

# Maîtrise de l'oxygène dissous : quel impact sur les sulfites ?

62

**RÉSUMÉ** L'addition de SO<sub>2</sub> est traditionnellement considérée comme une méthode efficace pour protéger le moût et le vin des réactions d'oxydation pendant la vinification. Elle est toutefois controversée et réglementée car le SO<sub>2</sub> peut provoquer des symptômes analogues à une allergie, et bénéficie de ce fait d'une image négative auprès des consommateurs en quête de vins plus « naturels ».

Des travaux menés conjointement avec l'Australian Wine Research Institute ont étudié l'impact de l'oxygène dissous lors de l'embouteillage sur la consommation de SO<sub>2</sub> pendant le vieillissement du vin. Deux cépages ont été embouteillés avec des taux d'O<sub>2</sub> variables (0,3 à 4,5 mg/L). Les quantités de SO<sub>2</sub> libre et de SO<sub>2</sub> total ont été analysées 4 semaines et 12 semaines après la mise en bouteille. Les résultats ont permis de quantifier la quantité de SO<sub>2</sub> consommée en fonction de l'intensité de l'exposition du vin à l'oxygène.

Il est donc recommandé d'éviter toute reprise d'O<sub>2</sub> au moment de l'embouteillage, étape critique après laquelle plus aucune « correction » n'est possible. C'est par une maîtrise des reprises d'O<sub>2</sub> sur l'ensemble du processus de vinification que la qualité globale du vin peut être assurée.

## MOTS CLÉS

SULFITES, OXYGÈNE DISSOUS, OXYDATION.

Dominique IBARRA  
Air Liquide - Centre de  
Recherche Claude-Delorme  
1 chemin de la Porte des Loges  
BP 126  
78354 Jouy-en-Josas Cedex  
01 39 07 61 89  
dominique.ibarra@airliquide.com



Dominique IBARRA

**ABSTRACT** The addition of sulfur dioxide is traditionally considered as an efficient method to protect must and wine against oxidation reactions during wine-making. However this practice is much debated and regulated due to the allergenic nature of SO<sub>2</sub>. It has a quite negative image in the opinion of consumers, looking for more « natural » products.

Work carried out in collaboration with the Australian Wine Research Institute assessed the influence of dissolved oxygen at bottling on SO<sub>2</sub> consumption during wine ageing. Two types of wine were bottled with different residual O<sub>2</sub> concentrations (0.3 to 4.5 mg/L). Free SO<sub>2</sub> and total SO<sub>2</sub> quantities were analysed at 4 and 12 weeks after bottling. Results allowed to assess the quantity of consumed SO<sub>2</sub> as a function of the oxygen exposure of wine.

Thus, it is of great importance to avoid any O<sub>2</sub> pick up during bottling. This stage is a critical one, after which no more « correction » is possible. The mastery of O<sub>2</sub> pick up all along the wine-making process is a necessity to ensure the overall wine quality.

## KEYWORDS

SULFUR DIOXIDE, DISSOLVED OXYGEN, OXIDATION.

## Control of dissolved oxygen: impact on sulfur dioxide



**L**e sulfitage est une pratique qui s'est généralisée, vraisemblablement depuis la fin du XVIIIe siècle (Ribéreau-Gayon *et al.*, 2004a), dans le but de stabiliser et protéger le vin aux différents stades de son élaboration et donc préserver sa qualité olfactive, aromatique et gustative ultime. Les propriétés antimicrobiennes des sulfites permettent de maîtriser les développements non souhaités de micro-organismes. De plus leur caractère antioxydant protège le vin des oxydations chimiques et enzymatiques. Trois formes de sulfites (SO<sub>2</sub>) sont autorisées au titre d'additifs au niveau européen: le dioxyde de soufre sous forme gazeuse ou liquide (E220), le métabisulfite de potassium (E224) ainsi que le sulfite acide de potassium (E228). Une mention indiquant la présence de SO<sub>2</sub> avait été rendue obligatoire sur l'étiquetage par la Directive 2003/89/CE du 10 novembre 2003 relative aux substances à l'origine d'allergies ou d'intolérances chez les consommateurs.

L'utilisation de ces additifs est en effet sujette à controverse. Les sulfites peuvent être toxiques sur le plan respiratoire et digestif (Navarre et Langlade, 2006). Si l'ampleur de ces phénomènes d'allergies et d'intolérances fait débat au sein de la communauté scientifique et des professionnels (Stockley, 2005), la suspicion des consommateurs, de plus en plus informés et tournés vers le « naturel », est bien établie.

L'utilisation de sulfites est de fait très encadrée par la législation. Ainsi le règlement CE n° 606/2009 de la commission du 10 juillet 2009 a abaissé les teneurs maximales en SO<sub>2</sub> total. Cette teneur est passée de 160 mg/L à 150 mg/L pour les vins rouges secs, et de 210 mg/L à 200 mg/L pour les vins blancs et rosés secs. Pour les vins à plus de 5 g/L de sucres, la teneur en SO<sub>2</sub> maximale est de 200 mg/L pour les vins rouges et 250 mg/L pour les blancs et les rosés.

De ce fait, toutes les stratégies permettant d'abaisser les quantités de sulfites à utiliser

63

## Maîtrise de l'oxygène dissous : quel impact sur les sulfites ?



traitement	O <sub>2</sub> dissous à l'embouteillage (mg/L)	Apport ultérieur d'O <sub>2</sub> dissous (mg/L)	Exposition totale à l'O <sub>2</sub> (mg/L)
O <sub>2</sub> faible	0,3	-	0,3
O <sub>2</sub> modéré	1,7	-	1,7
O <sub>2</sub> élevé	4,5	-	4,5
O <sub>2</sub> répété	1,7	5,2	6,9

tableau 1

Exposition du chardonnay à l'oxygène (moyennes sur 3 bouteilles).

traitement	O <sub>2</sub> dissous à l'embouteillage (mg/L)	Apport ultérieur d'O <sub>2</sub> dissous (mg/L)	Exposition totale à l'O <sub>2</sub> (mg/L)
O <sub>2</sub> faible	0,3	-	0,3
O <sub>2</sub> modéré	1,9	-	1,9
O <sub>2</sub> élevé	4,5	-	4,5
O <sub>2</sub> répété	1,9	4,3	6,2

tableau 2

Exposition du sauvignon blanc à l'oxygène (moyennes sur 3 bouteilles).

doivent être considérées. Pour ce faire, des travaux menés conjointement avec l'Australian Wine Research Institute ont étudié l'impact de l'oxygène dissous sur la consommation de SO<sub>2</sub> pendant le vieillissement du vin.

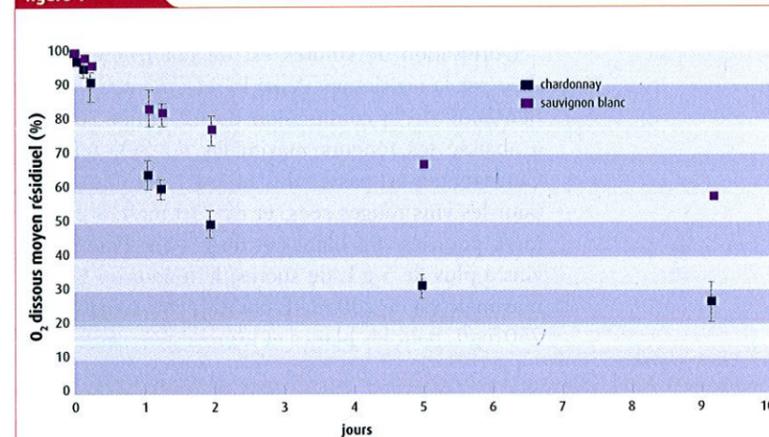
## MATÉRIEL ET MÉTHODES

## • Vins étudiés

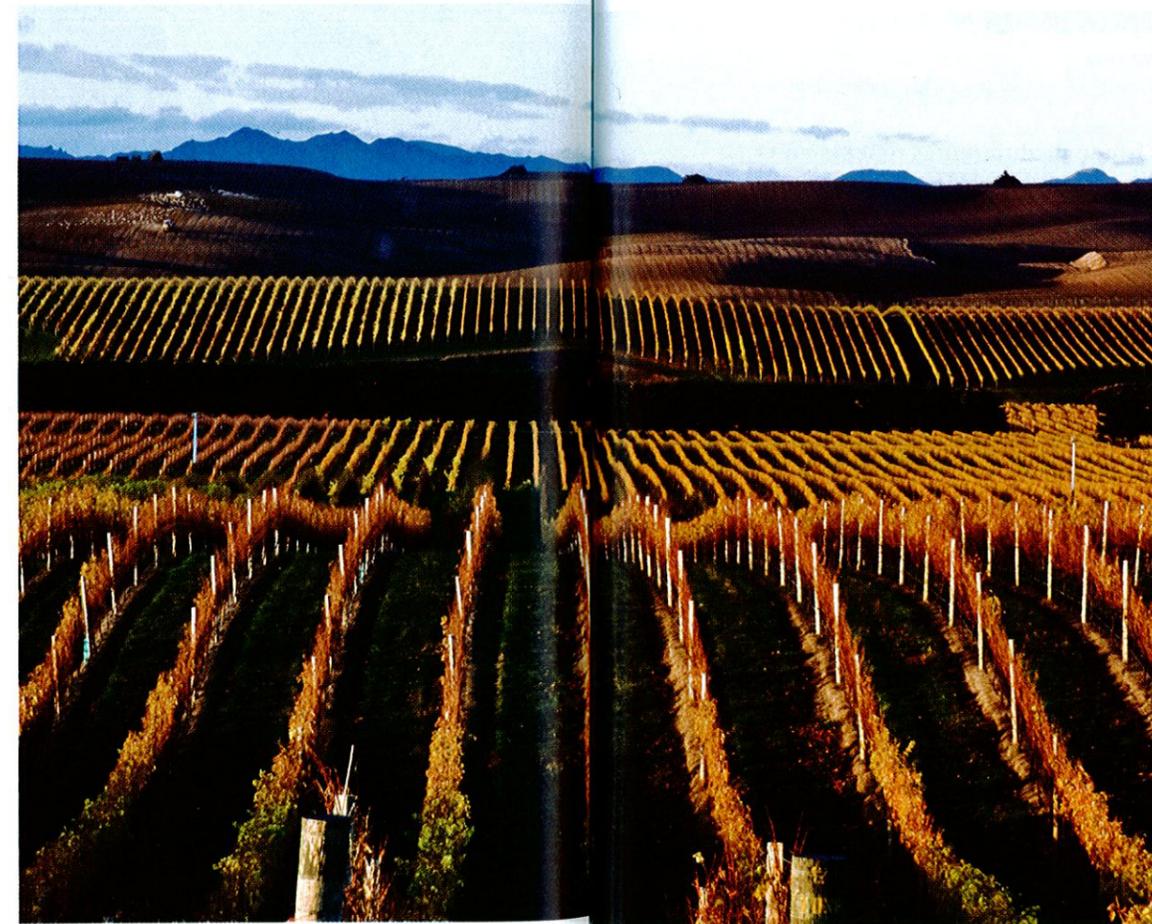
Chaque essai a porté sur 40 litres de vin fraîchement vinifié (Constellation Wines Australia, vendanges 2011) dont la teneur en SO<sub>2</sub> libre a été ajustée à 25 mg/l. Deux cépages ont été étudiés : chardonnay (12,7°) et sauvignon blanc (12,9°).

Cinétique de consommation de l'oxygène dans le chardonnay et le sauvignon blanc (moyennes sur 3 bouteilles).

figure 1

• Etude de la vitesse de consommation de l'oxygène dissous (O<sub>2</sub>)

Un lot de chardonnay et un lot de sauvignon blanc ont été conditionnés en bouteilles de 1,5 litres en verre vert (modèle Claret BVS, référence 30222, O-I) sans mesure de prévention contre l'incorporation d'oxygène. Ainsi la concentration en O<sub>2</sub> dissous en bouteille variait autour de 3 mg/L initialement. Les bouteilles ont été fermées avec des capsules à vis (30 x 60 Wak,



Guala Closures Group) équipées de joints étain/saran. Les vins ainsi embouteillés ont ensuite été stockés en cave, à l'abri de la lumière et à une température contrôlée de 16 °C. Un suivi de la teneur en O<sub>2</sub> dissous a été réalisé à 1h, 3h, 6h, 25h, 30h, 2 jours, 5 jours et 9 jours. A chaque temps, 3 échantillons ont été analysés pour le chardonnay et 3 pour le sauvignon blanc.

• Etude de différentes teneurs en oxygène dissous sur le SO<sub>2</sub>

Quatre teneurs en O<sub>2</sub> résiduel (« O<sub>2</sub> faible », « O<sub>2</sub> modéré », « O<sub>2</sub> élevé » et « O<sub>2</sub> répété ») ont été établies (tabl. 1 et 2), soit à l'aide d'une injection d'azote (Floxa<sup>TM</sup> - Advanced Product Supply Approach, Air Liquide) pour abaisser l'O<sub>2</sub> dissous, soit en favorisant les contacts avec l'air ou en ajoutant de l'oxygène pour en augmenter la valeur. Dans le cas de la condition « O<sub>2</sub> répété »,

traitement	O <sub>2</sub> résiduel (mg/L)	SO <sub>2</sub> libre (mg/L)			SO <sub>2</sub> total (mg/L)		
		T0	4 sem.	12 sem.	T0	4 sem.	12 sem.
O <sub>2</sub> faible	25	20	20	112	100	108	
O <sub>2</sub> modéré	25	18	16	112	96	103	
O <sub>2</sub> élevé	25	15	13	112	91	96	
O <sub>2</sub> répété	25	12	11	112	86	91	

tableau 3

Impact de l'exposition à l'O<sub>2</sub> dissous sur les teneurs en SO<sub>2</sub> - chardonnay (moyennes sur 3 bouteilles).

traitement	O <sub>2</sub> résiduel (mg/L)	SO <sub>2</sub> libre (mg/L)			SO <sub>2</sub> total (mg/L)		
		T0	4 sem.	12 sem.	T0	4 sem.	12 sem.
O <sub>2</sub> faible	24	22	20	164	168	164	
O <sub>2</sub> modéré	24	20	18	164	165	162	
O <sub>2</sub> élevé	24	15	12	164	154	153	
O <sub>2</sub> répété	24	15	11	164	158	150	

tableau 4

Impact de l'exposition à l'O<sub>2</sub> dissous sur les teneurs en SO<sub>2</sub> - sauvignon blanc (moyennes sur 3 bouteilles).

Les bouteilles utilisées pour conditionner le vin étaient des magnums en verre vert (modèle 1,5 litres Claret BVS, référence 30222, O-I). Elles ont été fermées avec des capsules à vis (30 x 60 Wak, Guala Closures Group) équipées de joints étain/saran. L'espace de tête de chaque bouteille a été balayé à l'azote avant bouchage pour éviter la reprise d'oxygène. Les vins ainsi embouteillés ont été stockés en cave, à l'abri de la lumière et à une température de 16 °C.

## ANALYSES

Dans les volumes de 40 litres, l'O<sub>2</sub> dissous a été mesuré par une sonde électrochimique Orbisphere 3650 (Hach). Les mesures d'O<sub>2</sub> dissous dans les bouteilles ont été réalisées avec un système non invasif Fibox 3 Trace (PreSens).

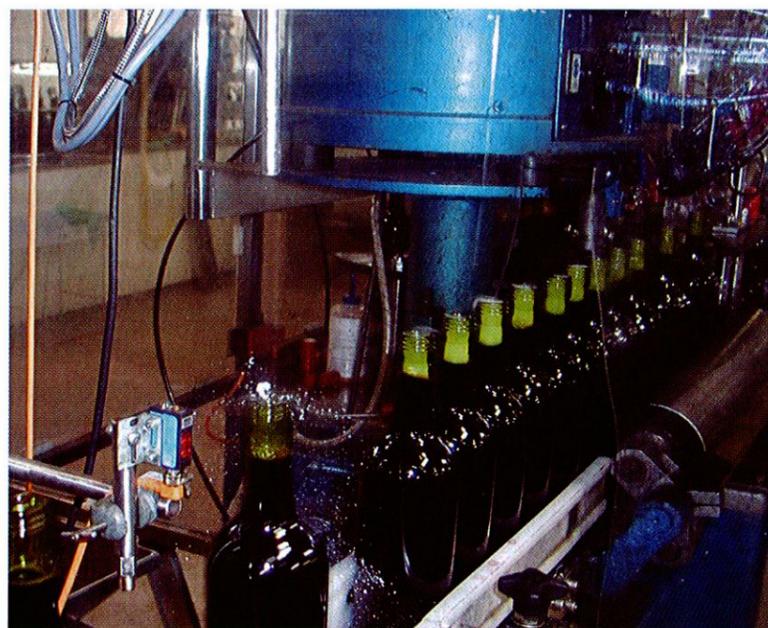
Les analyses de dioxyde de soufre libre et total ont été réalisées par le laboratoire de l'AWRI qui est accrédité NATA, à l'aide d'un système Quik-Chem<sup>®</sup> 8000 (Lachat Instrument). Les mesures ont été faites à 4 et 12 semaines.

Tous les résultats présentés sont la moyenne des valeurs obtenues sur 3 bouteilles.

4 apports d'air ont été réalisés au cours des 3 premières semaines de stockage. Ils ont eu lieu 3, 7, 11 et 21 jours après l'embouteillage dans le cas du chardonnay, et 2, 6, 10 et 20 jours après l'embouteillage dans le cas du sauvignon blanc. Ces temps d'exposition ont été déterminés de façon à laisser du temps à l'oxygène pour réagir entre 2 apports.

## Maîtrise de l'oxygène dissous : quel impact sur les sulfites ?

66



## RÉSULTATS

• Vitesse de consommation de l'O<sub>2</sub> dissous

Pour cette partie de l'étude, la teneur initiale en O<sub>2</sub> dissous (O<sub>2</sub>T<sub>0</sub>) était de l'ordre de 3mg/L. Afin de tenir compte de la variabilité de cette valeur, les résultats de consommation de l'O<sub>2</sub> présentés dans la figure 1 sont exprimés en pourcentage d'O<sub>2</sub> dissous restant par rapport à la valeur initiale :

$$\% \text{ d'O}_2 \text{ restant} = (\text{O}_2\text{T} / \text{O}_2\text{T}_0) \times 100$$

Les résultats montrent clairement que la cinétique de réaction de l'oxygène est variable selon

les cépages. Ainsi, l'O<sub>2</sub> réagit bien plus rapidement dans un chardonnay que dans un sauvignon blanc. Le chardonnay consomme 50% de l'O<sub>2</sub> en 2 jours, alors qu'il faut environ 10 jours au sauvignon blanc pour consommer la même quantité.

Tous les paramètres déterminant cette vitesse de consommation ne sont pas encore complètement élucidés à ce jour. Cependant, ils incluraient la teneur du vin en polyphénols et en SO<sub>2</sub>, mais également la teneur en ions métalliques (notamment le fer et le cuivre qui sont des catalyseurs d'oxydation) ainsi que l'historique des expositions à l'oxygène pendant sa vinification (Danilewicz, 2008 et Vivas *et al.*, 1993).

• Etude de différents teneurs en O<sub>2</sub> dissous sur les sulfites

Les tableaux 3 et 4 présentent l'évolution des teneurs en SO<sub>2</sub> libre et SO<sub>2</sub> total à 4 et 12 semaines de stockage en fonction de l'intensité de l'exposition du vin à l'oxygène. Ces résultats indiquent clairement que les teneurs en SO<sub>2</sub> libre et total diminuent dans le temps de manière plus importante lorsque la teneur en O<sub>2</sub> dissous est plus élevée.

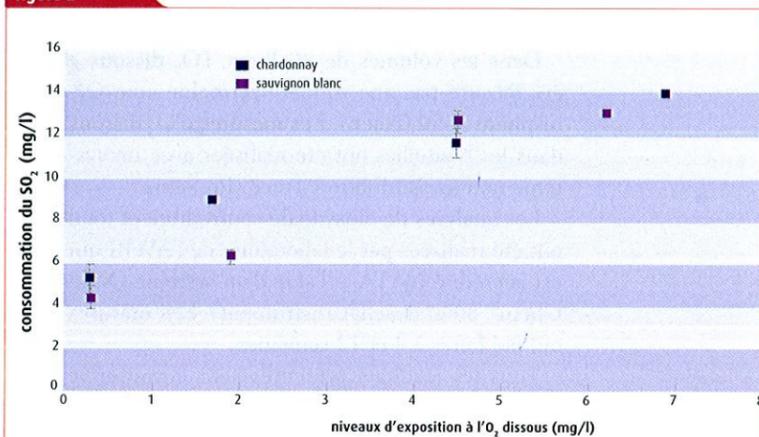
Les expositions « O<sub>2</sub> élevé » et « O<sub>2</sub> répété » aboutissent à une teneur en SO<sub>2</sub> libre résiduel d'environ 11 mg/L après 12 semaines de stockage, ce qui représente une perte de 50% environ de la teneur initiale.

En dessous de 10mg/L de SO<sub>2</sub>, les vins commencent en général à montrer des signes manifestes d'oxydation (Godden, 2001). En temps normal, une telle valeur ne serait pas atteinte car de l'anhydride sulfureux aurait été ajouté avant d'arriver à ce niveau de sulfites libres. Il est en effet conseillé de ne pas descendre en dessous de 15-20 mg/L de SO<sub>2</sub> libre (Biondi Bartolini *et al.*, 2008). Cette valeur seuil d'efficacité varie cependant selon le type de vin : 15 à 30 mg/L pour les vins rouges, 20 à 40 mg/L pour les blancs secs, et 40 à 60 mg/L pour les vins blancs moelleux et doux (Navarre et Langlade, 2006).

La figure 2 montre la relation linéaire qui existe entre le niveau d'exposition à l'oxygène et la consommation de SO<sub>2</sub> libre après 12 semaines pour le chardonnay et le sauvignon blanc. Celle-ci semble être la même quel que soit le cépage.

Relation entre niveau d'exposition à l'oxygène et consommation du SO<sub>2</sub> libre après 12 semaines de conservation (moyennes sur 3 bouteilles).

figure 2



67

## CONCLUSION

La maîtrise de l'oxygène dissous est donc un levier efficace pour limiter les ajouts de sulfites. Elle est d'autant plus importante que la production et l'élevage d'un vin comportent un nombre considérable d'étapes qui sont autant de points possibles de réintroduction d'oxygène. Biondi Bartolini *et al.*, 2008 ont fait une synthèse des nombreux travaux sur le sujet. De même, les vins expédiés en vrac pour lesquels les doses de SO<sub>2</sub> appliquées sont supérieures aux vins en bouteille (Navarre et Langlade, 2006), doivent faire l'objet d'une vigilance accrue dans la maîtrise de l'O<sub>2</sub> dissous.

Au-delà de ces résultats sur le SO<sub>2</sub>, d'autres études ont montré que la qualité d'un vin passe par une gestion raisonnée de l'oxygène tout au long du processus de vinification. On sait par exemple que l'oxygène se combine dans le vin et une oxydation trop importante ou mal maîtrisée

conduit à l'apparition de défauts organoleptiques tel que le caractère éventé d'un vin, notamment dû à la présence d'éthanal (Ribéreau-Gayon *et al.*, 2004b).

S'ils sont mis en œuvre de manière judicieuse, les gaz peuvent apporter une réponse appropriée à la gestion de l'oxygène dissous. Un audit de la ligne en oxygène dissous et gazeux (espace de tête des cuves et des bouteilles) est le point de départ essentiel pour pouvoir mettre en place de bonnes pratiques de gestion de l'oxygène aux endroits appropriés.

Plusieurs solutions sont envisageables en fonction de l'étape à maîtriser, de la performante désoxygénation en ligne à l'aide d'un gaz neutre (Pouchain et Cazorla, 2007) à l'injection d'azote lors de l'embouteillage, en passant par un inertage des cuves.

## BIBLIOGRAPHIE

- Biondi Bartolini A., Cavini F., De Basquat M., 2008. Oxygène et vin, du rôle de l'oxygène à la technique de micro-oxygénation. Parsec Edition, Italie, 294 p.
- Danilewicz, J.C., Seccombe J.T., Whelan J., 2008. Mechanism of interaction of polyphenols, oxygen, and sulfur dioxide in model wine and wine. *American Journal of Enology and Viticulture*. **59** (2), 128-136.
- Godden P., Francis L., Field J., Gishen M., Coulter A., Valente P., Høj P. and Robinson E., 2001. Wine bottle closures: physical characteristics and effect on composition and sensory properties of a Semillon wine, 1. Performance up to 20 months post-bottling. *Australian Journal of Grape and Wine Research*. **7** (2), 64-105.
- Navarre C. et Langlade F., 2006. L'œnologie, 6e édition. Lavoisier, Paris, 429 p.
- Pouchain O. et Cazorla P., 2007. Maîtrise des gaz dissous, exemple de l'oxygène. *Revue des Œnologues*. **125**, 56-60.
- Ribéreau-Gayon P., Dubourdiou D., Donèche B. et Lonvaud A., 2004a. Traité d'œnologie, 1. Microbiologie du vin, Vinifications, 5e édition. Dunod, Paris, 661 p.
- Ribéreau-Gayon P., Glories Y., Maujean A. et Dubourdiou D., 2004b. Traité d'œnologie, 2. Chimie du vin, stabilisation et traitements, 5e édition. Dunod, Paris, 566 p.
- Stockley C., 2005. Sulfur dioxide and the wine consumer. *Australian and New Zealand Grapegrower and Winemaker*. **501**, 73-76.
- Vivas N. et Glories Y., 1993. Les phénomènes d'oxydoréduction liés à l'élevage en barrique des vins rouges: aspects technologiques. *Revue française d'œnologie*. **142**, 33-38.