



L'ECHO DU LABO

Laboratoire CÉNOCONSEIL - Parc Saint Sauveur - 34980 Saint Clément de Rivière

Année 1

Juin 1999

EDITO

En recensant récemment nos moyens de communiquer avec vous, nous avions relevé :

- les analyses de vins et de moûts (c'est bien le moins pour un laboratoire d'œnologie!)
- les commentaires qui les accompagnent (mais ils sont plutôt le fait de votre œnologie conseil aigrié!)
- les soirées techniques d'avril (dont la dernière en date, sur les tanins, a rencontré un grand succès!).

Hors de ces rendez-vous, peu de messages techniques sur notre fonctionnement vous sont adressés.

Il nous a donc semblé qu'il manquait un maillon indispensable pour mieux nous faire connaître.

Ce document se devait d'être didactique et techniquement pointu. L'exposé sur les protéines rédigé par Marine GILIS me semble répondre à cette exigence.

Cette lettre devait être informative. Le sujet traité par François PENNEQUIN sur l'assurance qualité est le premier d'une série destinée à mieux vous faire comprendre nos ambitions et nos contraintes en la matière.

Enfin, et j'y tenais beaucoup, il était nécessaire de vous présenter les gens qui travaillent pour vous et que vous avez finalement peu l'occasion de rencontrer.

Jean NATOLI

Sommaire	
Edito.....	1
Cénoconseil, comment ça marche ? ..	1
Les protéines	2
L'assurance qualité.....	4
Nouvelles brèves.....	4



CÉNOCONSEIL, comment ça marche ?

◊ Statuts

Le laboratoire est une SARL au capital de 50 000 €. Le capital social est détenu par cinq associés : Sylviane LEPLATRE, Michèle BOUSQUET, Jean François VRINAT, Jean NATOLI, Marc DUHERNET.

◊ Organigramme

Gérant : Jean NATOLI
 Responsable administrative : Michèle BOUSQUET
 Responsable du laboratoire : Marine GILIS
 Responsable qualité : François PENNEQUIN
 Responsable des approvisionnements : Marie Christine DONGAN
 Secrétaire : Sandrine FERNANDEZ.

◊ Clientèle

La clientèle du laboratoire est essentiellement constituée des caves coopératives, particulières, maisons de négoce, groupements de producteurs. Ces structures sont sous la responsabilité de trois sociétés libérales de conseil :

- LEPLATRE & C^o

Sylviane LEPLATRE
Stéphanie PRABONNAUD.

- Jean François VRINAT Conseil

Jean François VRINAT
Cécilia HOUILLÉ.

- NATOLI & C^o

Jean NATOLI
François PENNEQUIN
Stéphanie PRABONNAUD.

◊ Quelques chiffres

Le laboratoire analyse chaque année 45.000 échantillons soit 3 à 400.000 déterminations analytiques. Le record d'échantillons analysés en une journée est de 740.

LES PROTEINES, FACTEUR D'INSTABILITE DES VINS

Les protéines, constituants naturels des vins, apparaissent souvent pour le vinificateur et l'œnologue comme une source de problèmes au cours de la conservation des vins, et plus particulièrement des vins blancs.

C'est un des facteurs majeurs de l'instabilité du vin car elles tendent à former un trouble ou un dépôt dans la bouteille.

ORIGINE, QUANTITE ET NATURE DES PROTEINES DU VIN

Les protéines sont constituées dans la baie de raisin, à partir d'acides aminés et de peptides, eux-mêmes synthétisés par la plante à partir d'azote minéral (forme ammoniacale). Elles sont contenues essentiellement dans les pellicules et les pépins du raisin.

Dans les moûts, les tenues les plus fréquentes sont comprises entre 20 et 100 mg/l. Dans les vins, les tenues sont toujours inférieures à celles des moûts correspondants car, au cours de la fermentation alcoolique, les protéines sont dénaturées par des enzymes, précipitées par les composés phénoliques et consommées par les levures.

Les tenues en protéines des vins sont sous la dépendance de nombreux facteurs naturels : cépage, nature du sol, conditions climatiques, degré de maturation et conditions de culture. Interviennent ensuite les techniques œnologiques. La plus grande partie des protéines étant située dans les pellicules et les pépins, toute pratique augmentant le temps de contact entre le jus et les parties solides (vendange mécanique, pressurage, macération pelliculaire, sulfitage) augmente la teneur en protéines.

Une protéine est constituée par un enchaînement linéaire d'acides aminés, replié en structure tridimensionnelle globulaire. Chaque protéine est caractérisée par le nombre d'acides aminés et leur position dans la chaîne. La plupart des protéines des moûts et des vins sont des glycoprotéines, c'est-à-dire que des sucres sont greffés sur les protéines. Dans la pratique, les protéines sont différenciées par leur taille, représentée par la masse moléculaire exprimée en Dalton (Da). Le raisin contient des protéines de masse moléculaire variant de 20 à 190 kDa. Au cours de l'élaboration du vin, les grosses protéines disparaissent et les protéines les plus abondantes du vin ont une masse comprise entre 20 et 35 kDa.

RÔLE DES PROTEINES DANS LA QUALITE DES VINS

Paradoxalement, la présence de protéines dans les vins présente deux avantages essentiels.

D'une part, les protéines ont un rôle important dans l'intensité et la persistance aromatique des vins car elles ont la capacité de stabiliser les molécules d'arômes. Ce phénomène est exploité lors de l'élevage des vins sur lies : le vin s'enrichit en mannoprotéines issues de l'autolyse des levures et sa qualité aromatique s'en trouve augmentée.

D'autre part, dans le cas des vins effervescents, la présence des protéines a une influence sur un paramètre qualitatif essentiel de ce type de vin : la mousse. En effet, la moussabilité et la stabilité de la mousse sont directement corrélées à la concentration en protéines.

Toutefois, les protéines diminuent la filtrabilité des vins et sont en partie responsables de leur instabilité. Les protéines sont sensibles aux variations de température et



de pH, ce qui entraîne l'apparition de troubles dans le vin par coagulation et précipitation. De plus, d'autres composés comme les polyphénols peuvent former des complexes avec les protéines, ce qui accentue ce phénomène.

METHODE



De nombreuses études ont été menées pour doser les protéines dans les vins.

Il existe des méthodes anciennes, basées sur des réactions colorées entre les protéines et des réactifs spécifiques (Biuret, Lowry, ...), mais ces méthodes ne sont pas assez sensibles.

Actuellement, les techniques les plus utilisées sont la chromatographie liquide haute pression (HPLC) et l'électrophorèse. Ces méthodes, basées sur la séparation des protéines par leur taille, permettent de déterminer très précisément les concentrations des différents types de protéines dans les vins mais elles sont difficiles à mettre en place à cause de leur coût. De plus, il est apparu rapidement que la connaissance de la quantité de protéines d'un vin ne permettait pas de prévoir sa stabilité future, car il semble que toutes les protéines contribuent à l'instabilité des vins, mais à des degrés plus ou moins importants.

Différents essais ont alors été mis en place afin d'évaluer pratiquement le risque d'apparition de troubles dans les vins. Ils sont tous basés sur l'aptitude des protéines à flocculer lors d'addition d'acides, de tanins ou lors d'une augmentation de température. La mesure de la

turbidité de l'échantillon avant et après le test donne une indication de la stabilité. Les tests suivants ont été étudiés :

- chauffage au bain-marie à 80°C pendant des durées variables selon les auteurs (5 minutes à 1 heure),
- chauffage à l'étuve à 45°C pendant 10 jours,
- ajout de tanins à 0,5 g/l,
- ajout de tanins puis chauffage au bain marie pour combiner l'action de la chaleur avec celle des tanins,
- ajout d'acide trichloroacétique pour diminuer le pH puis chauffage,
- réaction au " Bentotest " : addition d'un réactif qui oxyde les protéines en provoquant un trouble instantané.

Au laboratoire CENOCONSEIL, l'estimation de la stabilité protéique des vins est évaluée à partir de trois tests :

- test 1 : chauffage au bain-marie à 80°C pendant une heure,
- test 2 : addition de tanins puis chauffage au bain-marie à 80°C pendant une heure,
- test 3 : bentotest.

Pour chaque test, un code est affecté en fonction du trouble mesuré :

- 0 = test négatif, vin limpide,
- 1 = trouble léger,
- 2 = trouble important,
- 3 = floculation.

Les résultats sont indiqués à l'œnologue conseil concerné dans l'ordre suivant : test 1, test 2, test 3. Par exemple, un code 0 0 1 indique que les deux tests de chauffage sont négatifs mais que le bentotest présente un léger trouble.



Parmi les trois tests, le bentozest est le plus drastique car il prend en compte la quasi-totalité des protéines du vin, même celles qui sont stables. Ainsi, si ce test est négatif, on peut affirmer que le vin sera stable vis-à-vis des protéines. À l'opposé, le chauffage seul (test 1) est le moins sévère, mais il semblerait que ce test soit le plus représentatif de l'instabilité des vins dans la pratique. Ainsi, une réaction positive à ce test indique une instabilité importante du vin considéré. La réalisation du test 2 permet d'avoir une indication supplémentaire.

L'interprétation des tests et la recommandation des traitements appropriés est ensuite laissée à l'appréciation de votre œnologue préféré. Mais ceci est une autre histoire ...

Martine GILIS

Pour en savoir plus :

D. DUBOURDIEU,
M. FEULLAT,
C. CHARPENTIER,
A. MAUJEAN.

ASSURANCE QUALITE DANS LE LABORATOIRE

Depuis 1996, le laboratoire Euxconseil est accrédité par le COFRAC (COMITÉ FRANÇAIS D'ACCREDITATION) pour les analyses des vins et des moûts.

Cette démarche qualité a plusieurs buts avoués :

- assurer la satisfaction de nos partenaires vis-à-vis des résultats d'analyses,
- assurer une gestion optimale de notre fonctionnement,
- rassurer l'administration quant à notre capacité de délivrer des analyses officielles nationales ou internationales.

Les différents points contrôlés par l'assurance qualité sont :

- **le personnel** : il doit être adapté aux tâches requises (formation, information),
- **le matériel** : il doit correspondre aux spécificités analytiques (existence, nombre d'échantillons), par des contrôles et des révisions régulières,
- **les échantillons** (réception, classement, traitement, évacuation),

- **les analyses** : une description détaillée des processus de réalisation et une gestion pointue des consommables sont mises en place,

- **des contrôles permanents** :

- *analytiques*, avec la participation tous les deux mois à une chaîne interlaboratoires nationale, mais avant tout par des contrôles réguliers, internes et quotidiens,

- *organisationnels*, avec des audits internes ou externes (réalisés une fois par an par le COFRAC).

L'ensemble est régi par un système de documentation orchestrant les différentes parties et permettant la mise en place d'actions correctives et préventives.

François PENNEQUIN

Nouvelles brèves

• Pôle recherche et développement

Notre développement nous a progressivement conduits à nous doter d'une activité de recherche appliquée et de développement. Notre laboratoire a bénéficié en 99 d'une reconnaissance de l'ANVAR (Agence Nationale pour la Valorisation de la Recherche).

Cette recherche porte sur une tentative d'adaptation de matériels d'analyses œnologiques à des dosages de type agronomiques et sur le testage d'un nouveau matériel basé sur l'infrarouge.

• Accréditation du laboratoire

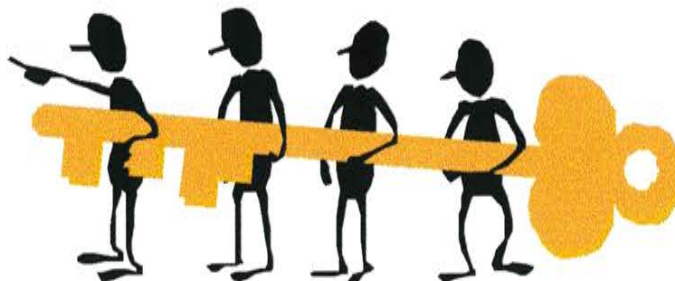
Notre prochain audit par le COFRAC se déroulera en décembre 99. Le dernier avait eu lieu en août 98. Ce genre d'exercice est impossible en période de vendange pour des raisons dont nous vous laissons juges.

• Œnologie et environnement

Notre laboratoire a engagé une démarche volontaire en vue de l'accréditation pour la norme 14 001 (Management de l'Environnement).



LES CLES D'UN COLLAGE REUSSI SUR VINS BLANCS OU ROSES



L'excellent papier de Martine GILIS dans l'**Echo du Labo** ci-joint pose parfaitement bien le problème de la présence de protéines dans les vins blancs et rosés.

Par rapport à cette approche de détection analytique, il convient ensuite pour l'œnologue conseil de déterminer une attitude permettant la prévention de ces problèmes ou leur élimination.

A ce jour, les moyens d'intervention sont limités. Nous allons les passer en revue.

1) La bentonite

C'est la méthode la plus efficace. Les bentonites sont des argiles très fines organisées en feuillets et chargées négativement. Elles ont, de ce fait, une grande surface d'échange et une affinité importante pour les protéines qui sont chargées positivement. Les protéines s'adsorbent à la surface de ces feuillets constitutifs de la bentonite et sont ainsi éliminées.

Les bentonites sont ainsi utilisées depuis les années 30 pour le traitement des vins. Elles n'ont toutefois pas toutes la même activité. Celle-ci varie en fonction de leur nature et de leur préparation.

Nature cationique des bentonites

Les préparations commerciales sont peu loquaces sur ce sujet. Selon que le cation majoritaire sera le sodium, le calcium ou le magnésium, on parlera de bentonite

- sodique (gisements américains)
- calcique (gisements européens)
- magnésienne.

On peut définir grâce à cela un rapport sodium échangeable-calcium échangeable. Ce rapport Na / Ca est compris entre 0,5 et 3,7. En fonction de ce rapport, les bentonites ont des propriétés différentes, que l'on peut résumer ainsi :

- les sodiques ont une capacité de gonflement plus importante. En revanche, leurs lies de colle demeurent plus floconneuses.
- Les calciques donnent des lies plus tassées. On récupère donc davantage de vin dans ce cas après collage.

Globalement, les protéines renfermant plus de sodium sont plus actives (rapport Na/Ca proche de 3,7).

Surface spécifique d'adsorption

Elle est déterminée par le test au bleu de méthylène. Il permet de calculer la surface de contact entre l'argile et le vin. Celle-ci varie de 300 à 800 m²/g de bentonite. Là encore, ce sont les bentonites sodiques qui présentent les valeurs les plus élevées.

Pouvoir déprotéinisant

Il existe un test sur une protéine de référence (la BSA). Son élimination varie de 50 à 250 mg/g de bentonite.

Il convient donc à terme d'obtenir des fournisseurs de bentonites les données suivantes :

- rapport Na/Ca
- test au bleu
- capacité d'élimination de la BSA.

Celles-ci constitueront une base indispensable au choix du produit utilisé. Nous avons engagé une démarche exhaustive en ce sens auprès des fournisseurs les plus habituellement rencontrés.

Par ailleurs une des conditions d'amélioration de l'efficacité d'une bentonite est sa préparation attentive :

- gonflement dans de l'eau
- homogénéisation régulière durant ce gonflement
- temps de contact eau – bentonite suffisant.



2) Autres méthodes de stabilisation

Depuis quelques années sont apparues de nouvelles voies de stabilisation protéique des vins.

Les stratégies consistant à ajouter au vin des enzymes capables de dégrader les protéines ayant échoué, les recherches se sont tournées vers une nouvelle voie issue d'une observation pratique : les vins élevés sur lies sont plus stables vis-à-vis des protéines.

Ce phénomène est lié à la libération par autolyse des levures de mannoprotéines, qui jouent un rôle protecteur. Ajoutés au vin avant la mise en bouteilles, ces composés permettraient de diminuer considérablement la dose de bentonite. Ils sont donc particulièrement intéressants, d'autant plus qu'ils jouent un rôle important sur la stabilité tartrique des vins. Leur utilisation pratique reste toutefois actuellement à un stade expérimental soumis à autorisation. De plus, le coût d'utilisation de ces mannoprotéines nous semble constituer un handicap majeur.

Nous ne manquerons pas de vous informer des suites de ce dossier.

Jean NATOLI