

## THE INFLUENCE OF THERMAL REGIME ON STABILIZATION PROCESS OF YOUNG WINES

## INFLUENCE DU RÉGIME THERMIQUE SUR LE PROCESSUS DE STABILISATION TARTRIQUE DES VINS JEUNES

Rodica Sturza, Ecaterina Covaci\*

*Université Technique de Moldavie, Département de Chimie, 2004,  
Nr. 168, Ștefan cel Mare, Chișinău, Moldovie*

\*Corresponding author: [covaci\\_ecaterina@yahoo.com](mailto:covaci_ecaterina@yahoo.com)

Received: June, 25, 2014

Accepted: September, 29, 2014

**Abstract:** The excess of tartaric salts determines in certain conditions the formation of characteristic crystals that fall in the form of sediment. The aim of the study is to search the optimal process of tartaric stabilization conditions of young wines. We examined the tartaric stabilization of young wines by decreasing their content in tartaric salts by conventional cold stabilization and contact seeding with three thermal regimes (-5 °C, 0 °C and 5 °C). The study results showed a reduction with 23÷40 % of chromatic intensity, with 16.45÷24 % of the content of potassium and a titratable acidity between 0.73 and 1.04 g·L<sup>-1</sup>.

The recommendations of optimum regime of the stabilization of young wines, based on experimental results, included: cooling of wine at -5 °C or 0 °C, followed by the administration of cream of tartar in a doses 4÷8 g·L<sup>-1</sup>, maintaining in these conditions until the stabilization and isothermal filtration before bottling. The described process generates a healthy and balanced product, good nutritional value and organoleptic quality.

**Keywords:** *contact seeding, conventional cold stabilization, crystallization, potassium bitartrate, refrigeration, tartaric acid, young wine*

## INTRODUCTION

Depuis quelques années, on remarque en plan mondial une croissance de la consommation des vins jeunes. Ce fait est traduit par : la présence en vin des divers arômes (primaires, préfermentaires, fermentaires) ; l'effet physiologique notable (valeur de la capacité antioxydante élevée par rapport au vin vieillit) ; le contenu assez grand des acides organiques, des polyols, des protéines, des composés phénoliques et autres. Pour préserver ce profil, la méthode choisie pour la stabilisation de ces vins doit garder le contenu et les propriétés organoleptiques aux valeurs accrues, éviter leur modification chimique et assurer une stabilité à long terme, ce qui inclue une élimination rapide de l'excès des sels tartriques, essentiellement sous forme d'hydrogénotartrate de potassium (THK) et de tartrate de calcium (TCa) [1].

Le vin représente une solution complexe sursaturée de sels tartriques qui commencent à précipiter même pendant la fermentation alcoolique. Ce phénomène lent continue et après la formation du vin sous l'influence de différents facteurs, y compris la présence de particules en suspension, la teneur en éthanol, le pH, la force ionique, la température du vin et la composition colloïdale (polymères : protéines végétales et levuriennes, polysaccharides solubles et leurs associations) [2]. En particulier, les derniers créent des problèmes aux vigneronniers diminuant la qualité et l'aspect visuel du vin dans la bouteille. La stabilité tartrique est déterminée par l'équilibre acide tartrique - tartrates en vins et peut être obtenue par des procédés physiques (traitement par le froid, l'électrodialyse) ou par des méthodes chimiques - ajouts des inhibiteurs de cristallisation (l'acide métatartrique et la carboxyméthylcellulose, polymères qui arrêtent l'accroissement des cristaux de THK) [3].

Parmi ces techniques, la plus utilisée en vue d'assurer la stabilité tartrique pour les vins jeunes est la réfrigération. Dans ce cas il s'agit du refroidissement des vins près du point de congélation, le vin étant laissé en repos à cette température pour un certain délai de temps pour la formation et la précipitation d'hydrogénotartrate de potassium [4]. Cette technique pourrait être réalisée par deux techniques : à froid classique et par contact. Dans le dernier cas, on introduit de la crème de tartre pour favoriser la croissance des cristaux tartriques en vin [5]. Le traitement de stabilisation à froid classique ne convient pas aux vins qui doivent être mis rapidement sur le marché et, malgré un entreposage recommandé aux températures comprise entre -3 et -5 °C pendant 15 jours, n'assure pas toujours une stabilité tartrique convenable aux vins [6].

En conditions réelles de production et avec des motifs économiques qui justifient la recherche de nouveaux procédés de stabilisation tartrique, on a pour but de recherche l'optimisation des processus et conditions de stabilisation tartrique des vins jeunes. Dans ce travail, nous avons examiné la stabilisation tartrique des vins jeunes par des traitements à froid classique et par contact en appliquant trois régimes thermiques (températures de -5 °C, 0 °C et 5 °C). Le but du travail a été d'étudier l'influence du régime thermique et des méthodes de stabilisation tartrique des vins sur les paramètres physico-chimiques, organoleptiques et sur la stabilité des vins.

## MATERIAUX ET METHODES D'ANALYSE

Comme objet d'étude ont été utilisés deux cépages des vins jeunes : *Chardonay* et *Pinot Noir*, provenant de la région centrale du pays. La fermentation malolactique du vin rouge n'a pas été menée à son terme. Les expériences ont été réalisées dans la période septembre-décembre 2013, au Centre de Recherche Œnologie de l'Université Technique de Moldova et au Centre National de Vérification des Produits Alcoolisés, Chişinău, République de Moldova.

Les échantillons de vins étudiés ont été obtenus par différents schémas technologiques, comme suit : des échantillons de vin rouge et l'échantillon de vin blanc 1 ont été obtenus par la méthode classique de vinification et l'échantillon de vin blanc 2 - par le schéma technologique avec l'application de la cryo-macération du marc. Le procédé de cryo-macération consiste à maintenir la vendange pendant 3 à 5 jours à des températures comprises entre 8 et 15 °C. Cette technique permet la diffusion sélective de certains composés hydrosolubles du raisin comme : les pigments, les arômes et leurs précurseurs, en moyenne avec 20 % alors qu'elle favorise moins la diffusion d'autres composés comme les tannins [7, 8].

Avant d'effectuer la stabilisation tartrique, les vins ont subi un traitement de collage avec la bentonite *Solub* et la gélatine *Pulviclar*, suivi par une filtration sur plaques filtrantes pour assurer la stabilité colloïdale. Les échantillons de vins ont été traités par trois régimes thermiques : -5 °C, 0 °C et 5 °C) et par deux méthodes de stabilisation (méthodes classique et celle par contact). Les méthodes indiquées de stabilisation ont été sélectionnées sur la base d'étude bibliographique qui suggère une stabilisation tartrique assez rapide du vin par une nucléation secondaire et pas primaire<sup>1</sup>.

Les récipients contenant 5 litres des vins examinés ont été placés en chambre froide aux conditions de stabulation simple, aux régimes thermiques et méthodes de stabilisation indiquées, sous agitation permanente. L'agitation permanente est nécessaire, car la vitesse de cristallisation est proportionnelle avec la valeur de l'interface et avec l'état de sursaturation du vin. La crème de tartre en dose de 4 g·L<sup>-1</sup> ajoutée à la suspension de vin doit être agitée continuellement pour assurer un meilleur contact [5].

Le suivi du passage au froid a été réalisé par l'enregistrement de la cinétique de cristallisation du THK en mesurant la conductivité du vin à 20 °C à l'aide d'un conductimètre Hanna (ECITDS, la précision de 1 µS·cm<sup>-1</sup>). L'état de stabilité des lots a été établi selon les résultats des trois tests : test mini-contact, test avec l'alcool et le calcul de la température de la saturation du vin ( $T_{\text{sat}}$ ) [9]. La brève description de ces tests est la suivante :

- **le test mini-contact** : au vin refroidi à 5 °C pendant 30 minutes sont additionné 10 g·L<sup>-1</sup> de THK (crème de tartre), puis le mélange est gardé à cette température pendant 2 heures, sous agitation périodique et la mesure en continue de la conductivité. Le degré d'instabilité du vin varie en fonction de la chute de conductivité qui ne devrait pas excéder 50 µS·cm<sup>-1</sup>, sinon le vin est sujet à la précipitation tartrique.

<sup>1</sup> Il existe deux types de nucléation : la nucléation primaire (la solution mère est exempte de cristaux) et nucléation secondaire (la solution mère contient déjà des cristaux de la même nature que le soluté). La nucléation primaire est homogène si elle se produit au sein de la solution et hétérogène si elle est induite par la présence d'interfaces solides d'autre nature que le soluté. La nucléation primaire nécessite une sursaturation supérieure à la sursaturation limite évoquée auparavant, tandis que la nucléation secondaire peut se produire même dans la zone métastable du system.

▪ **le test avec l'alcool** (méthode de J. Perrin) détermine l'état d'instabilité par la prise d'alcool absolu à un taux de 1,5 % du volume total de vin. Le mélange résultant est placé à une température de moins 4÷5 °C pendant 4 jours et après cette période si dans la masse de vin des cristaux ont été formés, le vin s'avère instable.

▪ **le calcul de  $T_{sat}$**  permet de définir la température la plus basse pour laquelle le THK est soluble, en base de valeurs de la conductivité du vin, à partir de l'expression (1) :

$$T_{sat} = T - \frac{LF_2 - LF_1}{33} \text{ [}^\circ\text{C]} \quad (1)$$

où :

$T$  – température de l'échantillon, supérieure à 18 °C ;

$LF_2$  – conductivité du vin après l'administration de 5 g·L<sup>-1</sup> THK et l'agitation périodique, μS·cm<sup>-1</sup> ;

$LF_1$  – conductivité initiale de l'échantillon, μS·cm<sup>-1</sup>.

La température de saturation est déterminée comme décrit ci-dessus pour chaque prélèvement en donnant une information sur la solubilité du THK et sur la stabilité prévisionnelle du vin. Suivant ce calcul,  $T_{sat}$  doit être au sein des limites 10÷12 °C pour un vin sec blanc et rosé stable, de 12÷14 °C pour un vin rouge léger et supérieure à 14 °C pour des vins plus extractifs [2].

Après la stabilisation tartrique, les vins ont été filtrés en régime isotherme et stockés à 10÷12 °C en chambre froide sous le suivi périodique de la stabilité tartrique en temps (3, 6, 10 mois selon les essais). Les paramètres physico-chimiques, organoleptiques et chromatiques des vins ont été déterminés après les documents normatifs nationaux et internationaux du domaine [9].

## RESULTATS ET DISCUSSIONS

Les résultats de suivi des modifications physico-chimiques, organoleptiques et chromatique durant la stabilisation des vins sont présentés dans le Tableau 1. Les lots isolés présentaient des instabilités tartriques comprises entre 18 et 21 °C pour le paramètre température de saturation.

En vertu de données du Tableau 1, après le traitement par le froid à -5 °C par la méthode de contact, les paramètres, tels que l'acidité titrable, l'intensité chromatique, le contenu des composés phénoliques, le contenu d'acide tartrique et de potassium diminuaient fortement. Les valeurs de l'intensité chromatique, le contenu d'acide tartrique et des composés phénoliques sont réduites dans les limites de 23÷40 %, le contenu de potassium de 16,45÷24 % et celle de l'acidité titrable de 0,73÷1,04 g·L<sup>-1</sup>.

Par l'analyse comparative des vins blancs et rouge nous avons observé une diminution plus importante des paramètres courants des vins blancs par rapport aux vins rouges. Ceci pourrait être expliqué par la présence de colloïdes (protéines, polysaccharides, polyphénols) qui nuisent à la stabilisation tartrique de vin rouge. De plus, l'analyse sensorielle des vins a décrit l'effet de révélation du profil aromatique des vins par la stabilisation.

**Tableau 1. Analyses courantes des vins jeunes\***

No.	Paramètres déterminants	Types de vin analysés					
		Vin blanc 1		Vin blanc 2		Vin rouge	
		Initial	Stabilisé	Initial	Stabilisé	Initial	Stabilisé
1.	Titre alcoométrique, % vol	12,62	12,48	12,42	12,22	10,40	10,25
2.	pH	3,13	3,08	3,27	3,13	3,30	3,22
3.	Acidité titrable (acide tartrique), g·L <sup>-1</sup>	7,82	6,80	7,94	6,90	8,43	7,70
4.	Acidité volatile titrable (acide acétique), g·L <sup>-1</sup>	0,42	0,48	0,45	0,53	0,52	0,54
5.	Intensité chromatique, A <sub>420 nm</sub>	0,092	0,048	0,089	0,068	1,483	1,121
6.	Contenu des composés phénoliques, (FC) mg·L <sup>-1</sup>	148,8	86,3	132,5	88,1	1498,1	1002,6
7.	Contenu d'acide tartrique, g·L <sup>-1</sup>	2,92	1,58	2,25	1,41	2,07	1,46
8.	Contenu de potassium, mg·L <sup>-1</sup>	920	703	846	532	1071	614
9.	Analyse organoleptique, points/10	7,7	7,8	7,9	8,0	8,1	8,1

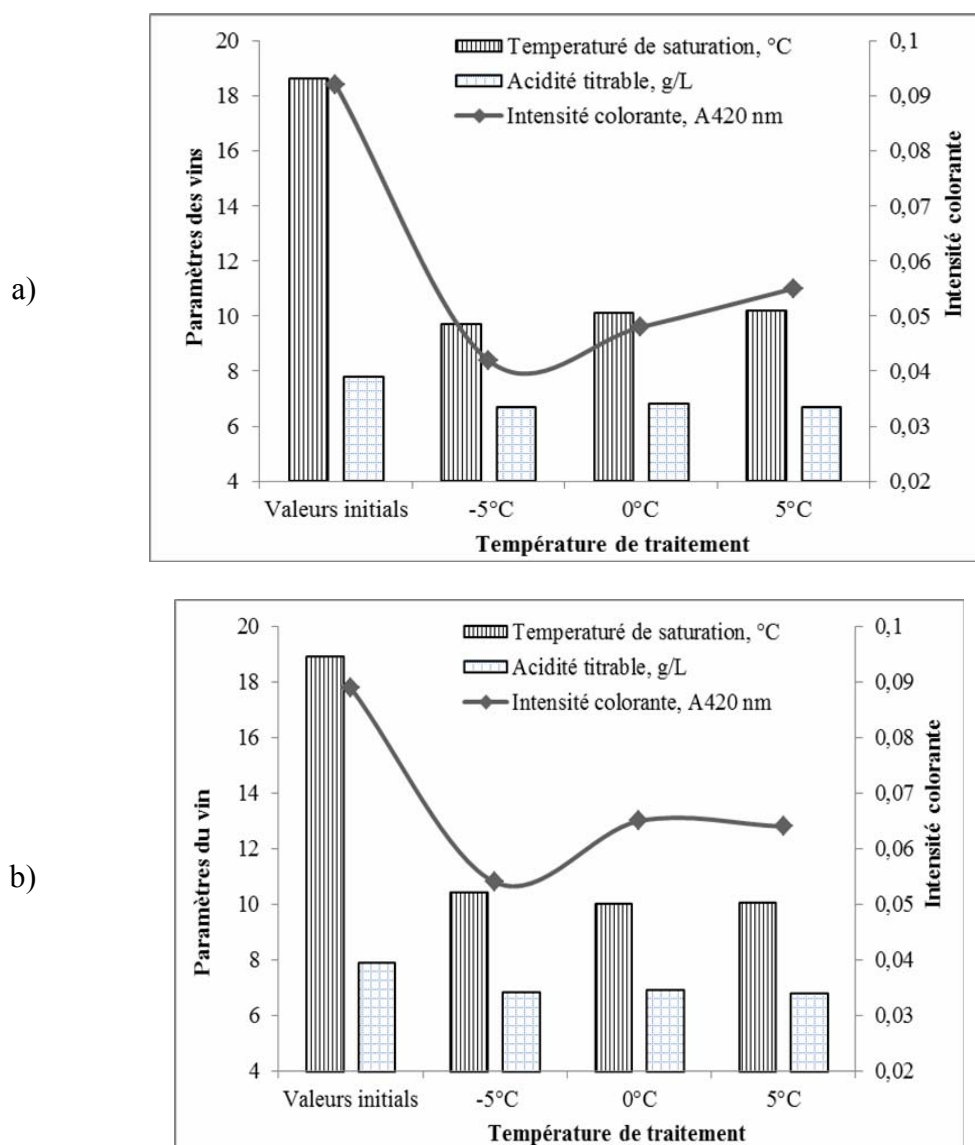
\* t= - 5 °C, méthode de contact ; moyenne de deux mesures parallèles (intervalle de confiance de 95 %)

Les vins initiaux ont été estimés par des dégustateurs, comme des vins opalescents, au goût déséquilibré, saveurs de fleurs et avec une légère acidité. Les vins stabilisés ont été caractérisés comme des vins avec les caractéristiques et les spécificités des vins jeunes notables.

La température de traitement a une incidence considérable sur la stabilité des vins, plus qu'elle diminue, plus son impact sera important. Donc, une réduction maximale de tous les paramètres d'instabilité était à la température de -5 °C, suivie par la hausse des températures de traitement des vins décrite en Figure 1.

Les données de la Figure 1 ont montré, que pour le vin blanc produit par cryo-macération la réduction de l'intensité colorante est presque similaire aux températures de 0 et 5 °C. Ça se traduit par le fait que la teneur en protéines thermolabiles obtenues par cryo-macération est minimale dans ces vins et pendant la stabilisation tartrique se produit la diminution de l'intensité colorante (aux températures positives de traitements).

En accord avec les considérations théoriques et pratiques présentées, le vin est saturé et conserve en forme soluble une quantité de tartrate acide de potassium supérieure à celle correspondante au produit de solubilité, grâce à la présence des substances inhibitrices. Ces substances réduisent à la fois la vitesse de formation et ainsi la croissance des cristaux tartrique dans les vins.



**Figure 1.** Influence de la température de traitement des vins par la méthode de contact sur les paramètres physico-chimiques  
 a) vin blanc 1 produit par le schéma classique ;  
 b) vin blanc 2 produit par le schéma de cryo-macération du marc

L'étude visait à stabiliser les trois lots de vin par les deux méthodes et trois régimes thermiques et d'évaluer leur degré de stabilité selon les trois essais décrits dans la section précédente. Les données obtenues sont incluses dans le Tableau 2.

Il est bien connu l'apparition des cristaux après le passage au froid d'un vin instable, parce que la solubilité des sels tartriques décroît avec la réduction de la température. La température étant l'élément principal, lors de l'étude tous les lots de vins ont été stabilisés mais avec différentes périodes de traitement. Le minimum de traitement (40 heures) était à la température de -5 °C en utilisant la méthode de contact pour le vin blanc 2, suivie par le vin blanc 1 et ceux rouge. Pour les vins blancs on peut également réaliser la stabilisation à 0 °C ; l'effet est semblable à celui de -5 °C, mais avec une période 2 fois plus longue par la méthode de contact. Comme prévu, le maximum de

240 heures a été enregistré pour la température de 5 °C en utilisant la méthode classique pour le vin rouge.

**Tableau 2.** Evolution de la durée de stabilisation tartrique des échantillons de vins

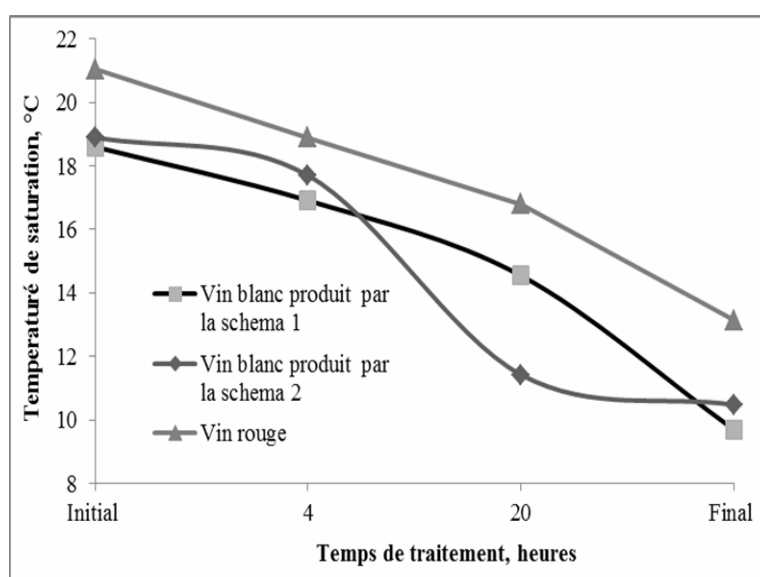
No.	Durée de stabilisation tartrique des vins analysés, heures	Température de traitement			Conductivité, $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$	Tests de stabilité	
		-5 °C	0 °C	5 °C		mini-contact, $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$	avec l'alcool*
1.	Vin blanc 1, initial	-	-	-	1988	144	+++
	Vin blanc par méthode classique de stabulation	78	112	148	1670	20	-
	Vin blanc par méthode de contact de stabulation	42	98	126	1620	34	-
2.	Vin blanc 2, initial	-	-	-	1813	168	++
	Vin blanc par méthode classique de stabulation	72	102	126	1510	32	-
	Vin blanc par méthode de contact de stabulation	40	85	118	1530	39	-
3.	Vin rouge, initial	-	-	-	2066	200	+++
	Vin rouge par méthode classique de stabulation	79	166	240	1750	49	-
	Vin rouge par méthode de contact de stabulation	56	128	192	1735	45	-

\*la notation „+ ” décrit l'apparition de cristaux et „- ” l'absence de cristaux en base de test respectif

Un autre paramètre surveillé pendant la stabilisation a été la conductivité, qui a été réduite de manière significative aux délais de 283÷368  $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$  pour les 3 lots de vins jeunes.

L'état de stabilité des vins a été étudié d'après les résultats des trois tests (test mini-contact, test avec l'alcool et le calcul de la température de saturation du vin). Initialement, les échantillons de vins ont montré une température de stabilité et une valeur du test avec l'alcool assez élevée, comprise entre 18 et 21 °C et même à 20 °C. Etant dans une zone à risque, il pourrait y avoir une rupture de l'état d'équilibre métastable entraînant la précipitation de THK dans ces vins. Les résultats du test mini-contact pour le vin rouge sont à proximité de valeur 50  $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$  et pour les blancs ne dépassent pas 40  $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ , ainsi la stabulation de vin rouge n'assure pas une stabilité tartrique absolue (effet confirmé par l'étude de la stabilité tartrique en temps).

Un autre test en vertu duquel a été apprécié le degré de stabilité du vin consistait à déterminer la température de saturation calculé par l'expression 1. L'évolution de ce paramètre est décroissante, atteignant la stabilité tartrique nécessaire à -5 °C en 40 heures pour les vins blancs et en 56 heures pour le rouge (Figure 2). La dynamique de diminution de ce paramètre est pratiquement linéaire pour les échantillons de vin blanc 1 et pour le rouge.



**Figure 2.** Variation de la température de saturation durant la stabilisation tartrique des vins par la méthode de contact à la température de  $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$

Pour le vin blanc 2 la réduction est polynomiale (3<sup>ème</sup> degré) et diminue de manière significative durant les 20 heures de contact. Ceci pourrait être expliqué par le fait que pendant 4 heures de contact le nombre de microcristaux dans le volume est maximal, mais pendant 20 heures de contact la plupart des microcristaux augmentent leur taille et précipitent, étant retirés lors de la filtration (réalisée avant les tests).

Les résultats obtenus dans cette étude montrent que l'effet de la réfrigération est le traitement de base en vue de l'assurance de la stabilité tartrique des vins jeunes.

## CONCLUSIONS

La précipitation de tartrate acide de potassium est un phénomène lent, qui dépend notamment de la température de stockage du vin, de sa composition colloïdale (protéines, polysaccharides, polyphénols), etc. Grâce aux sels tartriques le vin est sursaturé et risquent de précipiter en bouteille. Pendant la stabilisation des vins les paramètres de qualité des vins (l'acidité titrable, l'intensité chromatique, le contenu des composés phénoliques, le contenu d'acide tartrique et potassium) diminuent fortement. La réduction de l'intensité chromatique constitue  $23\div 40\%$ , pour le contenu de potassium de  $16,45\div 24\%$  et celle de l'acidité titrable de  $0,73\div 1,04\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Les résultats de cette étude ont mis en évidence le phénomène de stabilisation des composés d'arôme des vins jeunes par le traitement à la température de  $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$  en conditions de production. De plus, on a établi le schéma optimal de stabilisation des vins jeunes, qui inclue le refroidissement du vin à  $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$  ou à  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ , l'administration de la crème de tartre en dose de  $4\div 8\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ , le maintien à ces conditions jusqu'à la stabilisation et la filtration isotherme avant la mise en bouteille. Le processus décrit génère un produit sain et équilibré, de bonne valeur nutritionnelle et qualité organoleptique.



## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Prida, I.: Aspecte tehnologice la fabricarea noului asortiment de vinuri din Moldova, in: *Culegerea Conferinței științifico-practică cu participare internațională - "Vinul în mileniul III – probleme actuale în vinificație"* (Editor: Bumacov, V.), Ed. Universității Tehnice a Moldovei, Chișinău, **2011**, 149-150;
2. Maujean, A.: Traitement par le froid artificiel des vins en relation avec leur stabilisation vis-à-vis des troubles cristallins tartriques, in: *Les acquisitions récentes dans les traitements physiques du vin : incidences sur la composition chimique et les caractères organoleptiques des vins* (Editor: Doneche, B.), Technique et Documentation Lavoisier, Paris, **1994**, 81-101;
3. Vallée, D., Bagard, A., Bloy, C., Bloy, P., Bourde, L.: Appréciation de la stabilité tartrique des vins par la température de saturation-influence du facteur temps sur la stabilité (durée de stockage), *Revue Française d'Œnologie*, **1990**, **30** (126), 51-61;
4. Peinado, R.A., Moreno, J., Bueno, J.E., Moreno, J.A., Mauricio, J.C.: Comparative study of aromatic compounds in two young white wines subjected to pre-fermentative cryomaceration, *Food Chemistry*, **2004**, **84** (4), 585-590;
5. Carillo, M., Formato, A., Fabiani, A., Scaglione, G., Pucillo, G.P.: An inertizing and cooling process for grapes cryomaceration, *Electronic Journal of Biotechnology*, **2011**, **14** (6), <http://dx.doi.org/10.2225/vol14-issue6-fulltext-10>;
6. Ferenczi, S., Asvany, A., Erczhegyi, L.: Stabilisation des vins contre les précipitations tartriques par le froid, *Bulletin de l'O.I.V. - Office international de la vigne et du vin*, **1982**, **55** (613), 203-220;
7. Rhein, O., Nersdt, F.: Tartrate stabilization by the contact process, *American Journal of Enology and Viticulture*, **1979**, **30** (4), 265-271;
8. Ribéreau-Gayon, P., Glories, Y., Maujean, A., Dubourdieu, D.: *Traité d'œnologie. Tome II - Chimie du vin. Stabilisation et traitements*, 5ème édition, Dunod, Paris, **2004**;
9. Office International de la Vigne et du Vin (O.I.V.): *Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts*, Ed. O.I.V., Paris, **2005**.