



JOURNÉES TECHNIQUES Vigne & Vin BIO

21 & 22 Fév. 2019

Lycée viticole
Libourne Montagne

Un événement 100% BIO !



ORGANISÉ PAR



• FRAB NOUVELLE-AQUITAINE • • AGRIBIO PÉRIGORD •

AVEC LE SOUTIEN FINANCIER DE



2
JOURNÉES
TECHNIQUES
Vigne & Vin
BIO

21 & 22 Fév. 2019

Lycée viticole
Libourne Montagne

Oxygène et conditionnement

Fabrice Meunier
Amarante Process

ORGANISÉ PAR



Un événement 100% BIO !



AVEC LE SOUTIEN FINANCIER DE





Plan de la présentation

Dissolution des gaz

Quels apports à quel moment de la vinification

Micro-oxygénation / Solubilité, coefficient de transfert

Paramètres influençant la dissolution d'O₂

Appareils de mesure des gaz dissous

Inertage

Oxygène et conditionnement



Effets de l'oxygène sur le vin

Des effets **positifs**

- ✓ Multiplication et croissance des levures de vinification
- ✓ Stabilisation de la couleur
- ✓ Assouplissement des tanins
- ✓ Dégradation des caractères végétaux
- ✓ Action contre les caractères de réduction

Des effets **négatifs**

- ✓ Développement de microorganismes défavorables à l'évolution du vin
- ✓ Oxydation excessive :
dégradation de la couleur / défauts organoleptiques



Deux étapes successives à l'origine de l'oxydation des vins

1. Une étape de **transfert d'oxygène** de la phase gazeuse au travers de l'interface air/produit et sa dissolution dans le moût ou le vin
2. Une étape de **consommation** par les molécules présentes dans le produit

Etape très étudiée par les chimistes et largement documentée

Caractéristique de l'aptitude du produit, sous différentes configurations, à capter l'oxygène - peu étudiée en vinification et en élevage

Généralités sur l'oxygène et sa dissolution



Comprendre quels sont les mécanismes liés aux apports d'oxygène dans le vin ?

Oxygène et conditionnement



Gestion de l'oxygène à bon escient

Apports d'oxygène ?

Macro-oxygénation

Micro-oxygénation

**Oxygénation
contrôlée**

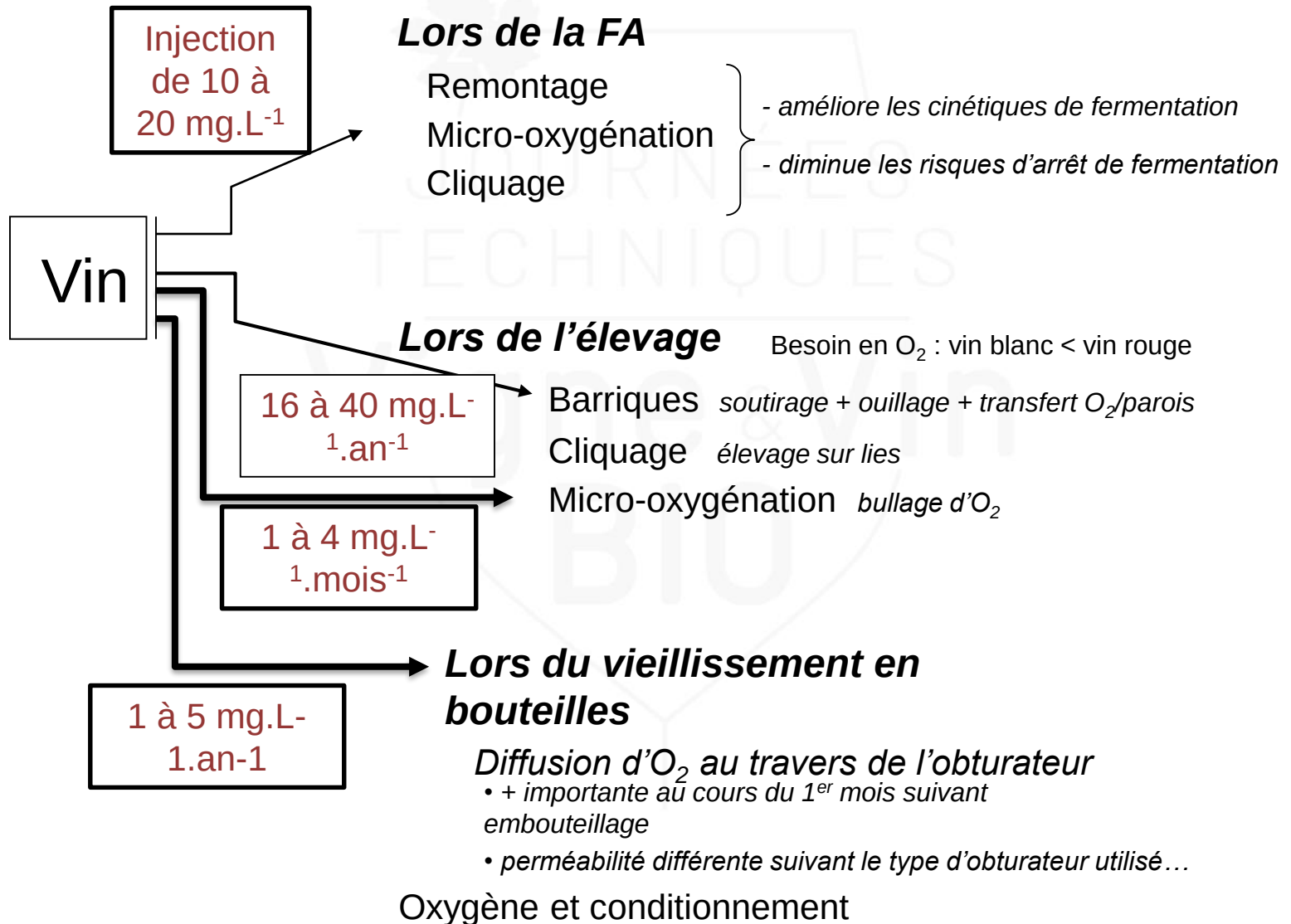
**Désoxygénation /
Carbonatation**

Ajuster les concentrations en gaz dissous

Oxygène et conditionnement



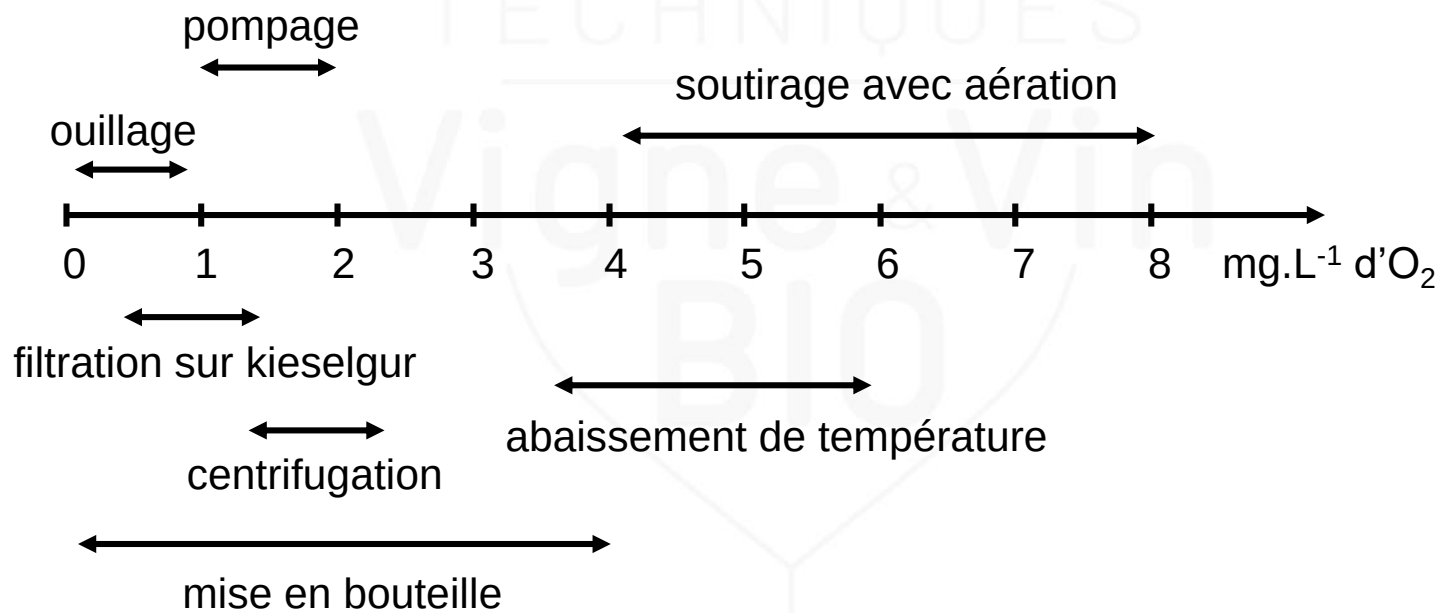
Quels apports d'oxygène dans le vin ?





Apports d'oxygène lors des pratiques œnologiques

L'apport d'O₂ se fait par contact du vin avec l'air



(Castellari et coll.,
2004)



Gaz dissous dans le moût et le vin

Les gaz en **contact** avec le moût ou le vin

✓ **Les principaux gaz contenus dans l'air**

Azote	N ₂	78%
Oxygène	O ₂	21%
Argon	Ar	0,93%
Dioxyde de carbone	CO ₂	0,03%

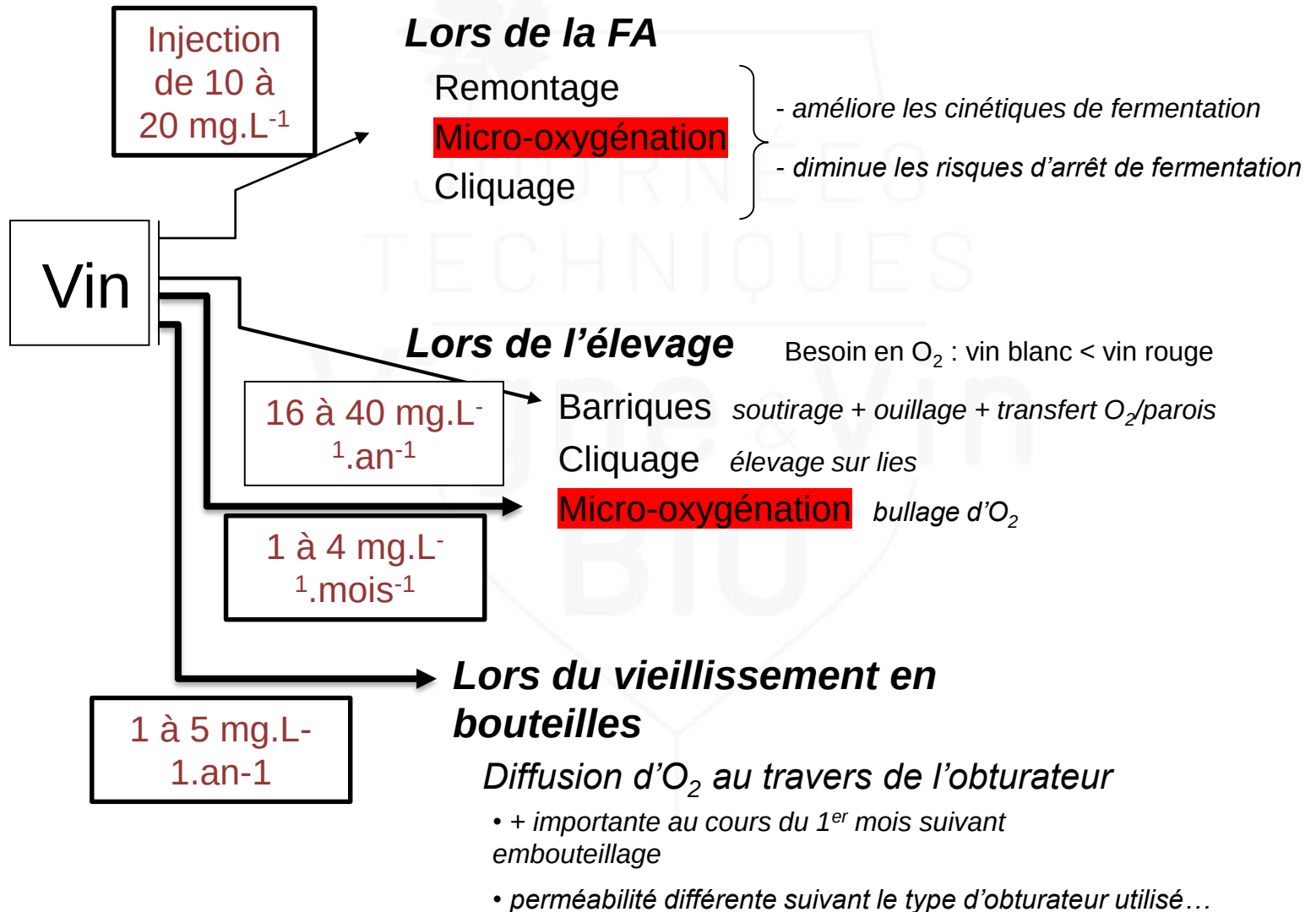
✓ **Les gaz d'inertage** : principalement N₂ et CO₂

Les gaz **générés** : CO₂ produit lors des fermentations

Oxygène et conditionnement



Quels apports d'oxygène dans le vin ?

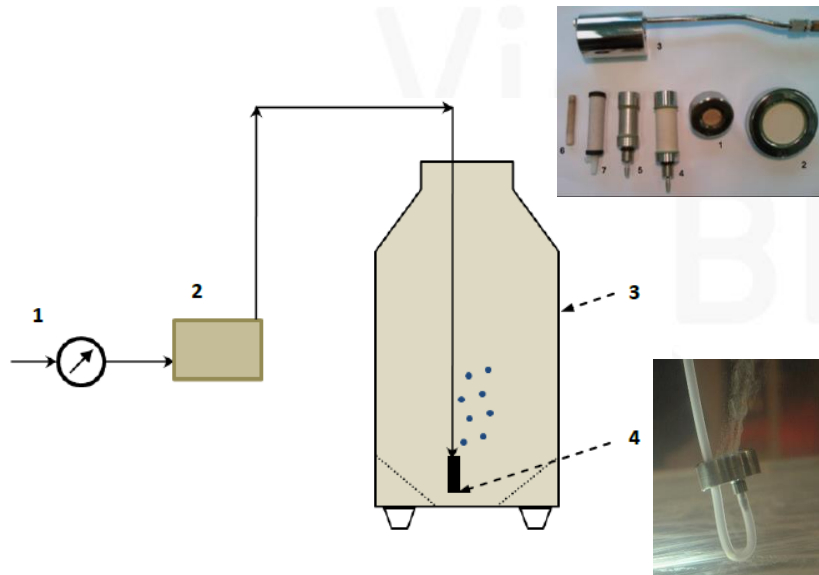




Apport d'oxygène par micro-oxygénation

Objectifs : introduction d'une quantité d'oxygène **inférieure** à celle consommée par le vin par un apport **défini, précis** d'oxygène pur

Apport d'oxygène sous forme de **fines bulles** produites par un poreux céramique ou métallique de petite dimension (quelques cm^2) et dont la taille des pores est d'environ 2 à 3 μm

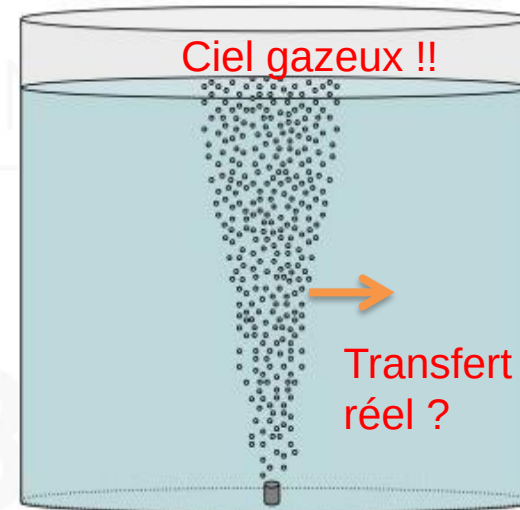
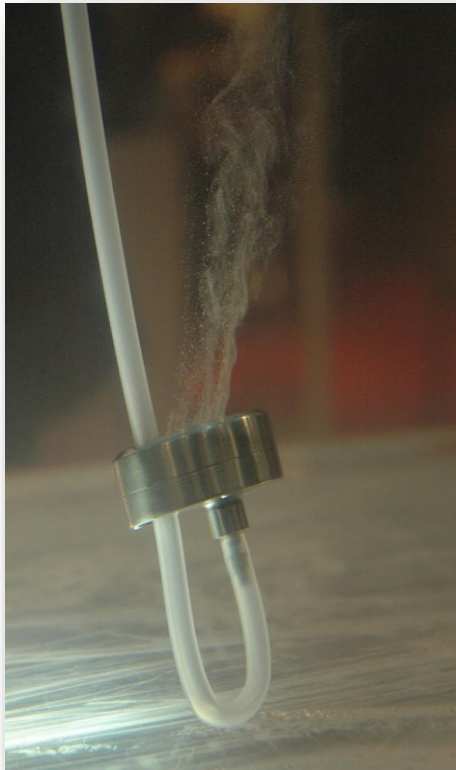


- 1. Alimentation en oxygène
- 2. Micro-oxygénateur (chambre de dosage)
- 3. Cuve de vin
- 4. Média poreux



La Micro-oxygenation

Problématique : Nous savons ce que nous envoyons mais pas ce qui est **réellement** transféré !!



Question : Quelle quantité est transférée au vin ?
-> Notions de **solubilité**, de **capacité de transfert** et de **dissolution d'O₂**

Oxygène et conditionnement



Paramètres influençant la solubilité

La solubilité en oxygène $C^*_{O_2}$ dépend :

- de la phase **gazeuse**

Paramètres		Solubilité en oxygène $C^*_{O_2}$ (mg/L)
Nature du gaz et pression totale	Oxygène pur à pression atmosphérique – à 20°C	37,6
	Oxygène pur sous 5 atm – à 20°C	188
	Air à pression atmosphérique – à 20°C	7,9
	Air sous 5 atm – à 20°C	39,5

x5
x0,21
x5

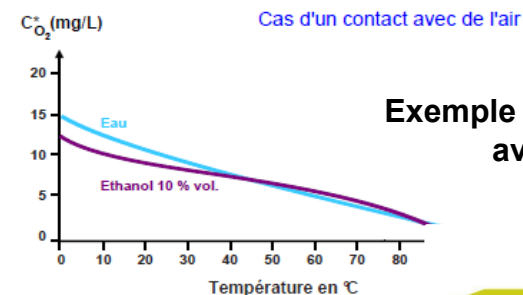
- de la phase **liquide**

Paramètre		Solubilité en oxygène $C^*_{O_2}$ (mg/L)	
		Air à 20°C	Oxygène pur à 20°C
Nature du liquide	Eau	9,2	43,8
	Moût	6,5	30,9
	Vin	7,9	37,6

2 Température :

- Solubilité $\nearrow$ lorsque la $T^\circ \searrow$
Elle $\nearrow$ d'environ 10% quand $T^\circ \searrow$ de 5°C

- Des conditions opératoires et de la technologie de contact gaz liquide



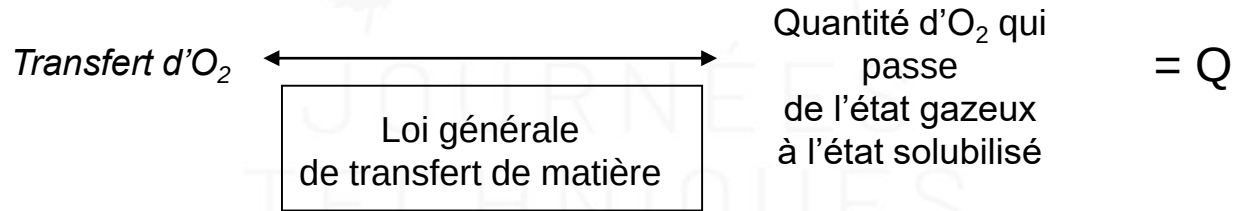
Oxygène et conditionnement



LA DISSOLUTION D'O₂

TRANSFERT D'O₂ DANS LES LIQUIDES

Pour un volume V de liquide :



$$Q = K_L \cdot A \cdot (C^* - C)$$

Diagram showing the components of the equation:

- K_L : Coefficient de transfert de matière entre phases
- A : Aire de l'interface gaz/liquide (surface globale des bulles)
- C^* : Solubilité de O₂
- C : [O₂] dans le liquide

FLUX = COEFFICIENT DE TRANSFERT x SURFACE D'ECHANGE x DIFFERENCE DE CONCENTRATION

$$\text{g d'O}_2 \cdot \text{s}^{-1} = \text{m} \cdot \text{s}^{-1} \times \text{m}^2 \times \text{g} \cdot \text{m}^{-3}$$

Oxygène et conditionnement



LA DISSOLUTION D'O₂

TRANSFERT D'O₂ DANS LE VIN

g d'O₂ transféré par L de vin et par sec = $K_L \cdot a \cdot (C^* - C)$

Coefficient volumétrique de transfert (pointing to $K_L \cdot a$)

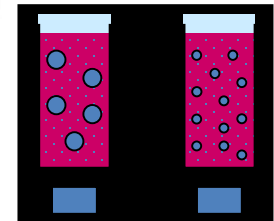
[O₂] dans le liquide (pointing to C)

Solubilité de O₂ (pointing to C^*)

Aire spécifique de l'interface gaz/liq (surface globale des bulles / volume de liquide) (pointing to a)

Coefficient de transfert de matière entre phases (pointing to K_L)

difficile de les mesurer séparément expérimentalement (pointing to K_L and a)



$K_L \cdot a$ $\longleftrightarrow$ *Capacité de transfert de l'oxygène de la phase gaz vers la phase liquide*

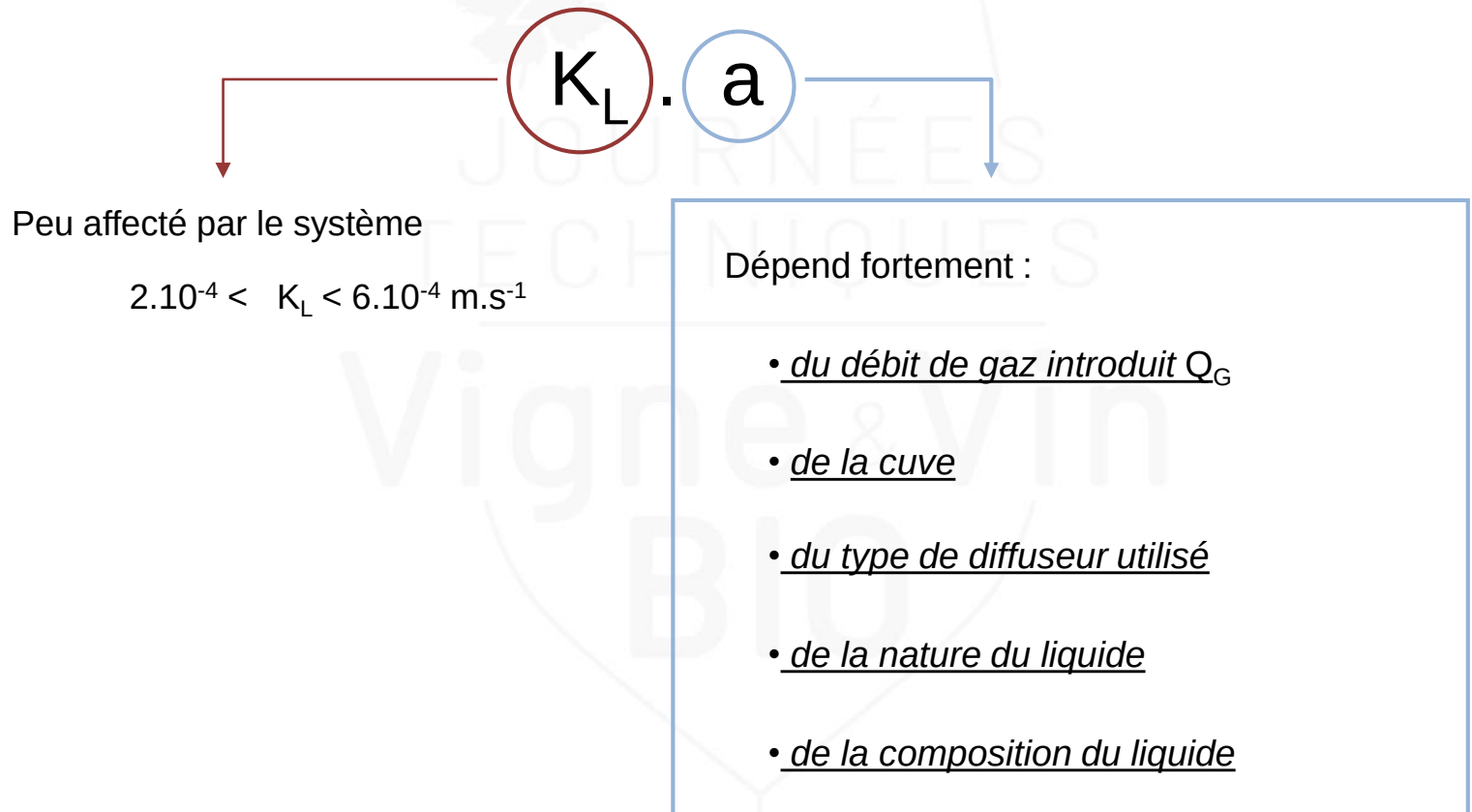
quand $K_L a \nearrow$: le transfert d'O₂ $\nearrow$

Oxygène et conditionnement



LA DISSOLUTION D'O₂

COMMENT VARIE $K_L a$?



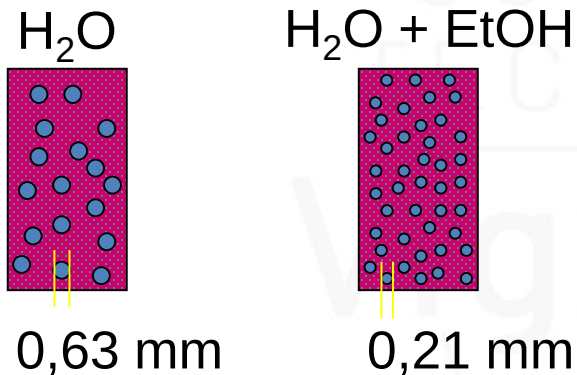


LA DISSOLUTION D'O₂

Influence de la composition du vin sur a

Paramètre étudié : le titre alcoométrique volumique TAV

La présence d'éthanol favorise le transfert :

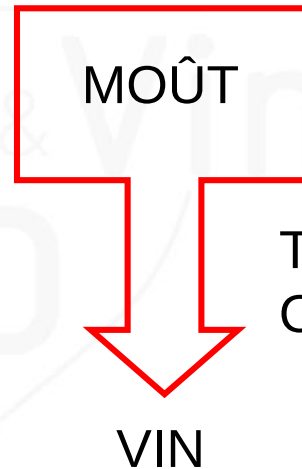


Modification des propriétés
physico-chimiques

Tension superficielle :

72 mN.m⁻¹ → 54 mN.m⁻¹

↘ forces de cohésion entre les
molécules d'eau



Transfert de
O₂ amélioré

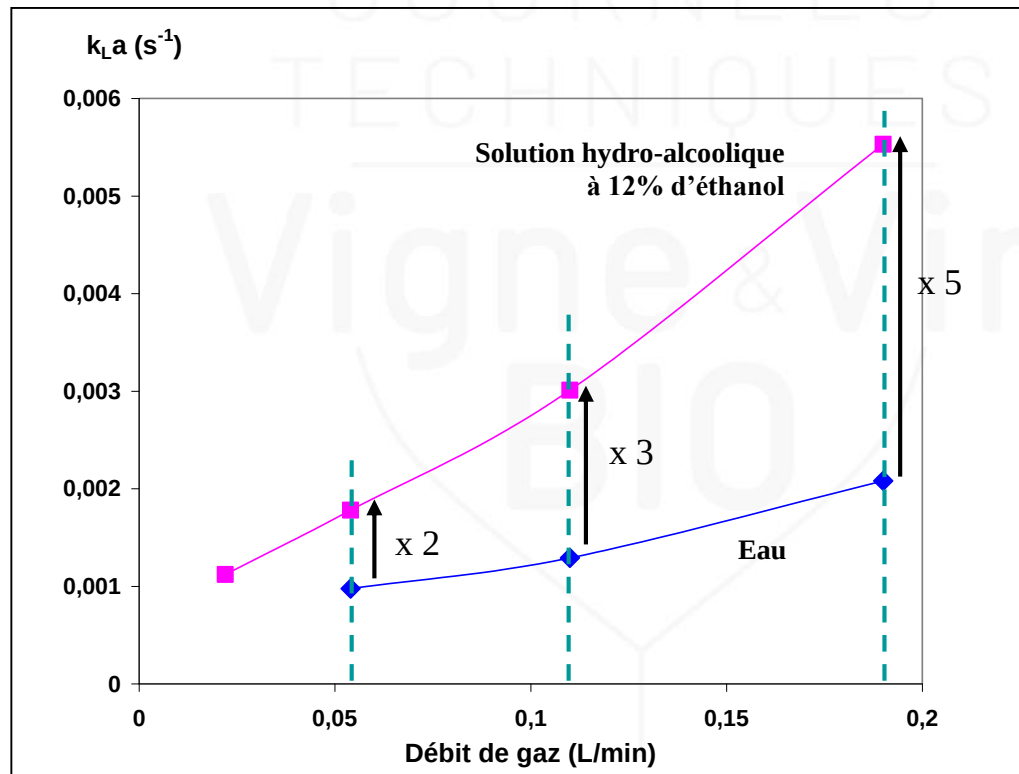
Oxygène et conditionnement



LA DISSOLUTION D'O₂

Influence de la composition du vin sur a

Paramètre étudié : titre alcoométrique volumique TAV



Oxygène et conditionnement

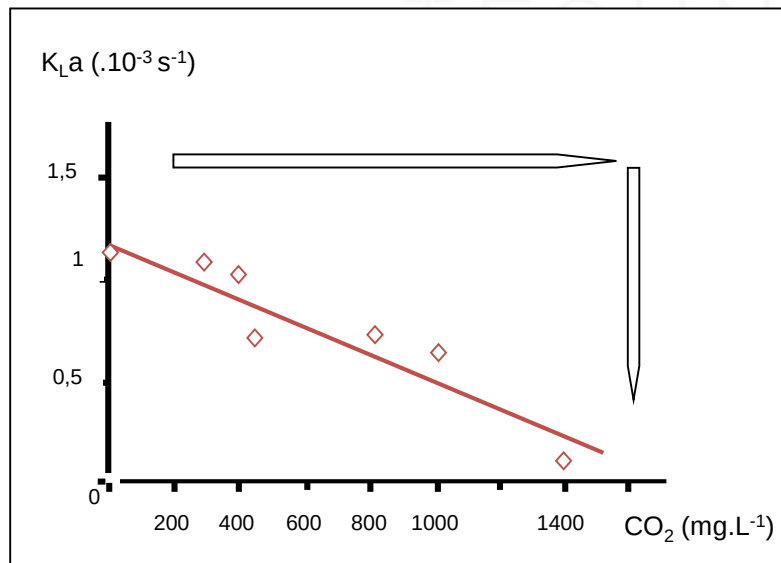


LA DISSOLUTION D'O₂

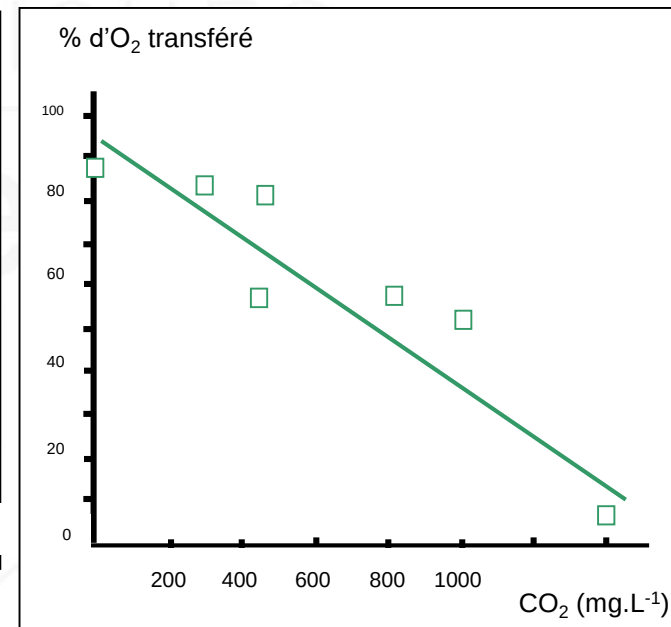
Influence de la composition du vin sur a

Paramètre étudié : la teneur en CO₂ dissous

La présence de CO₂ dissous dans le vin influence le transfert de O₂ :



(Devatine et coll., 2006)



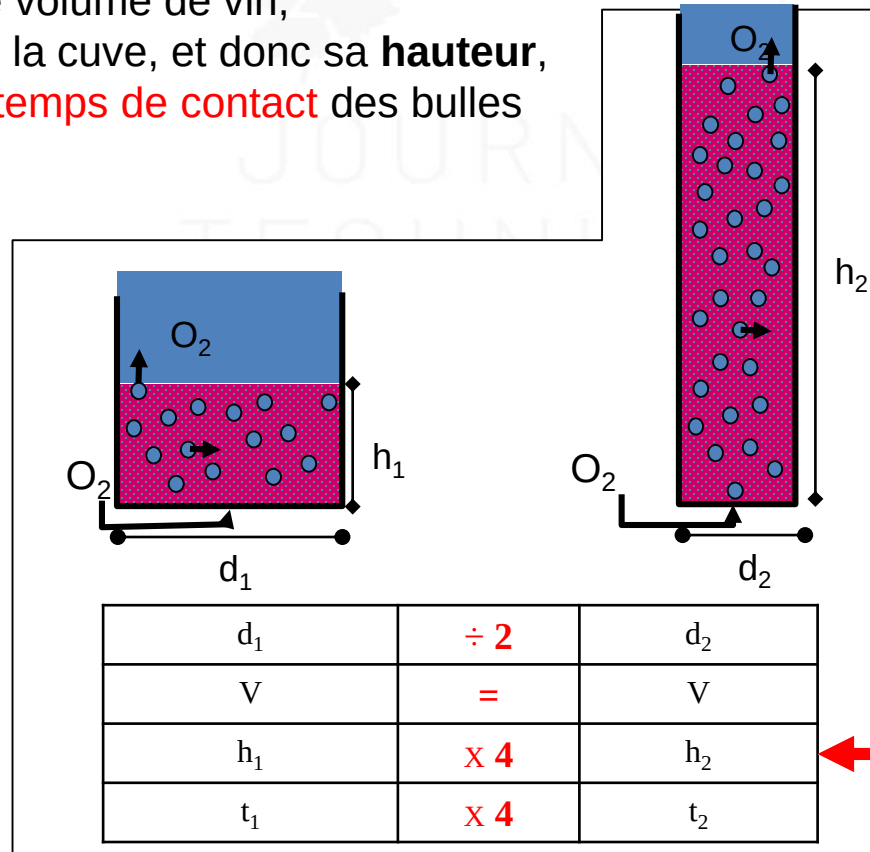
[CO ₂] _{dissous}	capacité de transfert de O ₂	quantités de O ₂ transférées
↗	↘	↘



LA DISSOLUTION D'O₂

Influence du diamètre de cuve sur a

Pour un **même** volume de vin, le **diamètre** de la cuve, et donc sa **hauteur**, conditionne le **temps de contact** des bulles avec le vin.



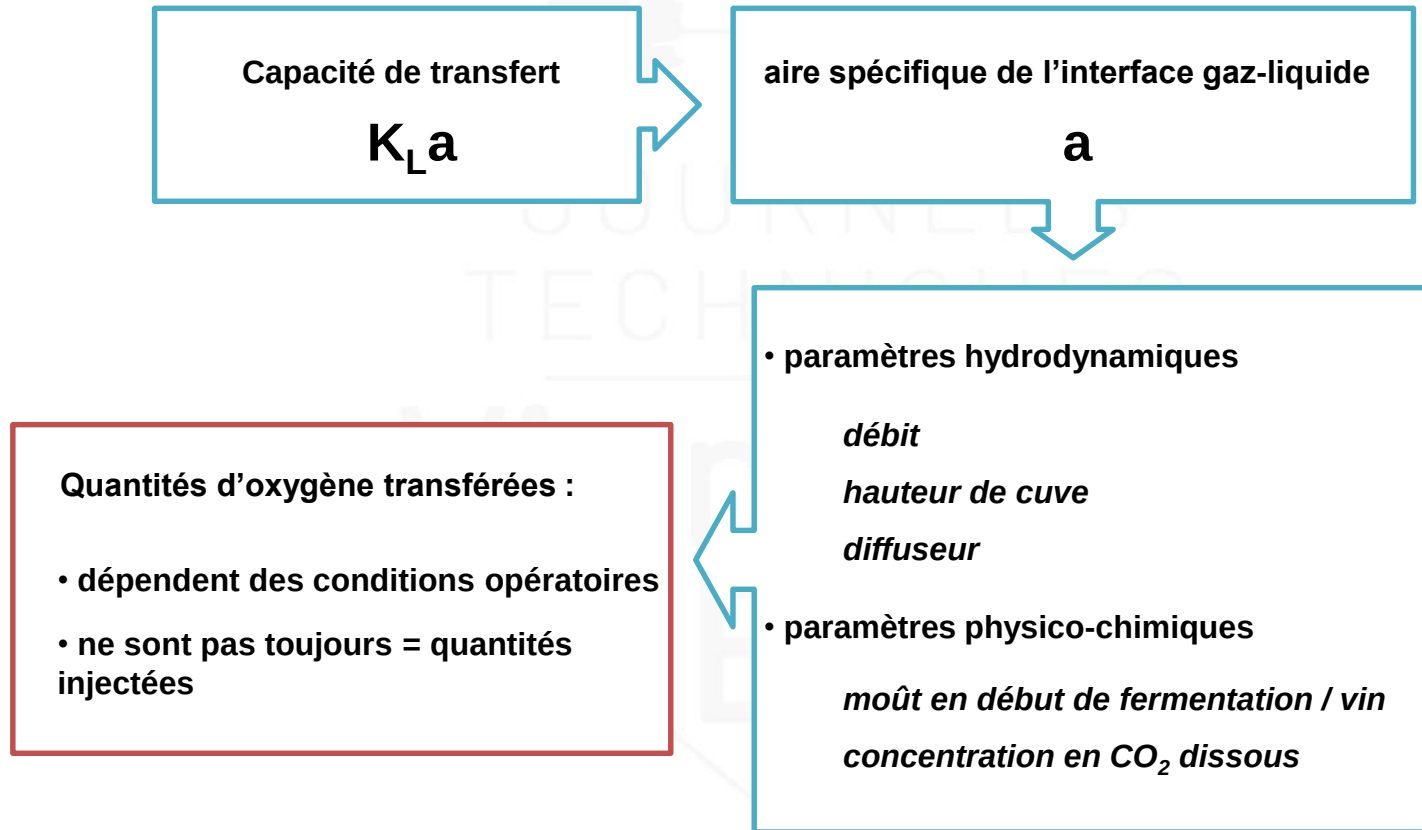
L'augmentation du temps de contact des phases gaz / liquide favorise le transfert

Oxygène et conditionnement



LA DISSOLUTION D'O₂

CONCLUSIONS





L'OXYGENATION D'UN VIN

LA MICRO-OX. : QUELQUES DOSES...

appellation / cépage	phase	doses d'O ₂ (mL.L ⁻¹ .mois ⁻¹)	durée des apports (jours)	Quantité totale d'O ₂ apportée (mg.L ⁻¹)
AOC S ^t Emilion Merlot	macé. post FA	60	9	24
		20	4	3,5
	écoul. → FML	10	1	0,4
		-	-	-
	élevage	5	8	1,8
		3	15	2
Pomerol, Mazeyres Merlot	macé. post FA	2	21	1,8
		1,5	1	0,07
		1	18 h	0,03
		0,75	1	0,03
		0,5	54 h	0,05

Micro-oxygénation avec un mélange à 20% d'air -> saturation d'oxygène à 2 mg/L

Oxygène et conditionnement



Dissolution d'oxygène : quels coûts ?

Difficiles à estimer !!

Nécessaire = Une **bouteille** d'oxygène (28 € HT/ 3200 L d'O₂) et un **détendeur** (environ 90 € HT).

En cours de fermentation alcoolique : possible d'oxygéner le moût à l'aide d'un **compresseur** à air comprimé, équipé de filtres déshuileurs et à charbon actif.

Investissement nécessaire mais ... les consommables ont un faible coût. L'investissement est vite amorti si les besoins en air sont importants.

Il faut par contre compter environ 3000 € HT pour s'équiper de micro-oxygénateur avec 2 diffuseurs (Source Coûts de Fournitures en Viticulture et Oenologie 2015).



Oxygène et conditionnement



Mesure de l'oxygène dissous : deux technologies

Mesures Electrochimiques

*Gamme de mesure :
0 à 50 mg.L⁻¹*



Mesures Optiques

*Gamme de mesure :
0 à 20 mg.L⁻¹*



Applications tout au long de la
vinification



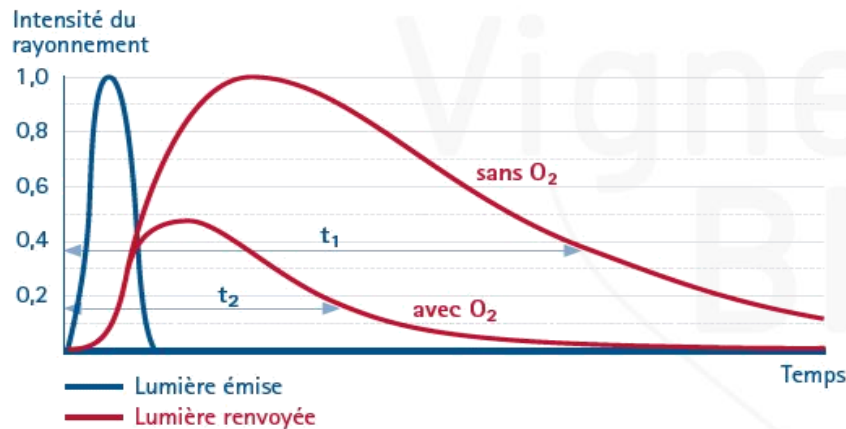
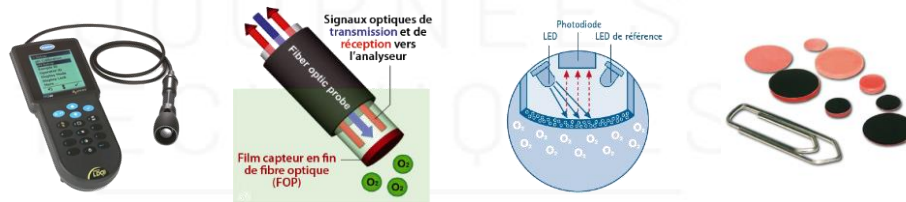
Mesure optique de l'oxygène dissous

- La luminescence -

Principe

Excitation de molécules photosensibles situées sur un support inerte par une lumière bleue

Le complexe réagit en ré-émettant de la lumière rouge (phénomène appelé luminescence)



la $[O_2]$ dissous est reliée à la durée du rayonnement rouge

La $[O_2]$ dissous est inversement proportionnelle à la longévité de la luminescence rouge



Mesures optiques de l'oxygène dissous



1,5 k€

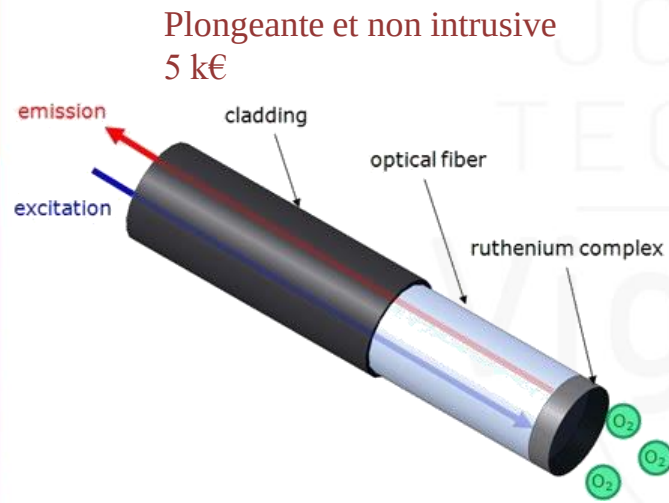


5 k€





Mesures optiques de l'oxygène dissous



Oxygène et conditionnement

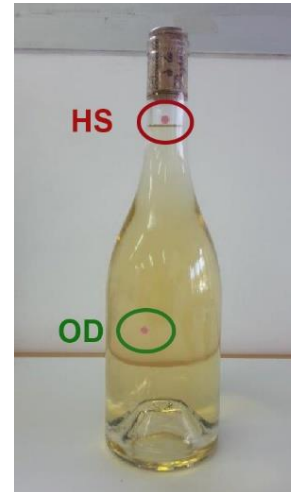


Mesure optique de l'oxygène dissous - mesures non intrusives

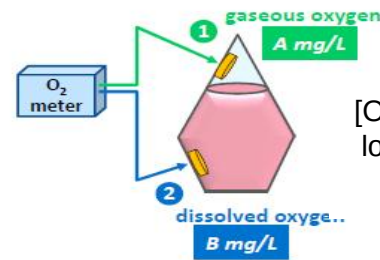
Selon les équipements, possibilité de quantifier l'oxygène dissous dans les espaces de tête

Applications multiples : possibilité de déterminer la concentration d'oxygène à tous les stades du processus de vinification : foulage, pressurage, fermentation, micro-oxygénation, transferts, filtration, mise en bouteilles ...

Suivi de process



Total Package Oxygen (TPO) des BIB



[O₂] introduite dans le vin lors du conditionnement

(Devatine et al., 2015)

Oxygène et conditionnement



Mesures électrochimiques

Gamme de mesure	0 à 50 mg.L ⁻¹	0,01 à 20 mg.L ⁻¹
Consommation d'O ₂	✓	
Étalonnage	✓	
Sensibilité au CO ₂ et H ₂ S	✓	
Changement d'électrolyte	✓	
Changement de membrane	✓	

 mg.L^{-1} mL.L^{-1}

à 25°C et pression atm. : $\frac{x \text{ mg.L}^{-1}}{32} \times 24,8 = y \text{ mL.L}^{-1}$

$$\text{volume d'1 mole} = RT / P$$



Mesure du CO₂

Carbodoseur



CarboQC



8 k€

Oxygène et conditionnement



Inertage pour protéger

Différentes méthodes d'inertage

Inertage des contenants



par balayage

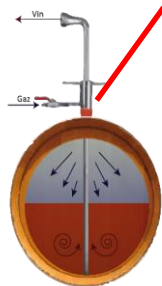
En fin de remplissage ou lors de soutirages, le « ciel gazeux » est remplacé par un balayage à l'aide d'un **gaz neutre sous faible pression** (20 mbar)

Egalement utilisé sur pressoirs inertés ou embouteilleuses

en continu

Création d'une **différence de pression positive** entre la cuve et l'extérieur afin d'empêcher l'oxygène contenu dans l'air ambiant de rentrer dans la cuve

Inertage lors de transferts de vin



par poussée au gaz inerte

le vin est poussé d'un contenant à un autre par **pression** au gaz inerte

Inertage des circuits de transfert

Eviter les risques de dissolution d'oxygène au **démarrage** et en **fin d'opération** de transfert et/ou de process (filtration, ...)

Oxygène et conditionnement



Inertage pour protéger

Objectif : mise du vin sous gaz inerte limitant toute dissolution d'oxygène

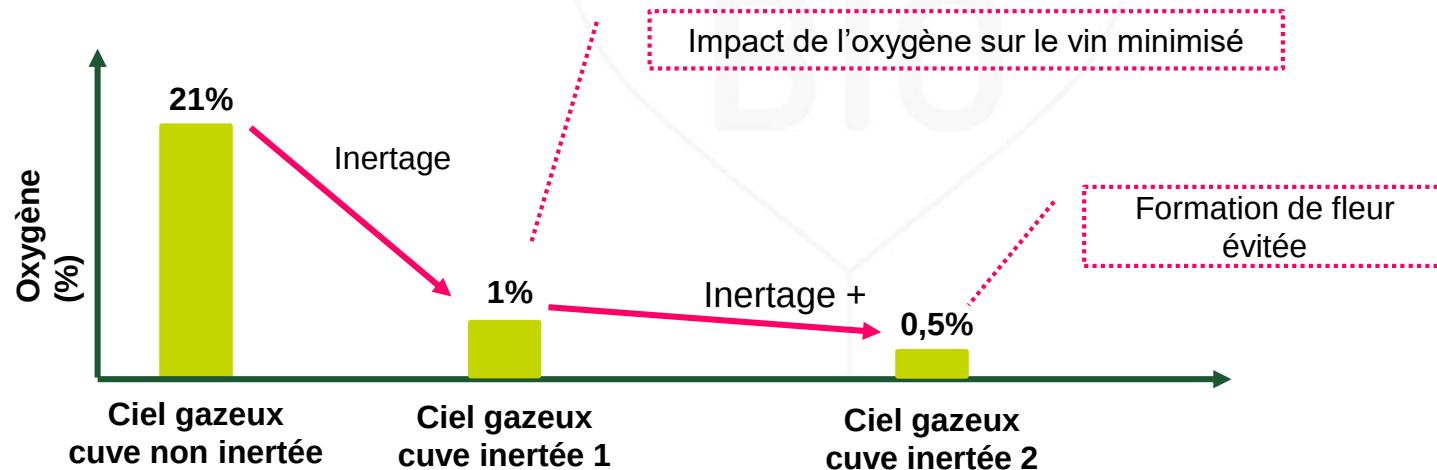
Seule véritable solution préventive pour empêcher le vin d'entrer en contact avec l'oxygène

Trois gaz inertes œnologiques :

- Azote (N_2) : se dissout peu dans le vin
- Dioxyde de carbone (CO_2) : très soluble et plus dense que l'air
- Argon (Ar) : plus lourd que l'air et peu soluble dans le vin

Utilisables de façon indépendante ou en mélange

Le plus courant : **80 % d'azote** et **20 % de CO_2** (CO_2 compense la décarbonatation générée par l'azote)





Merci de votre attention !



Différents gaz d'inertage

	Caractéristiques	Avantages	Inconvénients
L'azote (N₂) est le gaz inerte le plus utilisé actuellement en œnologie	Densité proche de celle de l'air Inodore, incolore	Economique Inerte Se dissout peu dans le vin	Potentiellement asphyxiant dès que O ₂ < 17% Risque d'assécher le vin et de dégazer du CO ₂
Le dioxyde de carbone (CO₂) Sous forme de gaz, neige carbonique ou carboglace (briques et bâtonnets)	Densité : 1,5 fois celle de l'air Incolore Inodore à faible concentration Très soluble	Inerte Facile à utiliser : plus lourd que l'air, il a tendance à rester à la surface du vin	Gaz mortel En utilisation pure, risque de sur-carbonatation car le CO ₂ est très soluble dans le vin.
L'argon (Ar) est naturellement présent dans l'air à une concentration d'environ 1%	Densité : 1,4 fois celle de l'air Incolore Inodore	Inerte Plus lourd que l'air Peu soluble dans le vin	Encore plus cher que l'azote et le CO ₂

Oxygène et conditionnement



Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (1)

Azote

En théorie il faut **1,18 kg d'azote** pour remplir 1m³ d'air. En pratique, il faut 4 à 5 fois cette quantité, à cause des turbulences du gaz créées lors de l'injection de ce gaz dans le ciel gazeux de la cuve.

La meilleure façon de mettre en œuvre l'inertage à l'azote est d'utiliser le **système de surpression**.

La mise en œuvre de l'inertage par balayage à l'azote ne permet pas de descendre au dessous de 2 % d'oxygène résiduel, du fait de sa densité proche de l'air et des turbulences.





Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (2)

Dioxyde de carbone gazeux

En théorie il faut **1,87 kg** de CO_2 pour remplacer 1 m^3 d'air. En pratique, si l'on utilise du CO_2 pur, il faut injecter 2 à 3 fois le volume correspondant au volume de ciel gazeux à inertier, pour compenser le CO_2 qui se dissout dans le vin.

Dans ce cas, si la cuve n'est pas totalement hermétique, de l'air entre dans la cuve pour remplacer le CO_2 qui se dissout.



Oxygène et conditionnement



Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (3)

Dioxyde de carbone solide

La carboglance peut être utilisée aussi bien pour refroidir les raisins que pour inerte. Elle ne doit pas être mise directement sur le vin : une enveloppe de glace peut se former autour des bâtonnets et empêcherait le gaz de diffuser. **La carboglance peut être placée dans un récipient en plastique flottant à la surface du vin.**

Une brique de 2 kg de carboglance met environ 30 minutes à se sublimer.



C'est pourquoi cette solution est souvent envisagée pour de l'inertage à court terme (par exemple, dans une maie de pressoir ou un transfert de vendange)



Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (4)

En pratique pour les vendanges : **1,3 kg** de glace carbonique refroidit 100 kg de vendanges de 1 °C



2 kg de glace carbonique génèrent 1 m³ de CO₂ gazeux.



Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (5)

Inertage pour le transfert de la vendange

EFFETS : refroidissement & inertage de la vendange

DOSES Carboglace

- Sur vendange saine : 2 kg pour 10 hL
- Sur vendange altérée : 0.7 kg/hL



Oxygène et conditionnement



Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (6)

Argon

En théorie il faut **1,68 kg** d'argon pour remplacer 1 m³ d'air. En pratique il faut injecter 2 à 3 fois le volume correspondant au volume de ciel gazeux à inerte.



Oxygène et conditionnement



Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (7)

Mélanges gazeux

Le mélange le plus utilisé est constitué à **80 % d'azote** et à **20 % de CO2** : le CO2 permet de compenser la **décarbonatation engendrée par l'azote**.

Ces proportions sont à raisonner en fonction du niveau de CO2 dissous que l'on souhaite maintenir dans le vin et de la température de la cave : par exemple à 10°C, ces proportions 80-20% permettent de conserver une concentration de CO2 de 500 mg/L.



Oxygène et conditionnement



Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (8)

Un mélange de **80% d'argon** et de **20% de CO₂** permet un inertage efficace, sans risque de décarbonatation ni de sur-carbonatation.

Certains mélanges gazeux s'achètent tels quels, ou peuvent se préparer à la cave grâce à une installation **de détendeurs et de cloches de pressions adéquates**.



Oxygène et conditionnement



Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (9)

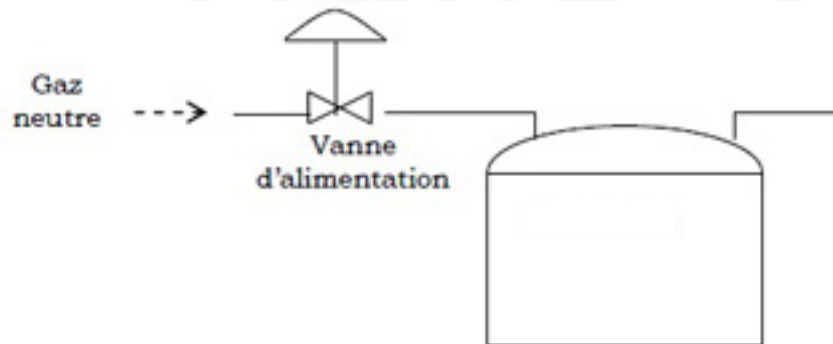
L'inertage en continu par légère surpression

Principe

Cette technique implique une différence de pression positive entre la cuve et l'extérieur (la cuve est en légère surpression), empêchant l'oxygène contenu dans l'air ambiant de rentrer dans la cuve.

Cette surpression compense les fluctuations du niveau du vin dans la cuve dues aux variations de température.

Le **système de surpression**, en cas de baisse de température, injecte du gaz inerte pour compenser la perte de volume.





Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (10)

Applications

Ecouler les barriques en poussant à l'azote avec une canne spéciale et une bonde silicone étanche pouvant résister à la surpression. A une pression de **1,4 bar**, **6 minutes** sont nécessaires pour vider une barrique de 225L. Cela est inutile si on cherche à soutirer à l'air.

Même système si on utilise des fûts à bière pression en inox pour conserver le vin d'ouillage :

injecter de l'azote pour sortir le volume de vin nécessaire. Le reste du vin d'ouillage en vidange dans le fût reste protégé.



Préférer ici l'**azote**, plus économique et moins soluble.

Oxygène et conditionnement



Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (11)

Inertage des circuits de transfert

Principe

Lors d'un transfert et/ou d'une opération de chai (filtration, etc.) les principaux risques de dissolution d'oxygène sont au **démarrage** et en **fin d'opération** :

- brassage lors de l'amorçage et cavitation de la pompe ou autre matériel (filtre, etc.)
- mise sous pression du vin au contact de l'air entraînant une dissolution immédiate de l'oxygène dans le vin lors du remplissage d'un filtre.

L'inertage des circuits de transfert et du matériel permet d'éviter cette prise d'oxygène initiale.





Différents gaz d'inertage – aspects pratiques (12)

Matériel et mise en œuvre

Inerter une ligne de transfert en début d'opération : **remplir la ligne d'eau** puis **pousser l'eau avec le gaz inerte**. Le seul matériel nécessaire est un raccord avec injecteur à gaz que l'on intègre au préalable au début de la ligne à inerter.

En fin d'opération, **pousser le vin à l'eau** : cela nécessite un Y muni d'un mireur et d'une vanne intermédiaire.



Choix du gaz

Préférer l'azote car sa densité présente un intérêt pour la qualité de l'inertage du circuit de pompage.

Oxygène et conditionnement



Merci de votre attention !