Valérie PLADEAU (Sudvinbio) | **Marc BONNEAU** (Biocork) | **Jean Michel SALMON** (INRAe) | **Brandon GALIS** (Sudvinbio)

VINS BIO
sans sulfites ajoutés

CONSERVATION & DÉVELOPPEMENT
D'UNE SOLUTION DE BOUCHAGE ACTIF

NOVEMBRE 2021

Remerciements

Les auteurs remercient les professionnels pour leur disponibilité, leur expertise, les informations communiquées lors des enquêtes réalisées dans le cadre du projet et les conseils avisés lors de l'élaboration de ce document.

Experts de la filière vin :
ICV, Valérie Guizard et Lisa Hostalrich (Service Conditionnement), Daniel Granes (Directeur scientifique)
Jacques Frelin Vignobles, Jacques Frelin (Directeur)
Mas de la Chevalière, Stephanie Marquier (Maitre de chai) et Xavier Tamborero (Directeur des opérations)
Société 3S, Jean-Christophe Peyre (Directeur industriel)
Vinvention, Romain Thomas (Brand manager WQS & WMS) et Rémi Caparros (Service technico-commercial)

Experts de la mise en marché des vins bio SSA :
Personnes interrogées lors des enquêtes sur le marché:
Chartrand Import, Paul Chartrand, Directeur
Jacques Frelin Vignobles, Jacques Frelin, Directeur
Luba Tichina, Responsable commerciale France-Export
Domaine de Bon Augure, Cédric Guy, Producteur
Les vignerons de Saint Maurice, Emma Bunot, Maitre de chai
Les vins Gérard Bertrand, Brice Abbiate, Œnologue
Peter Riegel, Weinimport, José Serrano, Responsable des achats/Manageur qualité

Nos relecteurs :
Daniel Granes et Lisa Hostalrich (ICV), Emmanuelle Alias (Sudvinbio).

ÉDITO

Depuis l'obligation d'étiquetage des sulfites, la demande des consommateurs pour les vins bio sans sulfites ajoutés ne cesse d'augmenter.

Le marché des vins bio sans sulfites ajoutés est en pleine croissance. Côté production, l'enquête nationale annuelle sur les pratiques œnologiques coordonnée par l'Institut technique d'agriculture biologique (R8) montre une progression du nombre d'exploitations vinifiant une cuvée sans sulfites ajoutés, atteignant 39% des vignerons enquêtés en 2020.
Cependant la suppression des sulfites en vinification fait émerger de nouvelles difficultés techniques de maintien de la qualité des vins conditionnés lors de leur mise en marché.

La recherche en œnologie bio se consacre beaucoup aux itinéraires de vinification sans sulfites ajoutés. Dans le cadre d'un projet de recherche de 3 ans (2018-2020) coordonné par Sudvinbio, une étude a été menée sur les contraintes du conditionnement des vins bio sans sulfites ajoutés et les solutions de maîtrise des risques d'oxydation des vins en bouteille. En parallèle, une expérimentation réalisée en partenariat avec l'INRAe a permis de mesurer l'efficacité antioxydante d'un prototype de bouchage en cours de développement, proposé par la société Bio-Cork, pour la préservation des vins bio sans sulfites ajoutés conditionnés.

Ce document propose une synthèse des résultats acquis au cours de ce projet relatif au conditionnement des vins bio sans sulfites ajoutés et sur des solutions envisagées et adaptées aux problématiques des metteurs en marché.

Bonne lecture à tous!

Valérie PLADEAU (Sudvinbio)
Marc BONNEAU (Bio-Cork)
Jean Michel Salmon (INRAe)
Brandon Galis (Sudvinbio)

Le projet Biocork®/LSI

Le projet de recherche « **Étude de l'activité antioxydante de capsules actives Biocork®/LSI sur la conservation de vin bio en bouteilles** » coordonné par Sudvinbio a été mis en œuvre de 2018 à 2020 en partenariat avec l'INRAe (Institut National de la Recherche pour l'agriculture, l'alimentation et l'environnement) et la société Bio-Cork spécialisée dans la conception de fermetures actives pour des produits alimentaires. Il a bénéficié du soutien financier de la région Occitanie et de l'Europe (fond FEADER).

L'expérimentation : Le projet visait à valider, en conditions expérimentales, l'efficacité antioxydante de capsules Biocork®/LSI (contenant des Levures Sèches Inactivées) sur des vins bio mis en bouteilles avec des apports de sulfites réduits ou sans sulfites ajoutés puis à adapter cette technologie aux conditions réelles de production sur les sites professionnels.

L'étude des solutions existantes : en parallèle, une étude sur les solutions employées par la filière régionale et les besoins techniques pour la conservation des vins bio sans sulfites ajoutées a été réalisée à dire d'experts.

Les livrables du projet : fournir des références techniques en bio utiles pour la préservation de la qualité des vins bio sans sulfites ajoutés conditionnés et évaluer l'intérêt d'utiliser des capsules Biocork®/LSI en alternative au sulfitage et en complément des pratiques actuelles.

PARTENAIRES

Association Interprofessionnelle des vins bio représentant les producteurs et metteurs en marché de la région Occitanie et couvrant 70% de la production régionale. Expert technique et règlementaire de la filière vins bio et coordinateur de projet de recherche sur les problématiques techniques liés à la viticulture et l'œnologie bio. Engagé auprès des adhérents pour défendre les intérêts des professionnels d'Occitanie. Organisateur du salon mondial des vins bio ainsi que du concours international des vins et bières bio, Challenge Millésime bio.

La société développe et produit différents formats brevetés de fermetures actives homologuées (Capsules, robinets et bondes) pour récipients de produits alimentaires.

BIO-CORK Sarl
275 rue Nicolas Aubry
01160 NEUVILLE SUR AIN
FRANCE.
+33(0)7 71 77 03 94
marcbonneau2@wanadoo.fr

L'Unité Expérimentale de Pech Rouge est la seule structure d'expérimentation et de transfert INRAe à vocation recherche intégrée viticulture-œnologie. Cette plateforme permet une approche transversale, de la parcelle de vigne au produit conditionné. L'expérimentation vitivinicole concerne la validation, le référencement en lien avec la profession, et le pré-développement des résultats de recherche.

FINANCEURS

L'EUROPE S'ENGAGE L'OCCITANIE AGIT
UNION EUROPÉENNE
La Région Occitanie Pyrénées · Méditerranée

sommaire

p° 6 > 8 **01. Le marché**
Les règles d'étiquetage
La croissance du marché

p° 9 > 14 **02. Les enjeux du conditionnement**
Les étapes critiques et risque d'oxydation
Les outils et techniques en cave
Les stratégies pour préserver la qualité organoleptique

p° 15 >22 **03. Innovation dans le bouchage**
L'oxygène dissous dans les vins conditionnés
Le bouchage actif : une innovation
Les résultats d'expérimentation sur vin rosé

p° 23 **04. Conclusion : De nouvelles perspectives de conservation**

p° 24 > 25 **05. Références bibliographiques & glossaire**

01. Le marché

1. Les règles d'étiquetage

La réglementation allergène

L'étiquetage de la présence d'anhydride sulfureux dans les vins en concentration de plus de 10mg/litre en termes de SO_2 total (RUE* 1169/2011, articles 21 et 9), sur les produits prêts à être consommés, est obligatoire depuis 2005.

La mention « contient sulfites », majoritairement utilisée, peut être accompagnée d'un pictogramme (facultatif) (RUE délégué 2019/33 annexe I).

Qu'est-ce qu'un vin bio sans sulfites ajoutés ?

La règlementation bio européenne autorise l'usage de sulfites en vinification avec des teneurs limites en SO_2 total des vins mis en marché inférieures à celle des vins conventionnels (RUE 889/2008 et RUE d'exécution 2021/1165).

La mention « sans sulfites ajoutés » (et non « sans sulfites »**) est une démarche complémentaire. Elle pourra apparaître sur l'étiquette d'un vin bio (ou conventionnel) dès lors que l'opérateur peut prouver qu'aucun sulfite n'a été utilisé dans l'élaboration du produit jusqu'au conditionnement du vin.

Toutefois, si les teneurs en sulfites exprimées en mg/L de SO_2 total sont supérieures à 10 mg/L, la mention « contient sulfites » devient obligatoire.

**RUE : Règlement de l'Union Européenne*

***source : DIRECCTE Occitanie*

De ce fait, plusieurs situations peuvent se présenter (figure 1) .

La mention « sans sulfites ajoutés » n'est utilisable que dans certains cas et peut coïncider parfois avec la mention « contient sulfites »:

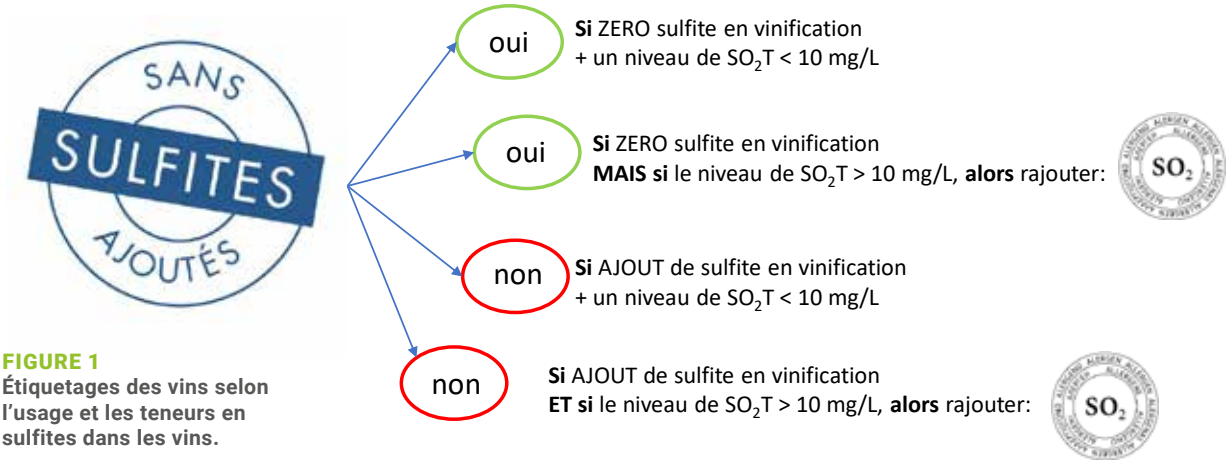
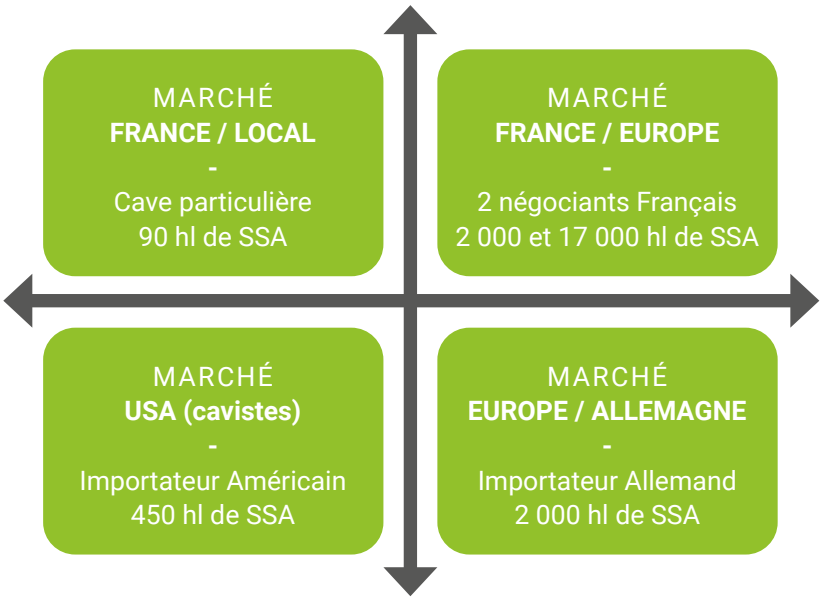


FIGURE 1
Étiquetages des vins selon l'usage et les teneurs en sulfites dans les vins.

2. La croissance du marché



Durant le printemps 2020, nous avons enquêté (R7) auprès de 5 entreprises de négoce implantées sur divers circuits de vente (de la distribution locale au grand export) et expertes de la mise en marché des vins bio sans sulfites ajoutés (SSA) (figure 2).
L'objectif fut d'évaluer les perspectives de croissance de ce marché. L'expérience des entreprises nous a permis d'identifier les attentes des clients, de caractériser les différents circuits de distribution et de lister les facteurs techniques limitant la mise en marché de certaines gammes de vins bio SSA.

FIGURE 2
Caractérisation des metteurs en marché de vin bio sans sulfites ajoutés (SSA) interrogés.

Les tendances du marché

Les metteurs en marché interrogés confirment un développement récent mais progressif de la demande en France et en Europe pour des vins bio SSA. Au niveau du grand export, l'étude a ciblé l'exemple particulier des USA. En effet, la réglementation nationale Bio NOP (National Organic Program) américaine définit deux catégories de vins bio SSA : les vins « Organic » et « 100% Organic ». Les consommateurs privilégient donc historiquement les vins nationaux labellisés SSA au dépend des vins importés. L'exportation des vins bio SSA vers les USA reste donc restreinte.

L'offre des vins bio SSA

Aux dires des experts, l'offre de vins bio SSA se concentre aujourd'hui préférentiellement sur les vins rouges. Les vins blancs occupent toutefois une part non négligeable. Les vins bio SSA concernent toutes les gammes de prix et types de produits (AOP et IGP).
L'offre en rosé reste plus rare par manque d'outils de préservation de la qualité des vins une fois conditionnés vis-à-vis notamment des problèmes d'oxydation, de la stabilité de la couleur (qui reste un critère essentiel d'achat) et des arômes.

Les facteurs limitants

D'expérience, les entreprises interrogées respectent dans leur planning d'approvisionnement des DLUO (date limite d'utilisation optimale) établies en fonction de la couleur des vins (figure 3) :

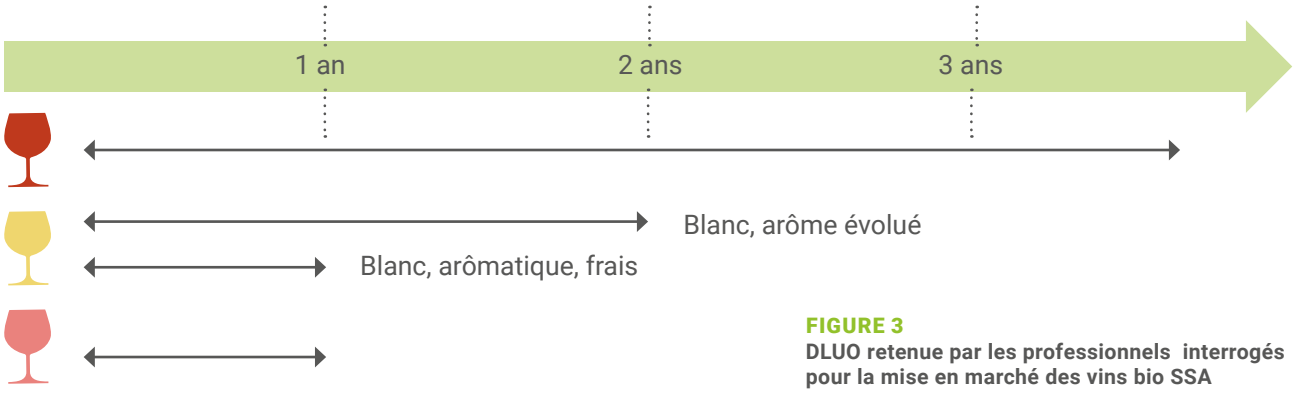


FIGURE 3
DLUO retenue par les professionnels interrogés pour la mise en marché des vins bio SSA

Sur les circuits courts, les DLUO des blancs et surtout des rosés ne sont pas contraignantes. Par contre, sur le grand export, les délais d'acheminement des vins et de mise en rayon estimés en moyenne à 4-6 mois deviennent un véritable frein au développement de la commercialisation de vins bio SSA rosés et de certains blancs (type IGP cépage aromatique-frais). Enfin, il existe une catégorie de blancs recherchée par les consommateurs pour ses notes un peu évoluées, qui supporte donc une DLUO de 2 ans permettant l'exportation sur des circuits longs.

En parallèle, le vinificateur doit également prendre en compte les inclinaisons des consommateurs en matières d'emballages, ces derniers n'étant pas toujours adaptés pour garantir une protection maximale des vins (figure 4) !

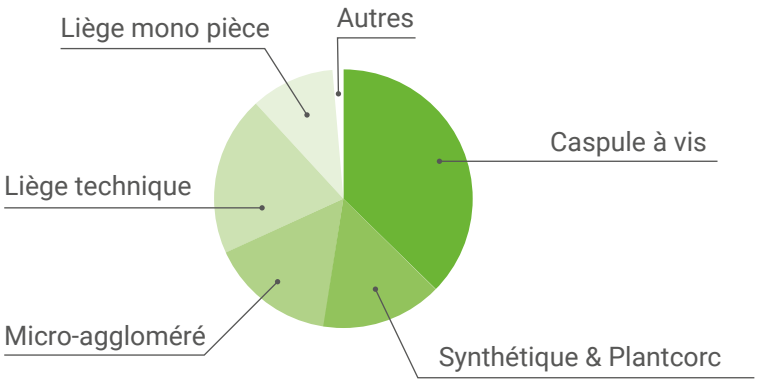


FIGURE 4
Marché mondial du bouchage pour les vins tranquilles en 2017. ***(Source: Vinvention, (R4))***

En France, les consommateurs préfèrent acheter des vins bio SSA type IGP cépages, conditionnés en bouteille verre avec un bouchage à capsule à vis (traditionnellement équipée d'un joint Saranex® présentant l'un des plus faibles taux de transfert d'oxygène (OTR)). Pour les vins type AOP, le consommateur préfèrera un bouchage traditionnel liège, même sur des SSA (figure 4).

Quelles solutions pour le développement des vins bio sans sulfites ajoutés (SSA) ?
L'étude indique que le défi à relever aujourd'hui pour les vinificateurs et les metteurs en marché bio est de proposer des vins bio SSA rosés ou blancs avec un profil aromatique fruité, frais garantissant des DLUO suffisamment longues pour accéder au marché export et aux circuits de distribution longs.
Les efforts doivent donc se concentrer sur l'acquisition d'outils technologiques permettant de maîtriser l'oxydation des arômes et de la couleur des vins bio SSA conditionnés.

02.
Les enjeux
du conditionnement

1. Les étapes critiques et risque d'oxydation

Durant tout le process d'élaboration, le vin peut se charger en oxygène. Plusieurs étapes apparaissent comme critiques (Tableau 1). Le conditionnement reste l'étape déterminante pour la conservation finale des vins bio SSA en bouteille . En cumul, la succession des étapes de vinification peut apporter jusqu'à 8 mg/L d'O_2 dans les vins.
A 20°C à pression normale, (1013hPa), le vin solubilise environ 8 mg/L d'oxygène en peu de temps (10-15 min). La solubilisation de oxygène augmente avec la baisse des températures (12 mg/L à 0°C). L'oxygène est ensuite consommé par le vin et sa vitesse de consommation s'accélère avec l'augmentation de la température. (R9)

OPÉRATION	OXYGÈNE DISSOUS
Pompage	1-2 mg/L
Transvasage	4-6 mg/L
Soutirage sans aération	2-5 mg/L
Soutirage avec aération	4-8 mg/L
Ouillage des barriques	0.2-1 mg/L
Centrifugation	5-8 mg/L
Filtration	3-6 mg/L
Elevage	<0.1mg/L
Mise en bouteille	2-4 mg/L

TABLEAU 1
Dissolution de l'oxygène pour les opérations sans protection ***(Source : IFV-Sud-Ouest)***

2. Les outils et techniques en cave

Une enquête (R7) menée auprès de divers métiers de la filière vin bio en région Occitanie (coopérative, cave particulière, négociant, conditionneur, œnologues conseils) a permis de recenser, à dire d'experts, les technologies et les outils techniques à disposition des vinificateurs pour l'élaboration de vins bio SSA (figure 5).

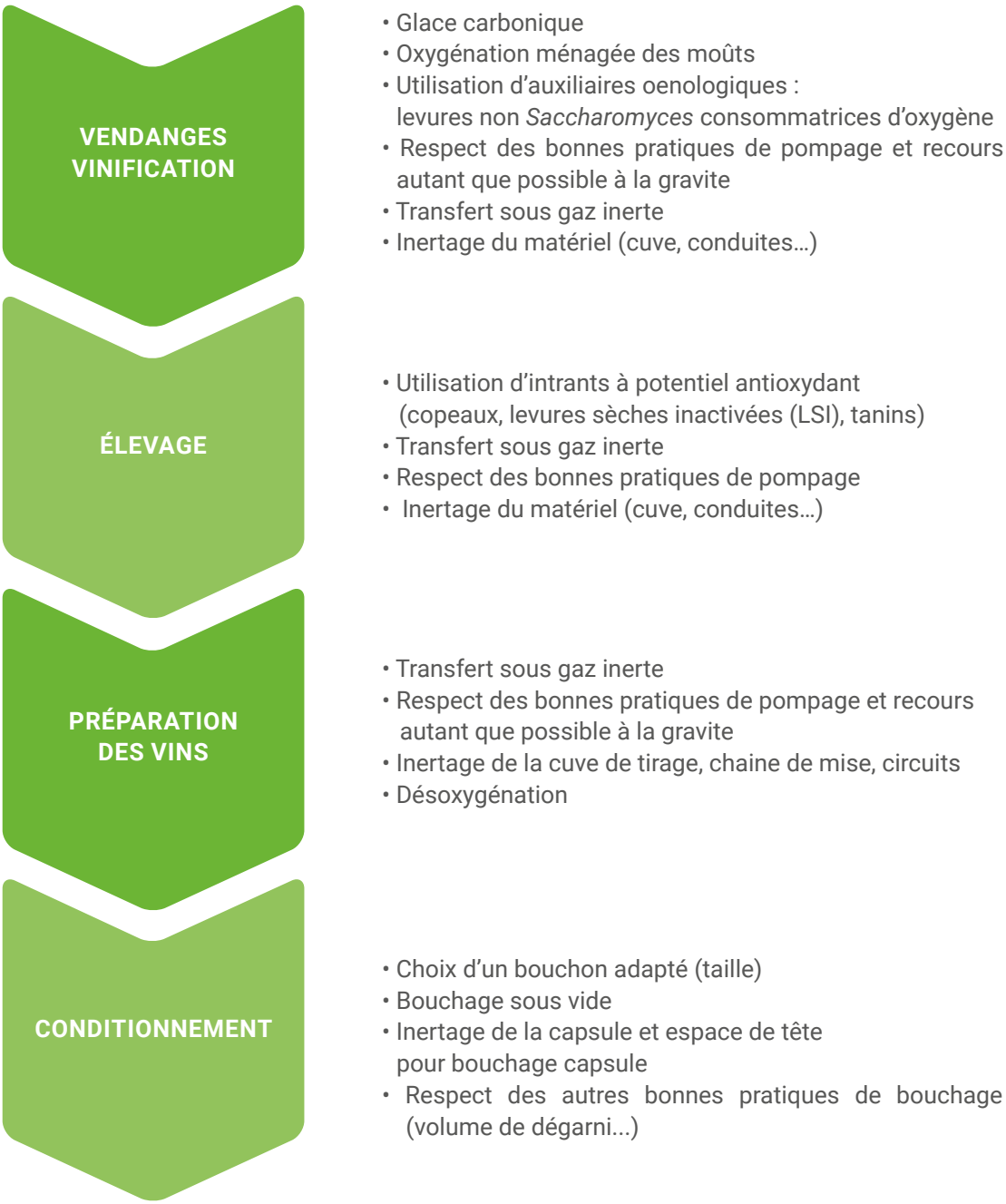


FIGURE 5
Techniques de gestion des risques d'oxydation des moûts et des vins bio

L'inertage est la technique systématiquement employée en prévention de la dissolution de l'oxygène dans le moût ou le vin. A chaque manipulation oenologique ou opération de transfert, le moût ou le vin sont fréquemment en contact avec l'air. L'inertage doit être convenablement piloté pour minimiser ces apports non souhaités d'oxygène tout au long de la vinification.

L'inertage peut s'envisager :

- En statique sans mouvement entre le vin et le gaz: préalablement à un remplissage sans turbulence (en constitutant un «matelas» de CO_2 en fond de cuve (R10)) ou au soutirage d'une cuve, (en balayage en haut de cuve) ou sur les canalisations avant les transferts de moût/vin d'un matériel à un autre.
- En dynamique avec un mouvement relatif entre le vin et le gaz : à chaque étape de mouvement du vin, de collage ou d'addition d'adjuvants pendant le remplissage de la cuve.

Attention, cependant, il est illusoire d'espérer remplacer la totalité de l'air d'une cuve par un gaz "neutre" (R10).

A contrario, l'inertage total des petits volumes, tels que les cloches des filtres, les circuits, le dégarni de bouteille est tout fait réalisable par injection, après la pompe.
Le choix du gaz, pur ou en mélange se fera en fonction de l'étape de vinification, du matériel concerné, de la durée souhaitée d'inertage et du coût (R9).

Tant que l'oxygène n'est que dissout dans le vin mais n'est pas consommé par le vin, la situation est réversible et jusqu'au dernier moment. La désoxygénation notamment entre la cuve pré-mise et la chaine de mise est possible et s'avère intéressante pour la conservation des vins embouteillés. !

En pré-mise il est donc possible de réaliser une désoxygénation partielle du vin à l'azote (un volume de gaz pour un volume de vin) suite à une opération enrichissant le vin en oxygène (ex. du transfert du vin vers la cuve pré-mise) ou juste avant le conditionnement. Vérifier les teneurs en oxygène dissous pour ajuster l'inertage.

INFO
RÉGLEMENTATION BIO

Tous les gaz sont autorisés en bio pour l'inertage des moûts et des vins seuls ou en mélange : l'azote (N_2) ou le gaz carbonique (CO_2). L'argon (Arg) est autorisé en inertage statique uniquement, le barbotage à l'argon est interdit (RUE 889/2008 et RUE d'exécution 2021/1165).
En bio les outils traditionnels d'inertage (diffuseur, injecteur, carboglace ou neige carbonique pour le CO_2) sont autorisés. Par contre, l'usage du contacteur membranaire pour la gestion globale des gaz dissous est interdit.

Du côté des auxiliaires de vinification, les tanins et les LSI peuvent être des outils complémentaires pour leur action antioxydante pendant l'élevage et la conservation des vins en vrac. Les études se poursuivent pour évaluer le potentiel antioxydant de levures de bioprotection non *Saccharomyces* en pré-fermentaire.

INFO
RÉGLEMENTATION BIO

Attention, les spécialités commerciales "LSI à teneur garantie en glutathion" identifiées ainsi pour leur capacité antioxydante plus importante que les LSI "classiques" ne sont pas autorisées en bio. Les LSI "classiques" sont aussi autorisées en élevage.

3. Les stratégies pour préserver la qualité organoleptique

L'étude a porté sur les schémas de protection vis-à-vis de l'oxygène de trois cuvées bio sans sulfies ajoutés (SSA) représentatives de produits régionaux. Ceci nous a permis d'identifier les stratégies appropriées pour garantir la qualité de chaque type de vin conditionné (figure 6).

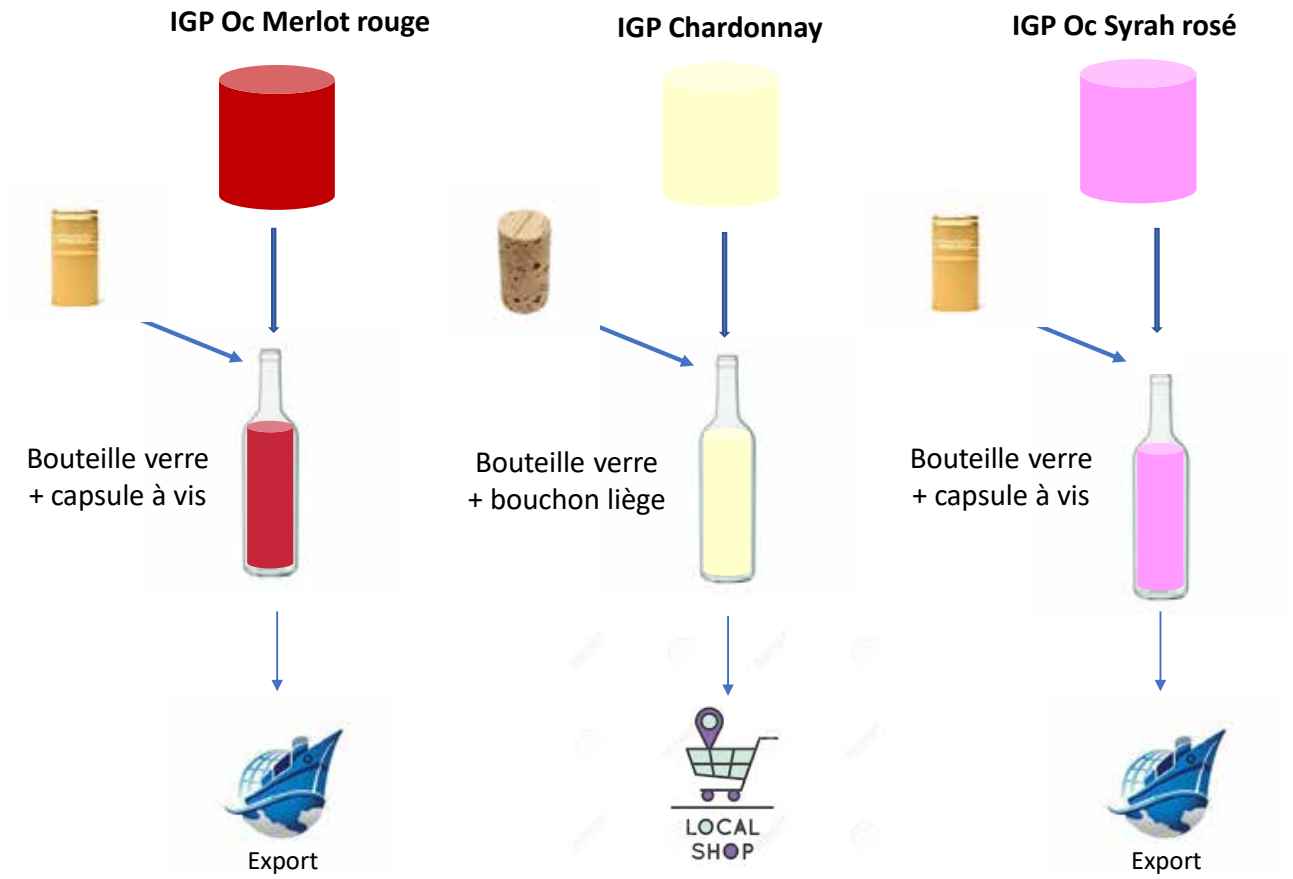


FIGURE 6
Caractérisation des cuvées choisies pour l'étude des stratégies de préservation de la qualité des vins bio sans sulfites ajoutés (SSA).

Sur les vins rouge (Merlot) et blanc (Chardonnay), l'oxygénation ménagée des moûts en préfermentaire notamment pendant le pressurage est privilégiée. Les composés phénoliques oxydés engendrent le brunissement des moûts. Ils sont facilement éliminés au débourbage. Cette oxygénation maîtrisée confère au moût puis au vin une meilleure stabilité à l'oxydation dans la suite du process .
Cette oxygénation ménagée n'est par contre pas souhaitable sur des vins blancs vinifiés avec des cépages à arômes variétaux (type sauvignon) pour lesquels la préservation des précurseurs aromatiques du raisin est primordiale.
L'étude met en évidence la nécessité pour les vins rosés, d'une stratégie de protection maximale décrite en figure 7. L'oxygénation ménagée sur moût est proscrite et la désoxygénation à la mise est indispensable.

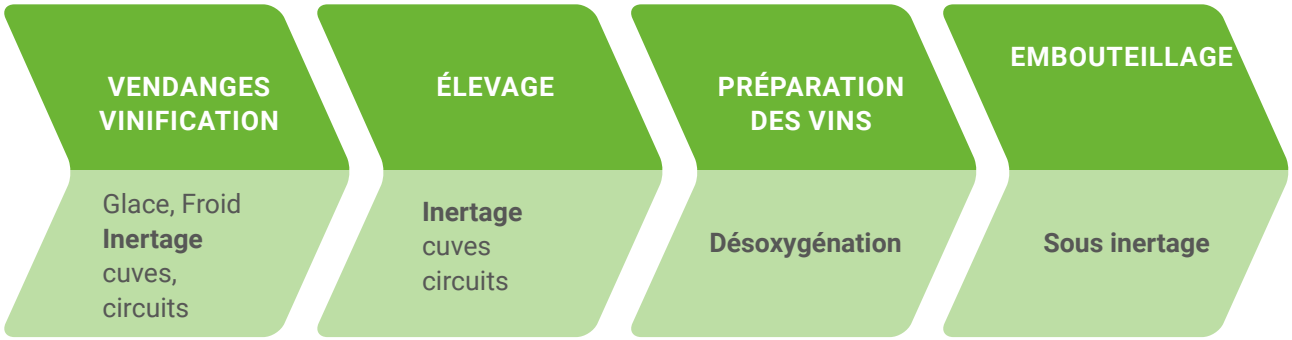


FIGURE 7
Stratégie de protection vis-à-vis de l'O_2 pour l'élaboration d'un rosé bio SSA. ***(Etude Sudvinbio, 2020)***

Dans le cadre de l'étude et quelle que soit la couleur, les intrants œnologiques à potentiel antioxydant sont peu utilisés et l'outil privilégié pour le maintien de la qualité des vins conditionnés reste l'inertage. On peut définir des stratégies en fonction de la sensibilité des vins et du profil de dégustation souhaité (figure 8).

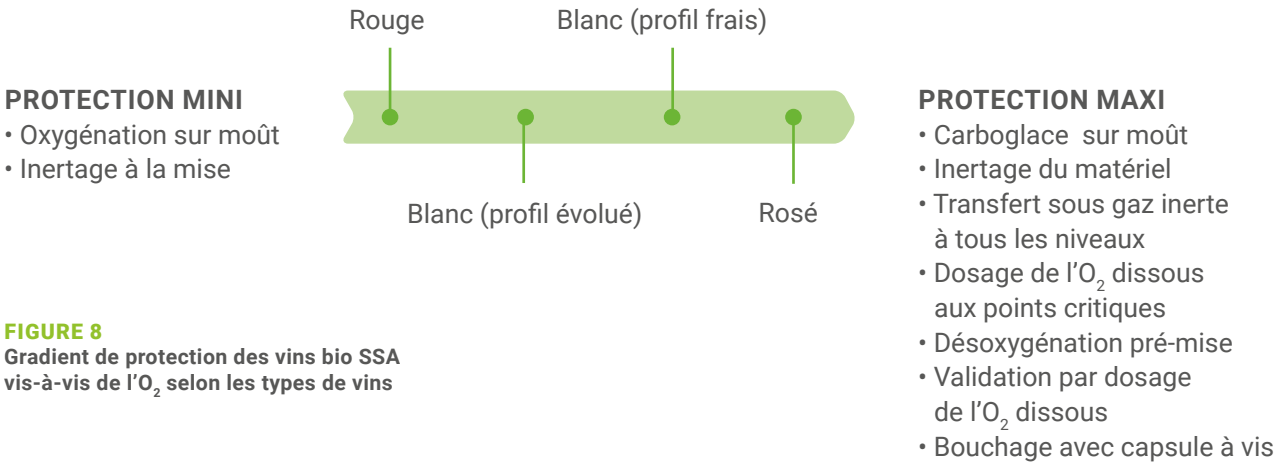


FIGURE 8
Gradient de protection des vins bio SSA vis-à-vis de l'O_2 selon les types de vins

Le diagnostic Oxygène dissous : indispensable en vinification sans sulfites ajoutés :
Afin de minimiser les apports d'oxygène, le vinificateur devra réaliser un diagnostic complet du process d'élaboration des vins SSA pour identifier les étapes et pratiques critiques vis-à-vis de la prise d'oxygène et définir un plan d'amélioration de ses pratiques.
Des mesures d'oxygène dissous peuvent être envisagées à chaque étape de vinification ou opération oenologique, avec un oxymètre et une sonde plongée dans le moût/vin, pour des opérations de transfert sur des mireurs et pour le suivi des vins en bouteille sur les bouteilles de contrôle (en verre blanc!) en positionnant préalablement une pastille PreSens® au niveau du liquide.
L'étape du conditionnement est cruciale et justifie des mesures de la teneur en oxygène dissous dans la cuve prémise, au pompage vers la chaine de mise, lors des arrêts de chaine, dans l'espace de tête, dans le vin conditionné, en début et en fin de tirage.
Ainsi, il est recommandé de réaliser un audit/an pour diagnostiquer les risques de dérives au niveau de la chaine (notamment sur chaque tête de remplissage et de bouchage).
Des conseillers en région Occitanie, spécialistes du conditionnement et de la gestion de l'oxygène dissous peuvent établir avec vous ces diagnostics et vous conseiller sur la gestion de l'oxygène.

PRÉSERVER LA QUALITÉ :
UN ENJEU MAJEUR

Malgré une stratégie « protection maximale » sur rosé, de nouveaux défauts apparaissent avec la suppression complète des sulfites en vinification, notamment l'oxydation de la couleur (notes orangées) et les dérives organoleptiques (goûts de souris). La recherche se poursuit donc pour sécuriser la qualité des vins bio SSA conditionnés.

03. Innovation dans le bouchage

1. L'oxygène dissous dans les vins conditionnés

Il y a 3 sources importantes d'entrée d'oxygène dans la bouteille (cf figure 9)

1. L'oxygène dissous (OD) : présent dans le vin au moment de la mise en bouteille et provenant de la préparation du vin. À 20°C et à pression atmosphérique, le vin peut contenir jusqu'à 8,4 mg/L d'O_2 dissous.

2. L'oxygène de l'espace de tête (HS) : représente 65% de l'oxygène de la bouteille soit 0,2 à 2 mg/L.

3. L'oxygène venant du bouchon :
• par désorption : c'est l'oxygène présent au sein même de la structure du bouchon et qui peut être libéré de façon plus ou moins importante dans l'espace de tête suite à sa compression lors de son positionnement (rapidement après mise).
• et l'OTR (Oxygen Transfert Rate ou taux de transfert d'oxygène) qui correspond à la perméabilité du bouchon à l'oxygène et qui joue un rôle déterminant dans le passage de l'O_2 de l'extérieur vers l'intérieur de la bouteille.

L'apport total d'oxygène lors de la mise ou TPO (Total Package Oxygen) correspond à la concentration totale d'oxygène en bouteille. C'est la somme de la teneur en oxygène dissous dans le vin et de la teneur en oxygène gazeux présent dans l'espace de tête.

On estime que lors de la mise, le TPO ne doit pas être supérieur à plus de 1 mg/L pour des vins SSA.
La mise en bouteille est une étape au cours de laquelle la prise d'oxygène peut être importante et préjudiciable pour le vin. Traditionnellement, le sulfitage à la mise permet de protéger le vin de l'oxygène introduit dans la bouteille pendant l'étape de mise. Pour les vins bio SSA, cette étape doit être maîtrisée pour minimiser la prise d'oxygène et limiter sa dissolution dans le vin.
L'obturateur doit donc être soigneusement sélectionné selon son OTR et en fonction du degré d'oxygénation souhaité lors de sa conservation en bouteille.

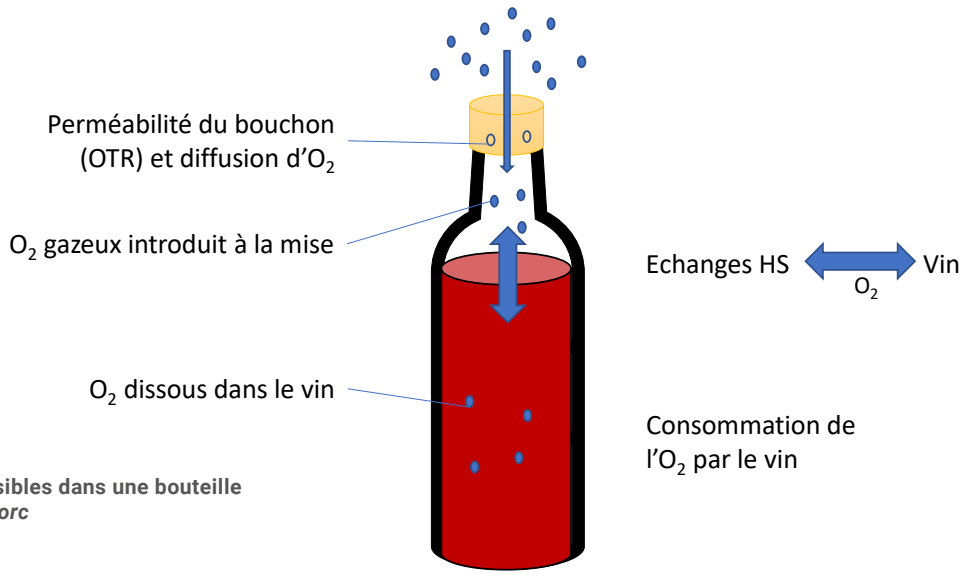


FIGURE 9
Les différentes entrées d'O_2 possibles dans une bouteille (notion de TPO). ***Source : Nomacorc***

2. Le bouchage actif : une innovation

Qu'est-ce qu'un emballage actif ?

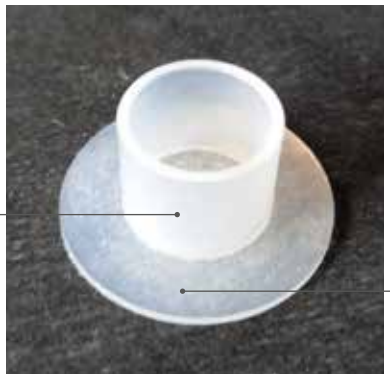
Les matériaux et objets actifs et intelligents entrent dans le champ d'application du règlement (CE) 1935/2004 concernant les matériaux et objets destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires.
De plus, le règlement (CE) 450/2009 applicable aux matériaux et objets actifs intelligents destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires donne les définitions suivantes sur les constituants de l'emballage :
« Matériaux actifs » : matériaux destinés à prolonger la durée de conservation ou à maintenir ou améliorer l'état de denrées alimentaires emballées ; ils sont conçus de façon à comprendre délibérément des constituants qui libèrent ou absorbent des substances dans les denrées alimentaires emballées ou dans l'environnement des denrées alimentaires.
«Constituant» : substance particulière ou une combinaison de différentes substances à l'origine de la fonction active et/ou intelligente d'un matériau ou d'un objet, y compris les produits d'une réaction in situ de ces substances; les parties passives, comme le matériau auquel les substances sont ajoutées ou dans lequel elles sont incorporées, ne sont pas des constituants.
Un emballage actif va ainsi interagir avec son contenu afin d'améliorer sa conservation. Pour le vin et dans le cas présent concerné, l'objectif de l'emballage actif est d'absorber l'oxygène diffus dans l'emballage et celui dissous dans le vin afin de garantir une protection antioxydante du vin conditionné.

Le descriptif du prototype de bouchage actif Biocork®/LSI

L'activité de la société Bio-Cork porte sur la mise au point et le développement de solutions d'emballages actifs pour le conditionnement technologique des produits alimentaires.
Le procédé de fermetures actives développé dans le cadre du projet collaboratif européen Inter-Bio-Cork (R2) consiste à activer les fermetures usuelles (capsules, robinets), en incorporant un mini réservoir de format adapté, chargé en additif et/ou auxiliaire technologique spécifique agréé comme le gel de SO_2 ou une LSI (levure sèche inactivée) et fermé par une membrane synthétique à diffusion sélective dans l'espace de tête de ces fermetures couramment utilisées pour le vin conditionné en bouteille ou en BIB®.
Cette solution a été récemment optimisée pour ne proposer qu'une cupule de levures sèches inactivées (LSI) encapsulées dans le cadre de l'élaboration de vins SSA.
L'objectif est l'absorption par les LSI de l'oxygène diffus dans la bouteille ou dans le BIB® et l'oxygène dissous dans le vin afin de garantir une protection antioxydante du vin conditionné.

La cupule Biocork® pour bouteille est formatée pour une insertion dans les capsules à vis avant l'embouteillage. Elle comporte deux parties synthétiques complémentaires (figure 10a):

Une partie formée d'une cupule - réservoir qui reçoit une dose déterminée de LSI- antioxydantes et fermée ensuite par scellage d'une membrane synthétique perméable à l'oxygène.



Une partie formée d'une couronne annulaire qui vient s'insérer sur le fond intérieur de la capsule à vis.

FIGURE 10A
Cupule-réservoir vide

FIGURE 10B
Cupule active Biocork® chargée en LSI

FIGURE 10C
Capsule à vis équipées d'une cupule active Biocork®/LSI

FIGURE 10D
Cupule active Biocork®/LSI pour robinet de BIB

Les matériaux constitutifs de la cupule active Biocork®/LSI sont conformes aux normes de qualité et de sécurité requises pour le contact alimentaire*. Les capsules actives Biocork®/LSI sont fabriquées selon les dispositions réglementaires en vigueur et sont utilisées suivant les bonnes pratiques œnologiques.

** Les matériaux constitutifs de la cupule sont conformes aux réglements (CE) 94/62 (2005/20/EC et 2004/12/EC) et (UE) 10/2011. Les membranes d'obturation sont conformes aux réglements (CE) 1935/2004 et (CE) 450/2009.*

Deux types distincts de capsules actives Biocork® brevetées (R1) sont proposés pour les bouchages spécifiques de bouteilles (Figure 10c) et de BiB® (Figure 10d).

INFO
RÉGLEMENTATION BIO

Les cupules Biocork®/LSI sont chargées avec la spécialité commerciale LSI Pure-Lees Longevity™ de Lallemand S.A sélectionnée pour sa capacité antioxydante.
Ces LSI n'appartiennent pas à la catégorie « levures inactivées ayant des teneurs garanties en glutathion ». Elles sont donc autorisées en bio comme activateur de fermentation alcoolique (et à partir du 1er Janvier 2022 comme activateur de fermentation malo-lactique) ainsi que pendant l'élevage (sans condition spécifique d'usage).
D'autre part, la règlementation bio européenne (RUE 848/2018) n'encadre pas la nature des emballages des produits bio. Il n'existe donc pas de restriction spécifique dans le cadre du règlement bio européen sur les emballages utilisés pour le conditionnement des vins bio.

LE POINT SUR LA RECHERCHE

La capacité antioxydante des levures seches inactivées (LSI)

De nombreux travaux montrent que la présence de lies peut conférer au vin une plus grande capacité de garde. Cependant, la plupart des études sur l'élevage sur lies n'ont porté que sur les composés libérés dans le vin par l'autolyse des levures. Depuis 1999, des travaux expérimentaux menés par l'INRAe ont porté spécifiquement sur la relation potentielle entre les lies et l'oxygène pendant l'élevage du vin. C'est dans ce contexte que la consommation d'oxygène dissous par les levures mortes a été mise en évidence (R5).

L'oxydation des lipides membranaires des levures persiste après la mort cellulaire

Les similitudes entre les intensités relatives de consommation d'oxygène et de peroxydation des lipides observés avec les lies indiquaient que ces deux processus étaient intimement associés à une détérioration de l'intégrité de la membrane cellulaire des levures (R12 & R13).

Le seul paramètre affecté par l'oxygène reste la concentration en ergostérol qui diminue au cours du vieillissement en présence d'oxygène de 34 à 74%, selon les expériences (R6).

L'ergostérol contenu dans les membranes d'une levure morte est le principal substrat de l'oxydation des lipides observée lors de la consommation d'oxygène par les lies de levure. Des études ultérieures ont montré que cette oxydation lipidique pouvait être attribuée au fonctionnement découplé de l'activité microsomale NAD(P) H-cytochrome P450 réductase, activité enzymatique qui persiste bien après la mort cellulaire (R12).

Sélection de LSI à partir de lies à activité antioxydante et préservation de la qualité aromatique

Sur le plan pratique, les lies de levure pendant l'élevage du vin exercent donc un effet réducteur, en absorbant l'oxygène dissous et en réduisant la quantité restante dans le vin. Cependant, il est connu que laisser le vin en contact avec ses lies de fermentation trop longtemps peut entraîner le développement de caractéristiques aromatiques désagréables voire nauséabondes, identifiées comme trop réduites. Par ailleurs, il a été démontré que des cellules de levure dans un état physiologique non viable pouvaient présenter une capacité à consommer l'oxygène par l'oxydation de leurs lipides cellulaires. Ce potentiel de consommation d'oxygène par des cellules de levure non viables pouvait donc être appliqué à la protection des vins contre l'oxydation pendant le stockage et/ou le vieillissement (R13 & R14).

La sélection ultérieure de levures présentant une forte capacité à consommer de l'oxygène a ensuite permis l'obtention de corps de levures inactivées qui ont été appliqués à des doses œnologiques (environ 20 g hL^{-1}) sur des vins blancs stockés dans différentes conditions (avec et sans protection par sulfites) dans différentes formes de contenants pendant 6 à 12 mois.

La protection contre l'oxydation a été vérifiée par des mesures physico-chimiques de la couleur du vin et par l'analyse sensorielle des vins finaux par un panel d'experts. Toutes les données obtenues ont suggéré qu'une levure spécifique inactivée (LSI) pouvait représenter une solution innovante pour la protection des vins contre l'oxydation pendant le stockage et le vieillissement, et un bon moyen pour diminuer l'ajout de sulfites antioxydants dans les vins stockés (R15 & R16).

3. Les résultats d'expérimentation sur vin rosé

Le projet Biocork®/LSI (cf encadré) visait à évaluer l'efficacité antioxydante de levures sèches inactivées (LSI) encapsulées sur des vins bio SSA type IGP Oc rouge, blanc ou rosé, conservés au moins un an et d'adapter cette technologie aux conditions réelles de mise en bouteille.

L'ensemble des résultats des expérimentations sont présentés dans l'article : *V. Pladeau, M. Bonneau, JM Salmon, B. Galis. Juillet 2021. Etude de l'activité antioxydante d'un bouchage actif sur la conservation de vin bio conditionné sans sulfites ajoutés. Revue des œnologues N°180 pages 54-57.*

Seuls les résultats obtenus sur vin bio rosé SSA sont présentés ici.
La figure 11 détaille les modalités testées sur un vin de Syrah rosé bio SSA.

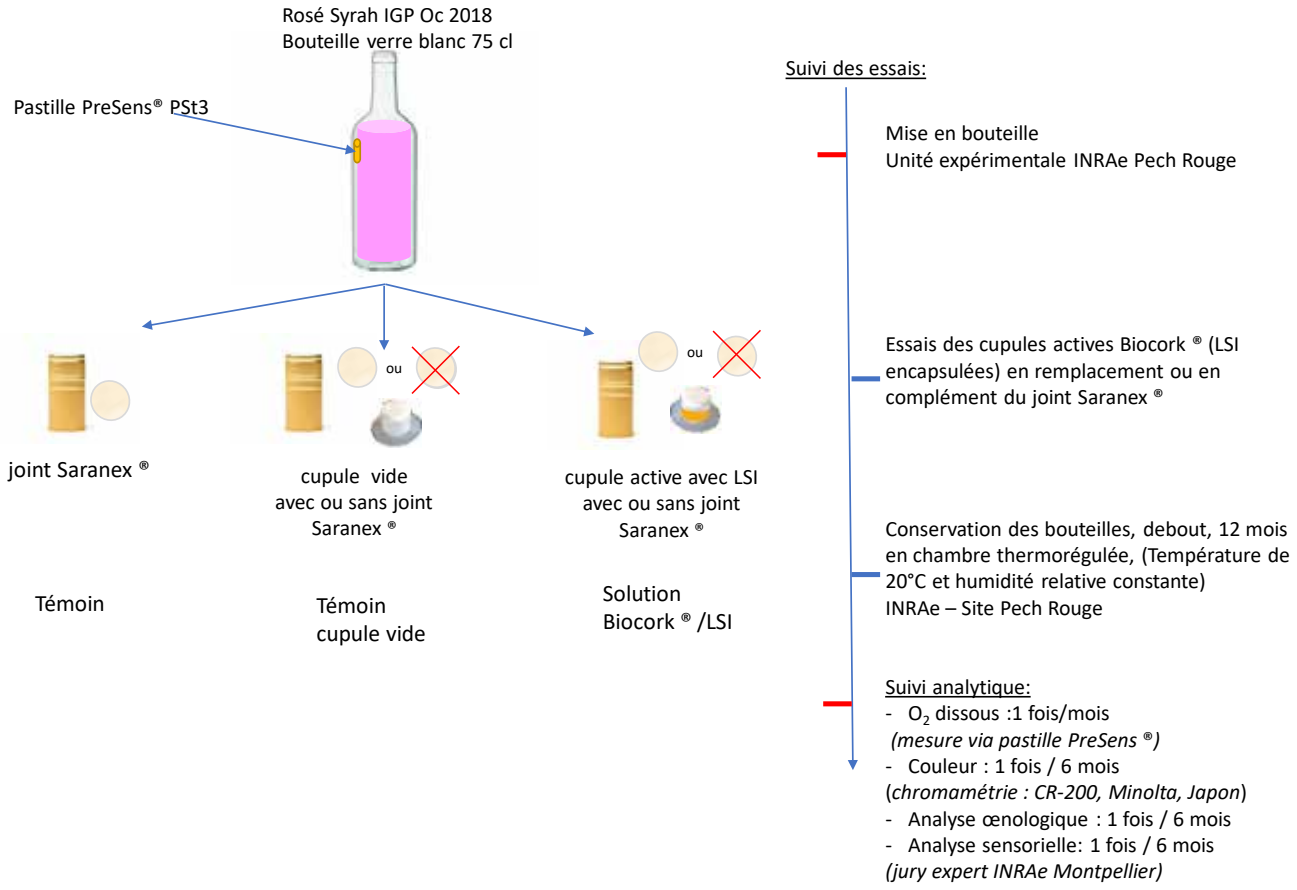


FIGURE 11
Modalité de bouchage actif (LSI encapsulée) Biocork®/LSI comparé au témoin et à une modalité cupule vide sans LSI. Essais INRAe 2019.

Evaluation de la perméabilité à l'oxygène (OTR : Oxygen Transfer Rate) des différents bouchages

La quantité d'oxygène dissous, mesuré par pastilles PreSens® PSt3 dans notre étude, résulte de la différence entre la quantité d'oxygène pénétrant dans la bouteille et les quantités d'oxygène consommées par le vin et/ou piégées par les LSI encapsulées (figure 12).

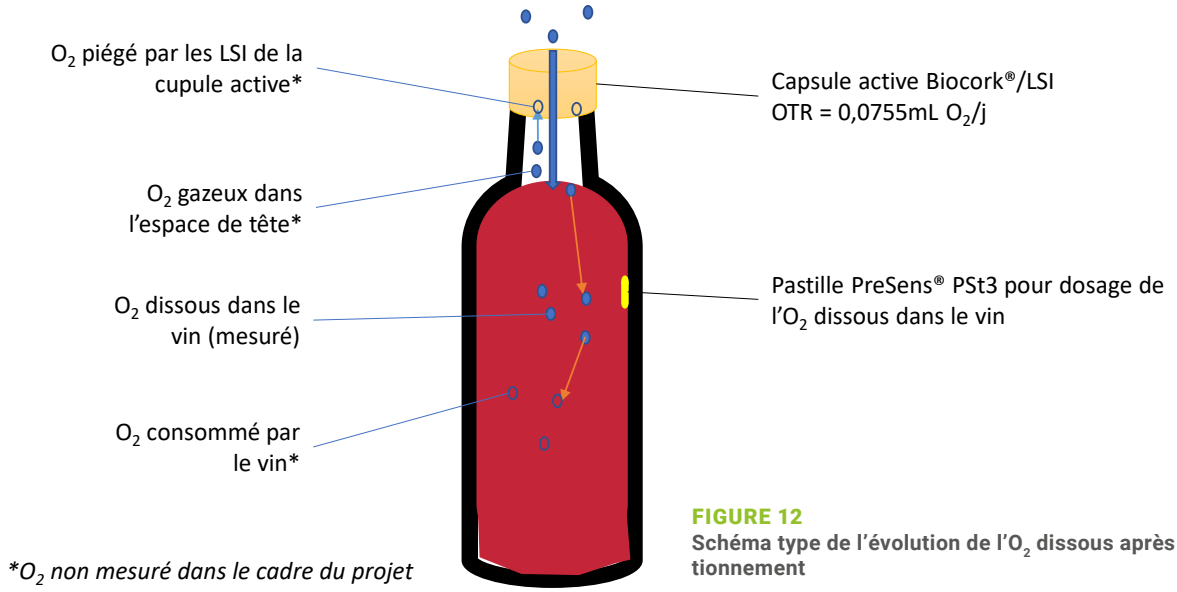
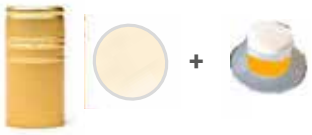


FIGURE 12
Schéma type de l'évolution de l'O_2 dissous après conditionnement

Les trois lots des capsules utilisées dans l'étude ont été testés par la société Vinventions (Rodilhan, France) vis-à-vis de leur perméabilité à l'oxygène (OTR) (protocole établi par Dieval et al.(R3) (moyenne de 3 mesures)). L'OTR est exprimé en mL O_2 par jour à 100% O_2 :

	Joint seul	**Cupule vide**	 **Joint + cupule active (LSI encapsulées)**
OTR :	0.0046	0.0795	0.0755
Variation sur 3 mesures :	17%	30%	28%

Les capsules à vis équipées des cupules actives Biocork®/LSI (LSI encapsulées), seules ou associées au joint, montrent comparativement des perméabilités élevées à l'oxygène, environ 15 fois supérieures à celle observée pour le joint utilisé seul. Cette donnée sera donc prise en compte dans l'analyse ultérieure des résultats expérimentaux.

Les paramètres œnologiques

Les résultats des analyses œnologiques classiques (acidité volatile, pH, acidité totale et titre alcoométrique) ne révèlent aucune différence perceptible dans les diverses modalités de conservation des vins testées pendant un an.

L'évolution de l'oxygène dissous

Les résultats obtenus pour chacune des modalités testées, figure 13, montrent une forte diminution de la teneur en oxygène dissous dans le vin pendant les premiers mois de stockage. Ce comportement, caractéristique de l'évolution de l'oxygène dissous après conditionnement en bouteille (R17) est dû à la consommation de l'oxygène dissous à la mise et de l'oxygène présent dans l'espace de tête.

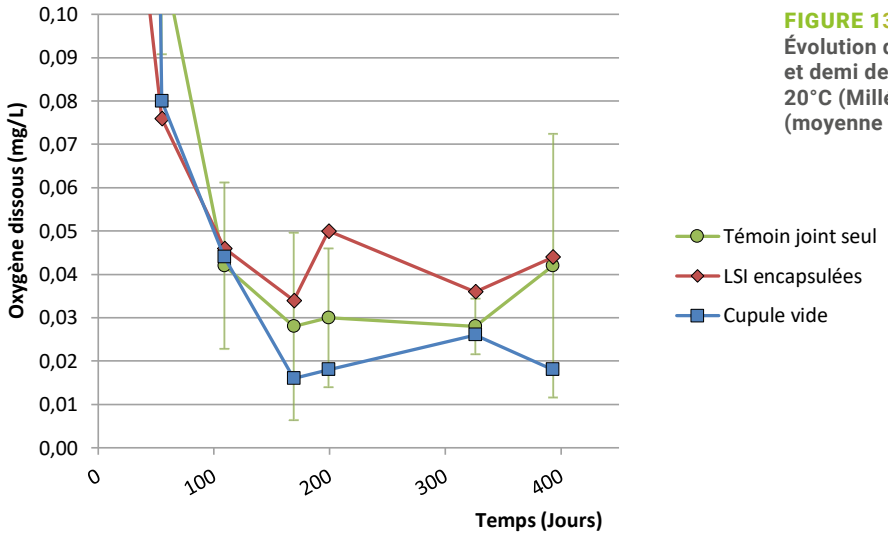


FIGURE 13
Évolution de la teneur en O_2 dissous durant un an et demi de conservation d'un rosé Syrah bio SSA à 20°C (Millésime 2018). Essais INRAe Pech rouge (moyenne et écart type de 4 ou 5 bouteilles)

La situation se stabilise vers le 6ème mois de stockage (180 jours). Des variations sont observées à partir de 300 jours. Toutefois, les différences ne sont pas significatives et restent comprises dans la fourchette d'incertitude de la mesure d'oxygène dissous des bouteilles instrumentées (avec pastilles PreSens® PSt3). Ce résultat soulève l'hypothèse que l'oxygène qui pénètre dans la bouteille est rapidement consommé par le vin et/ou les LSI. Les quantités d'oxygène qui pénètrent dans les modalités cupule vide ou LSI encapsulées devraient être plus importantes du fait d'un OTR supérieur par rapport à la modalité témoin (joint seul).

Le suivi de la couleur avec les LSI encapsulées.

Les différences d'évolution de la couleur des vins ont été observées par suivi chromamétrique.

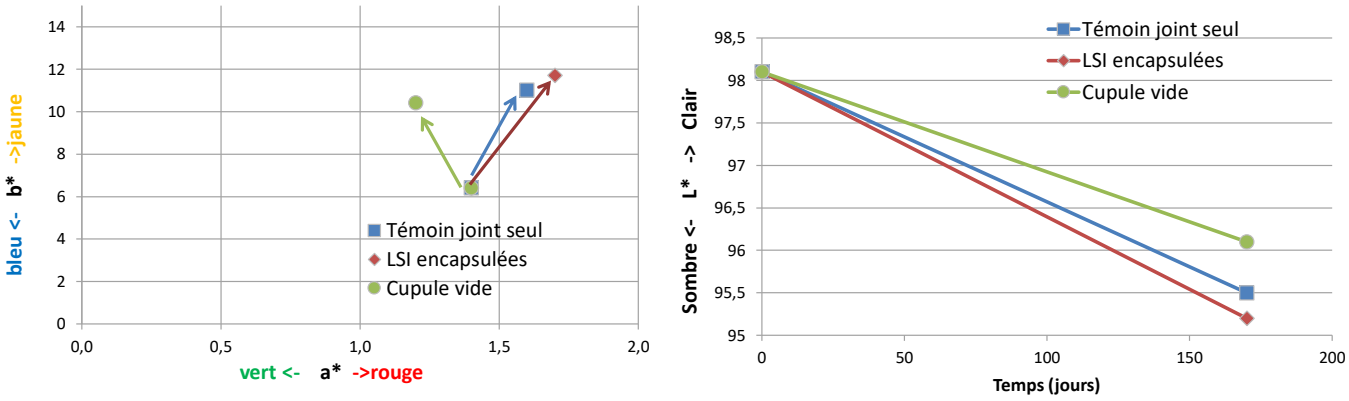


FIGURE 14
Évolution des paramètres chromatiques durant 6 mois d'un rosé Syrah bio SSA (Millésime 2018) conservé a 20°C, mis en bouteille en juin 2019. Essais INRAe Pech rouge 2019. L* = luminance (paramètre d'intensité) : varie de 0 (noir) à 100 (blanc). Paramètres de chrominance qui décrivent la couleur «a» = du rouge (valeur positive) au vert (valeur négative) et «b» = du jaune (valeur positive) au bleu (valeur négative).

Les évolutions de couleurs à 6 mois montrent des tendances divergentes (les modalités témoin joint seul et LSI encapsulées tendent vers plus de rouge que la modalité cupule vide), mais qui restent non significatives (significatif > 1 point de variation sur a et b et >5 points sur L) (figure 14). Visuellement, aucune différence de couleur n'est perceptible entre les vins.

Un profil aromatique plus frais

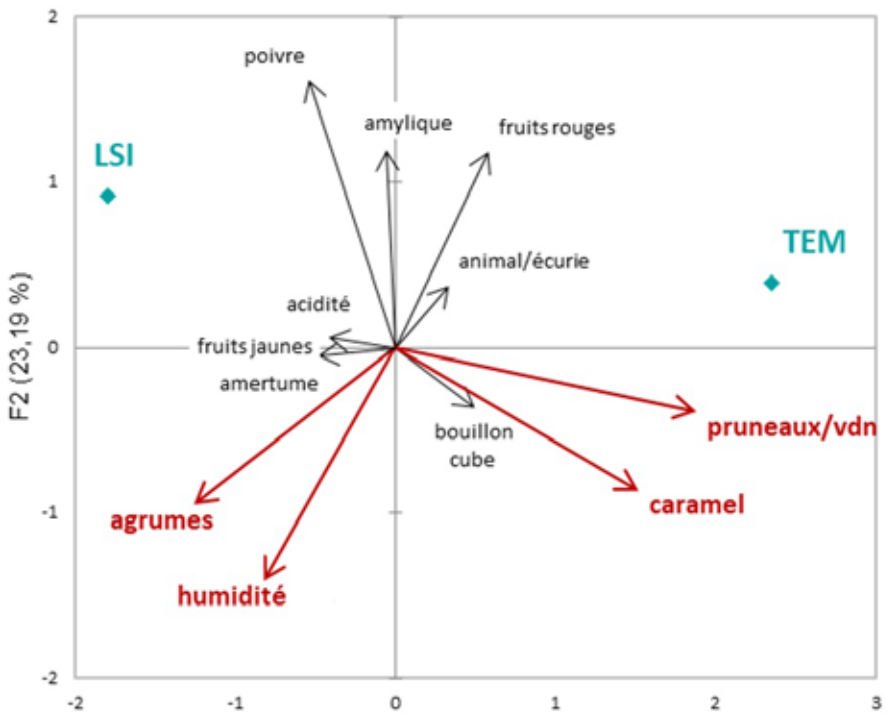


FIGURE 15
Analyse sensorielle (olfactive et gustative) du rosé de Syrah bio SSA (Millésime 2018) conservé une année à 20°C (modalités joint seul et LSI encapsulées). Essai INRAe 2019.

L'évaluation sensorielle à 12 mois du rosé de Syrah bio SSA équipé d'un obturateur, soit avec joint seul, soit avec LSI encapsulées, montre des différences significatives pour seulement 4 descripteurs olfactifs (figure 15). La modalité témoin (joint seul) présente des odeurs plus caramel et pruneau/vin doux naturel et moins agrume et humidité que la modalité LSI encapsulées. Cette dernière se différencie fortement par des notes plus agrumes. Par contre, les vins testés ne se différencient pas visuellement de manière significative.

RÉSULTATS D'ESSAIS
Synthèse sur vin bio rosé

Les résultats obtenus suite à cette expérimentation sur rosé démontrent que la capsule à vis active avec LSI et la capsule à vis usuelle avec joint seul permettent de maîtriser, de façon équivalente, les taux d'oxygène dissous du vin pendant sa conservation sur au moins une année. Bien que l'OTR de la capsule à vis active avec LSI soit supérieur à celui de la capsule à vis classique, la conservation de la couleur est comparable au bout d'un an de stockage avec les deux systèmes de bouchage. La capsule à vis active avec LSI exerce en outre un impact positif sur la préservation des arômes initiaux du vin rosé.

04. Conclusion

De nouvelles perspectives de conservation

L'enquête réalisée auprès des experts du conditionnement confirme que le développement du marché des vins bio SSA pour différentes gammes de produits (IGP ou AOP) en conditionnement bouteille mais également BIB® passe par la maîtrise totale des outils de gestion de l'oxygène dans l'élaboration des vins. Les résultats complets de l'étude expérimentale, réalisée également sur blanc et rouge et visant à évaluer l'effet d'une solution de bouchage actif Biocork®/LSI sur la préservation des vins bio SSA conditionnés, montrent que l'efficacité antioxydante des divers obturateurs testés (témoin et bouchage actif) sur la conservation de vins bio SSA semble différente suivant le type de vin considéré.

Les stratégies de protection maximale des vins bio SSA associant une solution de bouchage actif sont à réserver pour certains types de vins (figure 16).

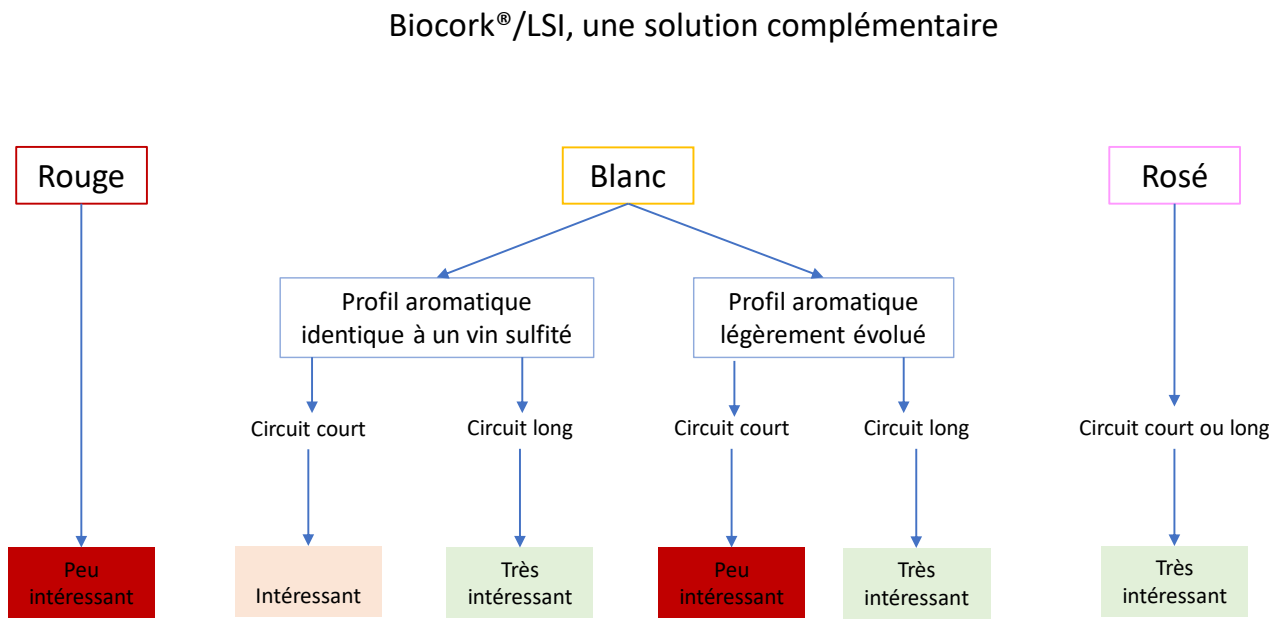


FIGURE 16
Intérêt du recours à la solution de bouchage actif Biocork®/LSI selon les circuits de vente des vins bio SSA.

L'étude d'une capsule dotée d'une étanchéité à l'oxygène se poursuit afin d'optimiser les performances cumulées, antioxydantes et pro-aromatiques, des capsules actives LSI appliquées au bouchage des vins blancs aromatiques frais et surtout des vins rosés.

05. Références bibliographiques & glossaire

RÉFÉRENCES

1. Bonneau M., Calone-Bonneau M., 2014 : *« Device for the controlled transfer of volatile gases or gaseous molecules into a container intended to contain a liquid or semi-liquid food product ».*
Patent BIOCORK WO-2014 /102691 A1.

2. Chatelet B., Rösti J., Bonneau M., Scheele-Baldinger R., 17 Avril 2014. Un procédé innovant pour améliorer les conservation du vin en BIB®. Les clés pour optimiser la durée de vie d'un BIB.

3. Dieval J.B., Vidal S., Aagaard O., 2011: *« Measurement of the Oxygen Transmission Rate of co-extruded closures using a luminescence-based technique ».* Packaging Technology and Science, 24, 375-385.

4. Dieval J.B., Vidal S., 2020: *« Revue sur les technologies de bouchage et la gestion de l'oxygène ».*
www.infowine.com – REVUE INTERNET DE VITICULTURE ET OENOLOGIE, N. 2/2

5. Fornairon C., Mazauric J.P., Salmon J.M., Moutounet M., 1999 : *« Observations sur la consommation de l'oxygène pendant l'élevage des vins sur lies ».* Journal International des Sciences de la Vigne et du Vin, 33 (2), 79-86.

6. Fornairon-Bonnefond C., Aguerra E., Deytieux C., Sablayrolles J.M., Salmon J.M., 2003 : *« Impact of oxygen addition during enological fermentations on yeast lees reactivity towards oxygen during wine aging ».* Journal of Bioscience and Bioengineering, 95 (5), 496-503.

7. Galis B. 2020 : *« Etude de marché pour le développement d'une nouvelle technologie de bouchage actif – Conditionnement des vins bio sans sulfites ajoutés ».* Mémoire stage fin d'étude Licence Pro Alipack IUT Génie Biologique Montpellier. 40 pages.

8. Institut Technique d'Agriculture biologique, Vignerons Bio Nouvelle Aquitaine, 2020 : *« Enquête sur les pratiques œnologiques des vignerons bio en France - Millésime 2019 ».* Disponible en téléchargement sur :
www.vigneronsbionouvelleaquitaine.fr/nos-etudes-a-lechelle-nationale

9. Inter-Rhône, Décembre 2009. Charte sur les bonnes pratiques de conservation des vins de la Vallée du Rhône. 52 pages.
www.institut-rhodanien.com/vin/fr/autres-documents-charte-conservation

10. Pladeau V., Pic L., Cottereau P., Août 2013. Réussir les points de la vinification bio. Dernières avancées techniques. Dossier technique 24 pages

11. Pladeau V., Bonneau M., Salmon JM., Galis B. 2021 : *«Etude de l'activité antioxydante d'un bouchage actif sur la conservation de vin bio conditionné sans sulfites ajoutés ».* Revue des œnologues N°180, 54-57.

12. Rosenfeld E., Beauvoit B., Rigoulet M., Salmon J.M., 2002 : *« non-respiratory oxygen consumption pathways*

in anaerobically-grown Saccharomyces cerevisiae: evidence and partial characterization». Yeast, 19, 1299-1322.

13. Salmon J.M., Fornairon C., Barre P., 1998 : *« Determination of the oxygen utilization pathways in an industrial strain of Saccharomyces cerevisiae during enological fermentation».* Journal of Fermentation and Bioengineering, 86 (2), 154-163.

14. Salmon J.M., Moutounet M., Boulet J.C. 2008 : *« Composition for stabilizing a dietary aqueous liquid sensitive to oxidation ».* Patent INRA FR-08-50421.

15. Sieczkowski N., Ortiz-Julien A., Garcia E., Samson A., Caille S., Salmon J-M. 2016 : *« Une nouvelle levure inactivée spécifique comme solution naturelle pour la maîtrise de l'oxygène et la conservation de la qualité des vins en élevage. Partie 1/2 : Mise au point et preuve de concept ».* Revue des Œnologues, 159, Avril 2016, 25-29.

16. Sieczkowski N., Ortiz-Julien A., Garcia E., Samson A., Caille S., Salmon J-M. 2016 : *« Une nouvelle levure inactivée spécifique comme solution naturelle pour la maîtrise de l'oxygène et la conservation de la qualité des vins en élevage. Partie 2/2 : Validation en situations pratiques de cave ».* Revue des Œnologues, 160, Juillet 2016, 25-28.

17. Toussaint M., Vidal J.C., Salmon J.M. 2014 : *« Comparative evolution of oxygen, carbon dioxide, nitrogen, and sulfites during storage of a rosé wine bottled in PET and glass ».* Journal of Agricultural and Food Chemistry, 62, 2946–2955.

GLOSSAIRE

BIB : Bag in box
DLUO : Date limite d'utilisation optimale
EFSA : Autorité Européenne de sécurité des aliments
HS : Espace de tête (Head space)
LSI : Levures sèches inactivées
O_2 : Oxygène
OD : Oxygène dissous
OTR : Taux de transfert d'oxygène (Oxygen rate transfer)
RCE : Règlement de la Communauté européenne
RUE : Règlement de l'Union européenne
SO_2T : SO_2 Total
SSA : Sans sulfites ajoutés
TPO : Oxygène total (introduit dans la bouteille) à la mise (Total Package oxygen)

Valérie PLADEAU
SUDVINBIO
valerie.pladeau@sudvinbio.com
www.sudvinbio-conseil.com

Jean Michel SALMON
INRAe

Marc BONNEAU
BIO-CORK Sarl
marcbonneau2@wanadoo.fr

Design Graphique : gamberge.fr

Ce document présente les résultats obtenus dans le cadre d'un projet financé par