + Pectine Lyase (PL) + Pectine Méthyl Estérase (PME) – différentes préparations, différentes proportion d'activités, différentes unités de concentration... Utilisables sur tous les vins, dont Bio

Remarque : exiger des « FCE » Free Cinamoil Estérase ; souvent pour les préparation solides – généralement pas le cas pour les liquides (à vérifier)

- **Enzymes enrichies en (β) Glucanases** : permet d'éliminer la pectine + diminuer % glucane (Levures ou Botrytis) – Pas autorisées en Bio
- **Enzymes (β) Glucanases : concentrées en (β) Glucanases – spécifiques pour les vins liquoreux** - Pas autorisées en Bio
- **Enzymes « classique » enrichies en Glucosidase** : permet d'éliminer la pectine + libérer une partie aromatique liée aux sucres – **Uniquement pour VB**, et l'intérêt dépend des cépages.
Ne pas utiliser en Rouge, car les glucosidases diminue la couleur des VR - Pas autorisées en Bio

INFLUENCE DES ENZYMES SUR LA FILTRABILITÉ

Exemple d'un Vin rouge de 2015

	Turbidité NTU	CC/CFLA 1,2µm
Vin rouge 2015 Témoin Après 8 mois d'élevage	28.5	135
Enzymes pectolytiques 3,5 g/HL	11	32

CONCLUSION

- Le collage est une opération œnologique, pouvant intervenir à différents moments, mais en général plutôt en fin d'élevage et en vue de la préparation des vins à l'embouteillage.
- Il n'est pas « archaïque », ni « démodé », ni inutile, et permet de stabiliser et d'améliorer les vins
- Il est nécessaire pour améliorer la Turbidité et la Filtrabilité et diminuer le nombre de filtration et/ou en limiter les conséquences négatives.
- Il ne peut pas être remplacé par un traitement physique. « Il vaut mieux un bon collage qu'une mauvaise filtration »...même pour éliminer les micro-organismes, Et la filtration ne stabilise pas la matière phénolique/colorante...
- Contrairement à une idée aussi répandue que fausse, il n'altère pas le vin mais au contraire il l'affine (le peaufine), et peut diminuer voire éliminer certains défauts gustatifs (immédiat ou à long terme), faisant synergie positive avec la diminution du nombre de filtration et de l'impact de celle-ci.
- Ne pas avoir peur de l'aspect « allergène ». L'évolution législative sur les allergènes ne doit pas détourner des objectifs qualitatifs. L'albumine d'oeuf ne peut pas être remplacée qualitativement...et de même pour la caséine...mais d'autres colles peuvent effectuer des actions complémentaires
- Il est un véritable outil qualitatif