



HAL
open science

Évaluation du risque d'oxydation prématurée des vins blancs de Bourgogne par voltamétrie linéaire de balayage et impacts de différents itinéraires techniques

Solène Panigai

► **To cite this version:**

Solène Panigai. Évaluation du risque d'oxydation prématurée des vins blancs de Bourgogne par voltamétrie linéaire de balayage et impacts de différents itinéraires techniques. *Agronomie*. 2020. dumas-03641109

HAL Id: dumas-03641109

<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-03641109v1>

Submitted on 14 Apr 2022

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE



MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES

présenté pour l'obtention du

DIPLÔME D'INGÉNIEUR AGRONOME

option : Viticulture Œnologie

Stage d'expérimentation en œnologie

Évaluation du risque d'oxydation prématurée des vins blancs de Bourgogne par voltamétrie linéaire de balayage et impacts de différents itinéraires techniques.

par

Solène Panigai

Année de soutenance : 2020

Organisme d'accueil : Bureau Interprofessionnel des Vins de Bourgogne

MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE



MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES

présenté pour l'obtention du

DIPLÔME D'INGÉNIEUR AGRONOME

option : Viticulture Œnologie

Stage d'expérimentation en œnologie

Évaluation du risque d'oxydation prématurée des vins blancs de Bourgogne par voltamétrie linéaire de balayage et impacts de différents itinéraires techniques.

Mémoire préparé sous la direction de :
Aurélie Roland

Organisme d'accueil : Bureau
Interprofessionnel des Vins de Bourgogne

Présenté le : 4 décembre 2020

Maître de stage : Héroïse Mahe

RESUME

La compréhension du problème d'oxydation prématurée des vins blancs et le pilotage de leur longévité est un enjeu majeur de la filière vitivinicole bourguignonne. Le Bureau Interprofessionnel des Vins de Bourgogne s'est emparé de cette problématique en lançant un plan d'action spécifique faisant participer en 2020, à la fois la recherche et un réseau de 34 caves pilotes comme support expérimental. Les polyphénols jouent un rôle majeur et complexe sur la stabilité oxydative du vin. Afin d'évaluer rapidement les composés phénoliques et leur évolution aux différentes étapes de la vie du vin, cette étude a utilisé la voltamétrie linéaire de balayage *via* l'apport de l'outil NomaSense PolyScan™, à deux stades critiques du processus d'élaboration du vin : le pressurage et la mise en bouteilles. Dans un premier temps, cette étude a permis de mettre en évidence une diversité de pratiques sur le territoire bourguignon. À la mise en bouteilles, l'étude a révélé une légère majorité de vins sensibles à l'oxydation et a initié la construction d'une vithèque avec le prélèvement de 17 lots différents de bouteilles pour un suivi dans le temps. Les valeurs de polyphénols sur cuves finales, en fin de pressurage, ont témoigné d'un véritable impact de la gestion du SO₂ et des opérations pré-pressurages (fouillage, mode de récolte). Enfin, cette étude a permis de catégoriser les pressoirs en 3 classes différenciées par leurs teneurs moyennes en polyphénols et leurs dynamiques d'extraction et d'oxydation au cours du pressurage. La caractérisation de chaque classe de pressoirs donne la possibilité de prédire en fonction des pratiques pré-fermentaires effectuées, sur quel échelon du risque oxydatif pourrait se trouver la matrice vin en fin de pressurage.

Mots clés : oxydation prématurée, potentiel longévité, composés phénoliques, vins blancs, Bourgogne, opérations pré-fermentaires, réseau, voltamétrie

ABSTRACT

Title : Evaluation of the risk of premature oxidation of Burgundy white wines by linear scanning voltametry and impacts of different technical processes

Understanding the problem of premature oxidation of white wines and controlling their longevity is a major challenge for the Burgundian wine industry. The Bureau Interprofessionnel des Vins de Bourgogne has taken up this issue by launching a specific action plan involving both research and a network of 34 pilot cellars as experimental support in 2020. Polyphenols play a major and complex role in the oxidative stability of wine. In order to rapidly evaluate phenolic compounds and their evolution at different stages of the wine life, this study used linear scanning voltametry via the NomaSense PolyScan™ tool at two critical stages of the winemaking process: pressing and bottling. First, this study highlighted a diversity of practices on the Burgundian territory. At bottling, the study revealed a slight majority of wines sensitive to oxidation and initiated the construction of a wine library with the sampling of 17 different batches of bottles for monitoring over time. The polyphenol values in the final tanks at the end of pressing showed a real impact of SO₂ management and pre-pressing operations (crushing, harvesting method). Finally, this study allowed to categorize the presses into 3 classes differentiated by their average polyphenol contents and their extraction and oxidation dynamics during pressing. The characterization of each class of presses makes it possible to predict, according to the pre-fermentation practices carried out, on which level of oxidative risk the wine matrix could be at the end of pressing.

Key words: premature oxidation, longevity potential, phenolic compounds, white wines, Burgundy, pre-fermentary operations, network, voltametry

REMERCIEMENTS

Je remercie le pôle technique du BIVB de m'avoir accueilli et fait confiance durant ces 6 mois d'expérience en Bourgogne. J'ai été heureuse de découvrir une équipe dynamique, créative et positive, qui m'a permis d'exprimer le meilleur de moi-même durant mon stage.

Je tenais à remercier tout particulièrement Héloïse Mahé qui m'a recruté et encadré. Elle a su me donner des conseils précieux, m'apporter des connaissances dans de nombreux domaines et m'apporter le recul nécessaire à l'entrée dans le monde professionnel.

Je remercie chaleureusement Christine Pascal et Emmanuel Brenon de l'équipe Vinventions pour le temps qu'ils ont pris dans la mise en place et dans le bon déroulement du projet VOLTA, ainsi que pour leur expertise dans l'interprétation des données.

Un grand merci également à l'ensemble des vigneronns du réseau VOLTA qui m'ont permis de découvrir la Bourgogne dans toute sa diversité, à travers ses paysages, ses vins, ses pratiques, ses traditions et ses Hommes. J'ai eu la chance de faire de formidables rencontres et de mieux comprendre les enjeux actuels du monde viticole bourguignon.

Enfin, je remercie ma tutrice de stage, Aurélie Roland, pour sa disponibilité et les conseils qu'elle a pu me prodiguer pendant ma période de stage.

TABLE DES MATIERES

RESUME	2
ABSTRACT	3
REMERCIEMENTS	4
TABLE DES MATIERES	5
TABLE DES ILLUSTRATIONS.....	6
SIGLES ET ACRONYMES.....	8
INTRODUCTION	9
Partie 1 : Étude bibliographique.....	11
1. Contexte de l'étude : Le vignoble de Bourgogne, un vignoble prestigieux reconnu mondialement et construit autour de deux cépages emblématiques.....	11
2. Origine et mécanismes d'oxydation dans le moût et le vin blanc.....	11
2.1 L'oxygène et son comportement vis-à-vis du vin : mécanismes de dissolution et de consommation d'O ₂	11
2.2 Les polyphénols, principaux substrats d'oxydation du vin.....	12
2.2.1. Les composés non-flavonoïdes.....	12
2.2.2. Les composés flavonoïdes.....	13
2.3 L'oxydation enzymatique.....	13
2.4 L'oxydation chimique.....	14
2.4.1. Formation et réactivité des quinones avec les composants du moût et du vin.....	14
2.4.2. Réactivité du radical hydroxyle et formation de composés carbonylés et cétoacides.....	15
3. L'oxydation prématurée des vins blancs.....	15
3.1 Définition de l'oxydation prématurée et du capital vieillissement d'un vin.....	15
3.2 Les marqueurs de qualité et de défaut des vins de garde.....	15
4. Méthodes utilisées pour anticiper l'aptitude au vieillissement d'un vin blanc.....	16
4.1 Tableau comparatif des différentes méthodes existantes à ce jour.....	16
4.2 Voltamétrie linéaire de balayage à l'origine de la technologie Vinventions	18
5. Les solutions actuelles pour lutter contre les risques d'oxydation.....	19
5.1 Les antioxydants exogènes.....	19
5.1.1. L'anhydride sulfureux.....	19
5.1.2. Le glutathion.....	20
5.1.3. L'acide ascorbique	20
5.2 Oxygénation et collage du moût.....	20
5.3 Obturateurs « technologiques » et emploi de gaz inertes.....	21
Partie 2 : Matériel et méthodes.....	22
1. Construction du réseau partenaire.....	22
2. Animation du réseau et retours individuels aux domaines.....	22
3. Établissement des protocoles de mesure.....	22
3.1 Présentation chronologique des mesures effectuées suivant l'étape de vie du vin.....	22
3.2 Protocoles de mesure pour chaque étape de suivi.....	23
4. Établissement des fiches de renseignements nécessaires au paysage des mesures.....	23
5. Mise en place des dégustations	23
6. Tests statistiques utilisés.....	23

Partie 3 : Résultats et discussions	24
1. État des lieux de la sensibilité à l'oxydation des vins au moment de la mise en bouteille grâce aux TE et suivis des lots par dégustation.....	24
2. État des lieux des pratiques au pressurage.....	26
2.1 Étude du potentiel de la vendange et du process de récolte par les valeurs en phase de remplissage, avant pressurage.....	26
2.2 Étude des valeurs sur cuve de débouillage.....	28
2.3 Classification des pressoirs et étude de leur conduite pour expliquer des teneurs et évolutions de PhenOx et EasyOx au pressurage.....	31
2.3.1. Classement des pressoirs.....	31
2.3.2. Caractéristiques et pratiques communes les plus fréquentes pour chaque catégorie.....	32
CONCLUSION ET PERSPECTIVES	35
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	36
SOMMAIRE DES ANNEXES	39

TABLE DES ILLUSTRATIONS

Figure 1. Les chiffres clés de la Bourgogne viticole	11
Figure 2. Les chiffres clés du marché des vins de bourgogne	11
Figure 3. Les différentes classes de composés phénoliques et leur réactivité oxydative.....	12
Figure 4. Mécanisme de formation de espèces oxygénées réactives (EOR)	12
Figure 5. Réaction de Fenton	12
Figure 6. Structure chimique des composés flavonoïdes.....	13
Figure 7. Caractère fortement réducteur de la position ortho du groupement hydroxyle	13
Figure 8. Potentiels d'oxydation de différents composés phénoliques du vin	13
Figure 9. Activité enzymatique du moût	13
Figure 10. Mécanismes de l'oxydation principalement enzymatique des moût	14
Figure 11. Formation et réactions des quinones avec les composés du moût et du vin	14
Figure 12. Réactivité du radical hydroxyle et formation de nouveaux composés	15
Figure 13. Exemple de voltamogramme obtenu avec le PolyScan	18
Figure 14. Les différentes formes du SO ₂	19
Figure 15. Mécanismes d'oxygénation du moût	20
Figure 16. Les différentes sources d'oxygène dans une bouteille	21
Figure 17. Perméabilité des différents types d'obturateurs	21
Figure 18. Chronologie des différentes mesures effectuées au sein du réseau	22
Figure 19. Résultat de sensibilité à l'oxydation des vins testés avant mise en bouteilles sur différents sites du réseau.....	24
Figure 20. Suivi d'oxygène total moyen en bouteille sur 17 lots pendant l'étape de mise	25
Figure 21. Diversité des pratiques du réseau au moment de la vendange, avant le pressurage	26
Figure 22. Impact du sulfitage de la vendange sur la teneur en PhenOx	26
Figure 23. Impact du sulfitage de la vendange sur la teneur en EasyOx	26
Figure 24. Impact du type de récolte sur la teneur en PhenOx	26
Figure 25. Impact du foulage sur la teneur en EasyOx	26
Figure 26. Impact du niveau d'appellation sur la teneur en polyphénols des jus de goutte	27
Figure 27. Impact du niveau de maturité sur la teneur en EasyOx du jus de goutte	27
Figure 28. Effet site sur la teneur en polyphénols des jus de goutte	27
Figure 29. Effet site sur la teneur en composés facilement oxydables des jus de goutte	27
Figure 30. Diversité des pressoirs et des cycles utilisés	28
Figure 31. Diversité des pratiques de sulfitage au pressurage	28

Figure 32. Impact des étapes pré-pressurage sur la teneur en PhenOx de la cuve finale	28
Figure 33. Impact des étapes pré-pressurage sur la teneur en PhenOx de la cuve finale	28
Figure 34. Impact du sulfitage sur la teneur en PhenOx de la cuve finale	29
Figure 35. Impact du sulfitage sur la teneur en EasyOx de la cuve finale	29
Figure 36. Impact du sulfitage de la vendange sur la teneur en PhenOx de la cuve	29
Figure 37. Impact du sulfitage de la vendange sur la teneur en EasyOx de la cuve	29
Figure 38. Impact du sulfitage à la maie sur la teneur en PhenOx de la cuve	29
Figure 39. Impact du sulfitage à la maie sur la teneur en EasyOx de la cuve	29
Figure 40. Impact du sulfitage en cuve sur la teneur en PhenOx de la cuve	30
Figure 41. Impact du sulfitage en cuve sur la teneur en EasyOx de la cuve	30
Figure 42. Influence du nombre de rebêches sur la teneur en PhenOx de la cuve finale	30
Figure 43. Influence du type de récolte sur la teneur en EasyOx de la cuve finale	30
Figure 44. Influence du foulage sur la teneur en EasyOx de la cuve finale	30
Figure 45. Influence du type de cycle de pressurage sur la teneur en EasyOx de la cuve finale	30
Figure 46. Cercle des corrélations	31
Figure 47. Schéma de la méthode de classification ascendante hiérarchique	31
Figure 48. Représentation spatiale des 3 classes de pressoirs	31
Figure 49. Positionnement des classes de pressoirs au regard du PhenOx moyen	31
Figure 50. Positionnement des classes de pressoirs au regard du PhenOx moyen de début de cycle	31
Figure 51. Positionnement des classes de pressoirs au regard du PhenOx au cours du pressurage ...	31
Figure 52. Exemple de pressoir caractéristique de la classe a-.....	32
Figure 53. Exemple de pressoir caractéristique de la classe b-	32
Figure 54. Exemple de pressoir caractéristique de la classe c-.....	32
Figure 55. Impact du niveau de maturité sur le classement des pressoirs	32
Figure 56. Effet du sulfitage sur les PhenOx en cuve en fonction du classement des pressoirs	33
Figure 57. Effet du foulage sur l'évolution des PhenOx en fonction du classement des pressoirs	33
Figure 58. Effet du type de cycle sur l'évolution des PhenOx en fonction du classement des pressoirs	34
Tableau 1. Les différents types d'oxydation	15
Tableau 2. Marqueurs aromatiques identifiés dans l'oxydation précoce des vins blancs	16
Tableau 3. Les différentes méthodes utilisées pour anticiper l'aptitude au vieillissement des vins blancs	17
Tableau 4. La diversité et la répartition du réseau VOLTA sur le territoire bourguignon.....	22
Tableau 5. Traitements statistiques réalisés pour la partie résultats et discussions de ce rapport	23
Tableau 6. P-value des différentes régressions linéaires réalisées sur les variables maturité	27

Tableau 7. Proportion d'utilisation du sulfitage pendant le process pour chaque classe	33
Tableau 8. Proportion de pressoirs foulés pour chaque classe	33
Tableau 9. Proportion de chaque type de récolte pour chaque classe	34
Tableau 10. Proportion de chaque type de cycle pour chaque classe	34

SIGLES ET ACRONYMES

ABTS : Acide 2,2'-azino-bis(3-éthylbenzothiazoline-6-sulphonique)

ACP : Analyse en Composantes Principales

AT : Acidité Totale

BIVB : Bureau Interprofessionnel des Vins de Bourgogne

COEB : Centre Œnologique de Bourgogne

CUPRAC : Cupric Reducing Antioxidant Capacity

DO : Dissolved Oxygen (Oxygène dissous)

DPPH : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl

EOR : Espèces Oxygénées Réactives

FRAP : Ferric Reducing Antioxidant Power

GRP : Grape Reaction Product

GSH : Glutathion

HPLC : High Performance Liquid Chromatography (chromatographie en phase liquide à haute performance)

HSO : Headspace Oxygen (Oxygène de l'espace de tête)

ISVV : Institut des Sciences de la Vigne et du Vin

ORAC : Oxygen Radical Absorption Capacity

OTR: Oxygen Transfer Rate

PPO : Polyphénol oxydase

RPE : Résonance Paramagnétique Électronique

S/A : rapport sucre sur acide

TAP : Titre Alcoométrique Potentiel

TE : Tendance d'évolution

TPO : Total Package Oxygen (Oxygène total)

VDF : Vin de France

INTRODUCTION

L'oxydation prématurée des vins blancs de Bourgogne concerne depuis les années 1990 les vigneronns et les acteurs de la filière car ce phénomène, encore mal connu, impacte directement l'aptitude de garde d'un vin. La question du quand et du comment le capital vieillissement d'un vin se constitue est peu résolue et repose sur un équilibre complexe de composés influencés par des modalités pratiques, qui interagissent entre elles : conditions de maturation des raisins, date de récolte, vinification, élevage des vins, conditionnement, conservation, etc. La complexité de ce phénomène d'oxydation n'a pas permis aux recherches et essais menés jusqu'à présent d'aboutir à une meilleure compréhension de ce défaut.

Afin d'apporter des solutions concrètes au problème de longévité des vins blancs, le pôle technique et qualité du Bureau Interprofessionnel des Vins de Bourgogne (BIVB) a lancé un plan d'action spécifique dès 2019 dans l'objectif de créer un outil de diagnostic précoce permettant de prévoir l'apparition du défaut d'oxydation prématuré. Créé en 1989, le BIVB rassemble tous les vigneronns et négociants de Bourgogne. Son rôle est de les représenter et de défendre leurs intérêts en définissant la politique des vins de Bourgogne et en travaillant sur les problèmes qualitatifs et quantitatifs liés à la production, à la commercialisation et à la communication des vins. Parmi ses missions opérationnelles, l'interprofession se doit de doter les entreprises de la filière d'outils d'aide à la décision sur le plan technique, économique et promotionnel.

Dans le cadre de l'étude sur l'oxydation prématurée, un cahier des charges précis sur la problématique et sur l'outil recherché a été élaboré par un groupe de travail, composé de professionnels et de techniciens œnologues. Un appel à projet, ouvert à l'international, au public comme au privé, a par la suite été lancé par le BIVB. Il a mené à la réception de plusieurs candidatures, dont 3 ont été sélectionnées : un projet mené par Alexandre Pons à l'institut des Sciences de la Vigne et du Vin (ISVV), un deuxième conduit en Suisse à l'école de Changins par l'équipe de Benoît Bach et enfin une candidature de l'entreprise Vinventions. C'est le projet de l'équipe de Vinventions qui a été retenu pour amorcer l'étude avec l'utilisation du PolyScan, outil prédictif innovant déjà commercialisé et permettant de déterminer la teneur en polyphénols totaux facilement oxydables dans le moût et les vins. Dans ce projet, renommé projet VOLTA, il est tout de même question de travailler en parallèle sur les outils développés par l'ISVV et l'école de Changins *via* l'envoi d'échantillon afin d'enrichir et de croiser les données récoltées.

L'objectif de mon stage est de participer au lancement de ce projet VOLTA en créant tout d'abord un réseau de caves pilotes, représentatives du terroir bourguignon et lieux d'expérimentation pour l'évaluation de l'outil PolyScan. Il m'a ensuite été confiée l'élaboration des cahiers de protocole, la prise en charge des mesures sur l'ensemble des sites pendant les mises en bouteilles, les pressurages et le débouillage. Enfin, il m'a été demandé d'organiser les dégustations et d'animer le réseau VOLTA durant toute ma période de stage.

Cette étude, qui confronte directement l'outil PolyScan au terrain, doit permettre d'évaluer le risque d'oxydation et le potentiel de garde des vins blancs de Bourgogne aux différentes étapes de leur itinéraire technique. L'idée de travailler en réseau, résulte d'une volonté de se confronter à la réalité des diverses pratiques de vinifications, qui ont lieu dans de multiples environnements.

Dans une première partie de ce rapport, après un court rappel du contexte de la viticulture bourguignonne, nous ferons un état des lieux des connaissances actuelles sur l'oxydation des vins blancs. Nous verrons ensuite comment l'étude s'est progressivement mise en place ainsi que les mesures, les outils et les tests statistiques utilisés. Enfin, nous analyserons l'ensemble des résultats et tenterons de mettre en lumière les premières conclusions quant à la pertinence de l'outil PolyScan dans le diagnostic de l'oxydation prématurée des vins blancs de Bourgogne et plus largement, dans l'étude de leur potentiel de longévité.

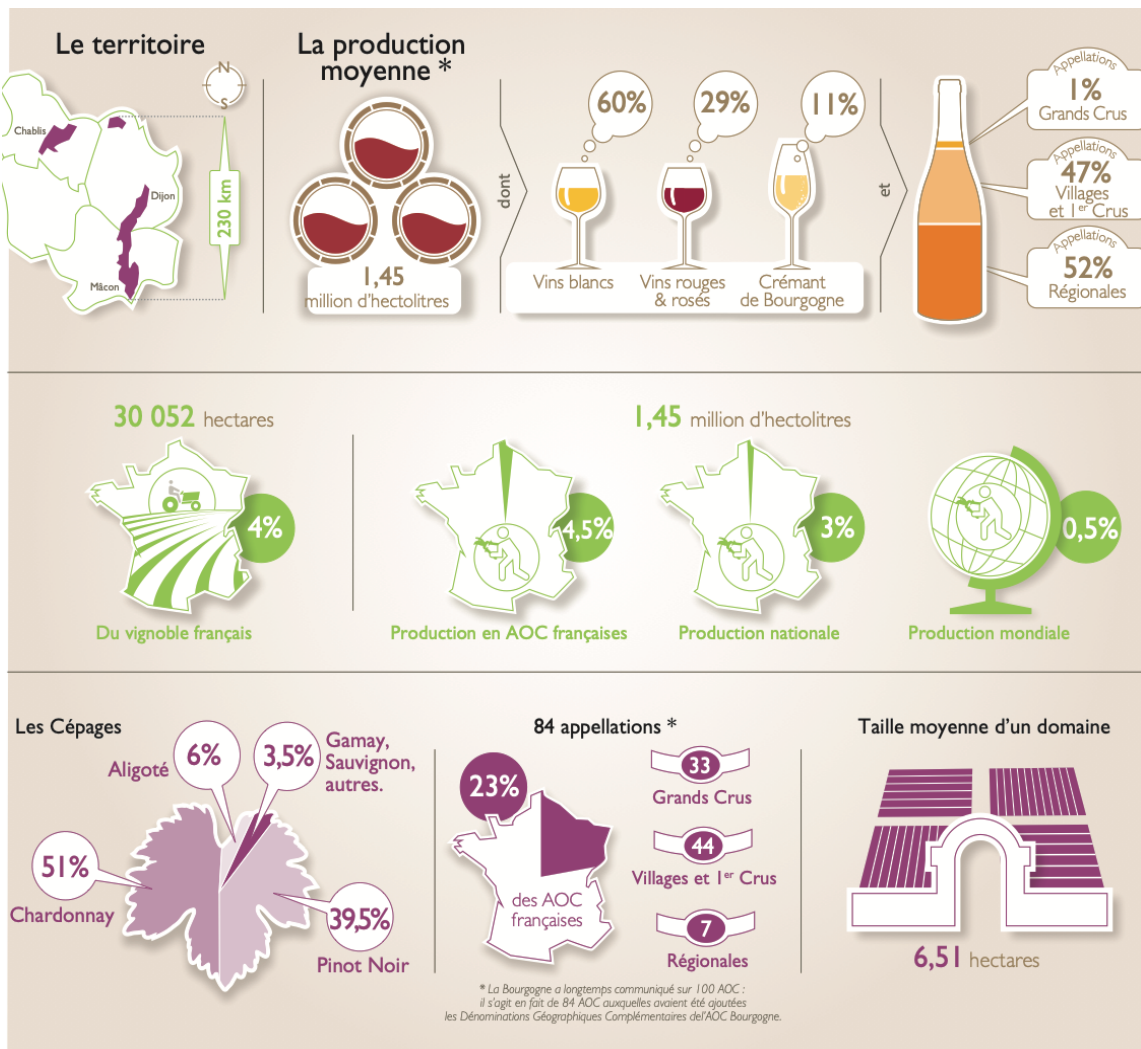


Figure 1. Les chiffres clés de la Bourgogne viticole (BIVB, 2020)

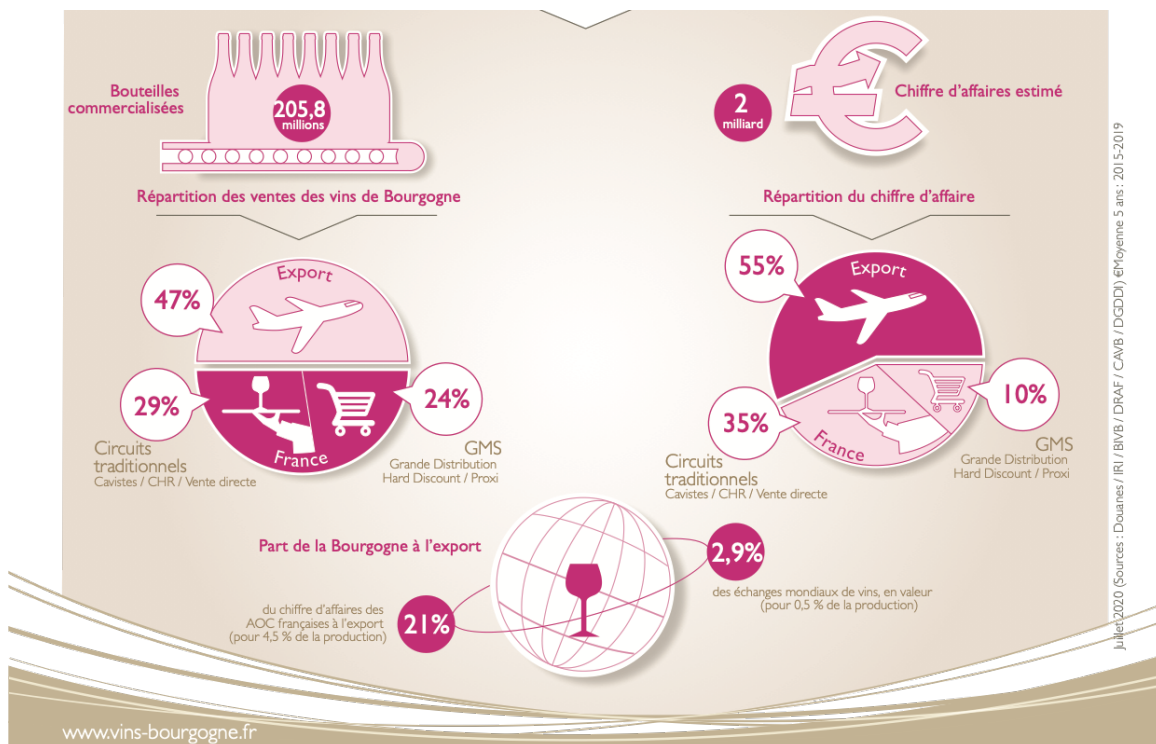


Figure 2. Les chiffres clés du marché des vins de Bourgogne (BIVB, 2020)

Partie 1 : Étude bibliographique

1. Contexte de l'étude : Le vignoble de Bourgogne, un vignoble prestigieux reconnu mondialement et construit autour de deux cépages emblématiques.

La Bourgogne vinifie principalement deux cépages : le Pinot noir et le Chardonnay (**Figure 1**). Les vins sont hiérarchisés de façon pyramidale en différentes appellations. La moitié est classée en appellation villages, Premier Cru ou Grand Cru (**Figure 1**). Parmi les 205,8 millions de bouteilles produites chaque année (**Figure 2**), soit 0,5 % de la production vinicole mondiale (**Figure 1**), presque la moitié part à l'exportation (**Figure 2**). Ces vins, marqués par une histoire riche sont une référence incontournable et absolue pour la production de Chardonnay et de Pinot Noir. Ils connaissent une très forte médiatisation et possèdent une forte valeur ajoutée. La recherche constante de qualité est obligatoire et le vieillissement prématuré des vins blancs représente une réelle problématique dans cette région, vitrine pour le monde entier, où les enjeux à la fois économiques et d'image sont de taille.

2. Origine et mécanismes d'oxydation dans le moût et le vin blanc

2.1. L'oxygène et son comportement vis-à-vis du vin : mécanismes de dissolution et de consommation d'O₂

L'oxydation est le processus chimique au cours duquel un atome ou une molécule perd un électron par réaction avec de l'oxygène. En œnologie, l'oxygène joue un rôle capital. Il est essentiel au bon déroulement des fermentations alcooliques et est à l'origine de qualités organoleptiques reconnues comme une diminution de l'astringence dans le cas d'une oxydation modérée (Castellari *et al.*, 1998). Cependant, lorsque son apport est mal maîtrisé, il peut devenir un véritable ennemi en entraînant des phénomènes d'oxydation à l'origine de l'apparition de défauts ou de la disparition de certains composés aromatiques intéressants œnologiquement, et cela, de façon plus ou moins irréversible.

L'oxygène évolue dans le vin selon deux processus : sa dissolution et sa consommation. Il y est dissous en quantité variable tout au long des étapes de vinification et d'élevage puis est consommé par les différents composés chimiques et microbiologiques de la matrice vin.

La dissolution de l'oxygène dans le vin : L'air ambiant est constitué à 21% d'oxygène. La diffusion d'O₂ dans le vin se fait progressivement jusqu'à atteindre un équilibre de saturation par rapport à l'air. À 20°C, cet équilibre est atteint quand le vin contient 8,6 mg/L d'oxygène dissous (Singleton, 1987). Les pics d'enrichissement du vin en oxygène se font au cours des phases dynamiques, au moment des pompages, des soutirages, de la mise en bouteille et lors des traitements comme la stabilisation tartrique ou la filtration (Vivas, 1999).

La consommation de l'oxygène par les composants de la matrice vin : Il existe 3 grandes voies de consommation de l'oxygène qui interviennent plus ou moins successivement dans la vie du moût et du vin. Dans un premier temps, la consommation de l'oxygène se fait majoritairement par voie enzymatique, dans le moût. Au cours de la fermentation alcoolique, les enzymes étant inactivées, ce sont les levures qui l'utilisent pour leur métabolisme. L'oxygène sera ensuite consommé au cours de diverses réactions chimiques dans le vin pendant son élevage. Les besoins en oxygène nécessaires à l'activité fermentaire de la levure oscillent entre 5 et 10 mg/L (Sablayrolles, 1990). Au-delà de cet apport, il y a risque d'oxydation.

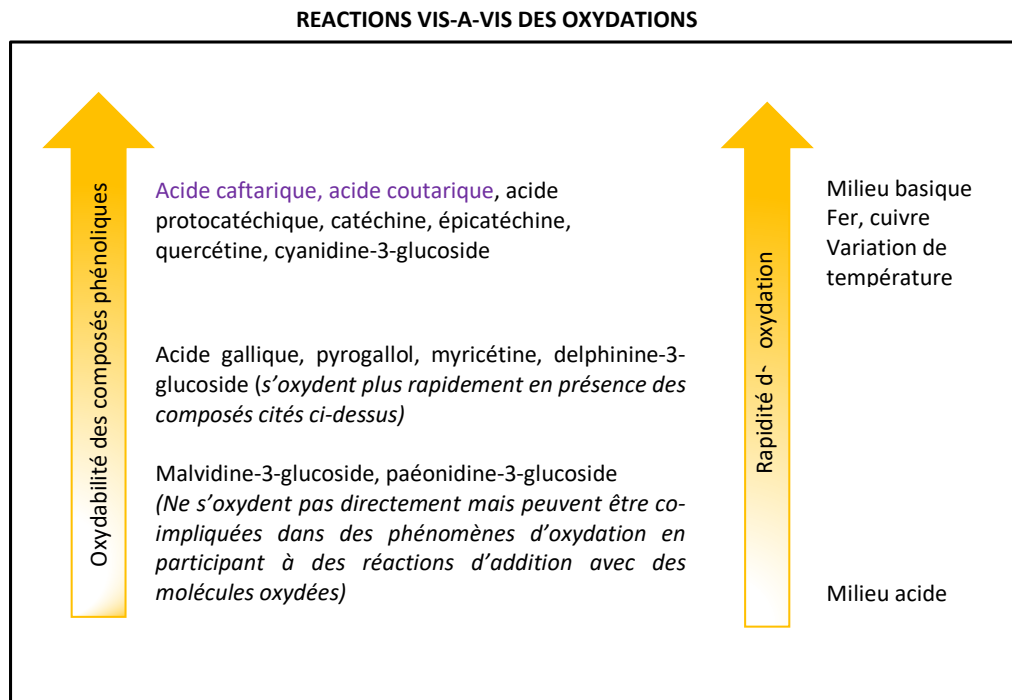
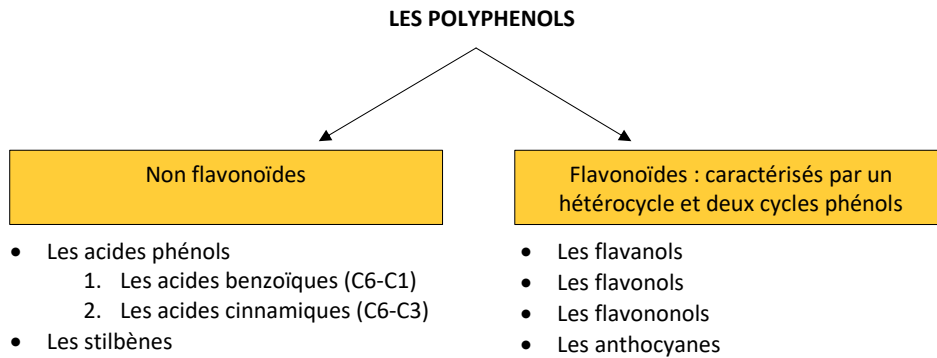


Figure 3. Les différentes classes de composés phénoliques et leur réactivité oxydative (Ribéreau-Gayon, 2012)

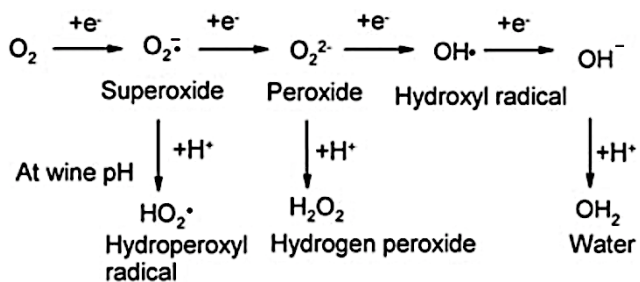


Figure 4. Mécanisme de formation de Espèces Oxygénées Réactives (EOR) (Waterhouse et Laurie, 2006)

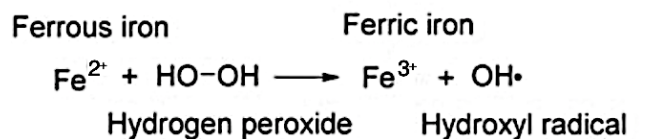


Figure 5. Réaction de Fenton (Waterhouse et Laurie, 2006)

La température a un rôle majeur dans les phénomènes de diffusion et de consommation d'O₂ dans le vin. Les faibles températures augmentent la dissolution d'O₂ et les hautes températures favorisent sa consommation (Vivas, 1999). Il est donc important de faire attention aux variations de températures car elles provoquent des cycles répétés de dissolution puis de consommation d'oxygène (**Figure 3**).

La cinétique de diffusion de l'oxygène est constante quel que soit le vin mais sa consommation avant saturation, ainsi que le temps nécessaire pour atteindre cet état, dépendent de la composition du milieu. Cette consommation dépend principalement de la concentration en polyphénols mais aussi de la présence en Fer et en Cuivre qui sont des catalyseurs ou initiateurs dans les réactions d'oxydation (Singleton, 1987 ; Cacho *et al.* 1995). En effet, la réaction directe entre l'oxygène et les molécules organiques n'est pas favorable car la structure chimique bi-radicalaire de l'oxygène moléculaire le rend peu réactif. Le potentiel oxydant de l'oxygène moléculaire est généré par la formation d'espèces oxygénées réactives. L'addition à l'oxygène d'un premier électron conduit à la formation de l'ion superoxyde, O₂^{•-}, présent au pH du vin sous la forme du radical hydroperoxyde, HO₂[•]. Ce radical comme nous le verrons plus loin réagira principalement avec les composés phénoliques du vin (cf. 2.4.1). Le transfert d'un second électron mène au peroxyde d'hydrogène, H₂O₂ (**Figure 4**) qui, lors d'une dernière réaction avec les ions ferreux, nommée réaction de Fenton, donne le radical hydroxyle OH[•], espèce oxydante très réactive (Green et Hill, 1984 ; Danilewicz, 2003 ; Waterhouse et Laurie, 2006) (**Figure 5**). Ce radical est encore plus puissant que le précédent et est donc à l'origine de nombreuses réactions d'oxydations qui seront décrites dans un prochain paragraphe (cf. 2.4.2).

2.2. Les polyphénols, principaux substrats d'oxydation du vin

Les polyphénols sont les principaux substrats d'oxydation du vin (Singleton, 1987). Pour rappel, les polyphénols sont des produits du métabolisme secondaire des plantes et sont tous composés d'un ou plusieurs cycles benzéniques portant un ou plusieurs groupements hydroxyles. Ils disposent de plusieurs propriétés physico-chimiques. Ce sont des acides faibles, nucléophiles, polarisables, réducteurs et ils sont capables d'établir des liaisons hydrogènes (Singleton, 1987).

Le contenu phénolique total des vins blancs secs oscille entre 50 et 250 mg/L (Ribéreau-Gayon *et al.*, 2012). Il est constitué des polyphénols provenant du raisin et du bois des contenants de vinification et d'élevage. Les polyphénols issus des baies de raisin regroupent deux catégories de composés : les composés flavonoïdes et les composés non-flavonoïdes (**Figure 3**).

2.2.1. Les composés non-flavonoïdes

Les composés non-flavonoïdes comprennent les acides phénols, à des concentrations comprises entre 10 et 20 mg/L (Ribéreau-Gayon *et al.*, 2012), majoritairement présents dans la pulpe de raisin et les stilbènes, dans la pellicule des baies à des concentrations variant entre 1 et 3mg/L (Ribéreau-Gayon *et al.*, 2012). Les acides phénols sont les dérivés de l'acide hydroxybenzoïque et de l'acide hydroxycinnamique. Il existe 7 acides hydroxybenzoïques dont l'acide p-hydroxybenzoïque, l'acide protocatéchique, l'acide vanilique, l'acide gallique, l'acide syringique, l'acide gentisique et 4 acides cinnamiques regroupant l'acide p-coumarique, l'acide caféique, l'acide férulique et l'acide sinapique (**Figure 3**). Les acides cinnamiques principalement estérifiés à l'acide tartrique, sont dans le vin sous forme d'acide coutarique, caftarique et fétarique (Ribéreau-Gayon, 1964). Ces composés estérifiés sont particulièrement oxydables et à l'origine du brunissement des moûts (Cheynier *et al.*, 1995) (**Figure 3**).

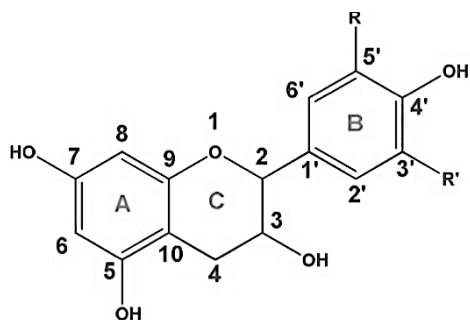
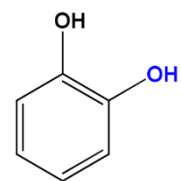


Figure 6. Structure chimique des composés flavonoïdes (Mouls, 2019)

ortho
Catéchol



Fortement réducteur
Oxydation

Figure 7. Caractère fortement réducteur de la position ortho du groupement hydroxyle (Mouls, 2019)

Nom de la molécule	Pic anodique (en mV)
Épicatéchine	335
Catéchine	386
Épigallocatechine	215-330 (épaulement)
Epicatechine-3-gallate	215-330 (épaulement)
Acide caféique	396
Acide gallique	473
Protocatechique	535
Acide férullique	585
Acide coumarique	560-700

Figure 8. Potentiels d'oxydation de différents composés phénoliques du vin (Ugliano, 2016)

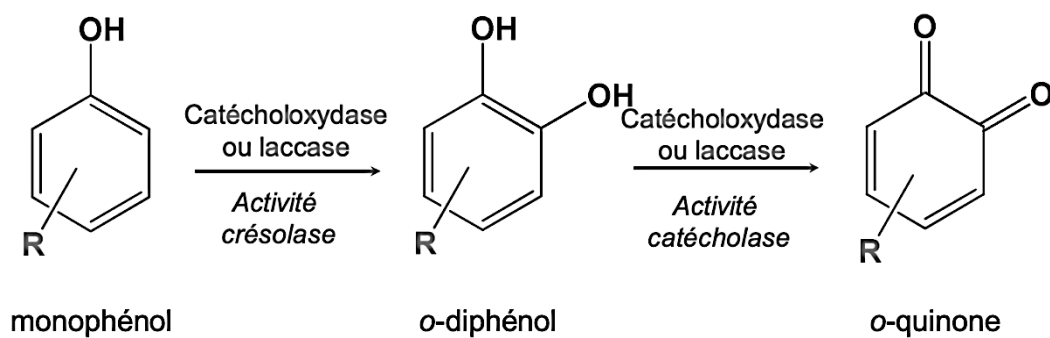


Figure 9. Activité enzymatique du moût (Mouls, 2019)

2.2.2. Les composés flavonoïdes

Les composés flavonoïdes regroupant les flavanols, les flavonols, les flavanonols et les anthocyanes (**Figure 3**), sont caractérisés par un noyau A, phloroglucinol et un noyau B, catéchol, tous deux reliés à un noyau pyranne, C (Ribéreau-Gayon, 1964) (**Figure 6**). Au sein de la famille des flavonols, le kaempferol et la quercétine se trouvent dans les baies de raisin blanc sous forme glycosylée. Ces composés sont en partie impliqués dans les réactions d'oxydation conduisant au brunissement des vins blancs. Dans la catégorie des flavanols se trouve à l'état de monomère, la catéchine, l'épicatéchine, l'épicatéchine-3-gallate et l'épigallocatechine. Ces composés se différencient par des substitutions de H et OH sur les noyaux B et C. La formation de liaisons interflavoniques en C4-C6 ou C4-C8 entre ces molécules forment des polymères, les tanins condensés, définis par leur degré de polymérisation. La concentration des anthocyanes dans les vins blancs est quant à elle presque nulle (Ribéreau-Gayon, 1964).

Parmi les composés phénoliques cités, il existe différentes classes ou espèces chimiques avec des aptitudes plus ou moins fortes à l'oxydation. La vitesse de réaction des composés phénoliques dépend de leur capacité à former un produit de réaction stable. La possibilité de produire un radical semi-quinone stable confère donc aux molécules dont le groupement hydroxyle est en position ortho, un pouvoir fortement réducteur (**Figure 7**) (Singleton, 1987 ; Waterhouse et Laurie, 2006). Ce groupe fonctionnel est présent chez presque tous les composés phénoliques du vin, les rendant en grande majorité très réactifs à l'oxygène. Les monophénols et phénols substitués sont quant à eux peu oxydables car il ne produisent pas de semi-quinone stable.

De récents travaux menés par Ugliano, utilisant la technique de voltamétrie linéaire à balayage, ont permis de classer différents composés du vin, en fonction de leur potentiel d'oxydabilité (Ugliano, 2016) (**Figure 8**). Ces travaux confirment la contribution importante de l'épicatéchine et de la catéchine dans les mécanismes d'oxydation du vin décrite auparavant par Singleton.

2.3. L'oxydation enzymatique

L'oxydation enzymatique a lieu dans les moûts, au contact des enzymes oxydasiques, principalement présentes dans la pellicule des baies et libérées lorsque l'intégrité de la baie est rompue. Les principales enzymes responsables de l'oxydation des moûts sont les polyphénoloxydases, à savoir la catéchol oxydase aussi appelée tyrosinase et la laccase. Ces enzymes possèdent deux types d'activité, l'activité crésolase, par laquelle un mono-phénol est converti en catéchol par l'incorporation d'oxygène, et l'activité catécholase, par laquelle le catéchol est oxydé en mélanine, pigment brun (Singleton, 1987) (**Figure 9**). L'enzyme tyrosinase est naturellement produite dans les baies de raisin tandis que la laccase est produite par *Botrytis cinerea*. Cette dernière catalyse l'oxydation d'une gamme plus importante de polyphénols, en particulier les 1,2- et 1,4-dihydroxybenzènes (Dubernet et Ribéreau, 1973).

Les premières espèces à réagir avec l'oxygène de l'air sont les acides cinnamiques (C6-C3) et notamment ceux estérifiés avec l'acide tartrique (acides caftariques et coutariques), présents en grande quantité dans les vacuoles de la pulpe de raisin (Gunata *et al.*, 1986 ; Gunata et Moutonnet, 1988). L'acide caftarique est le substrat privilégié de l'enzyme Polyphénol oxydase (PPO). Lors de leur libération par écrasement des baies, ces acides sont rapidement transformés en benzoquinones (Singleton, 1987).

A partir de ce moment 4 voies de réactions possibles existent pour ces quinones :

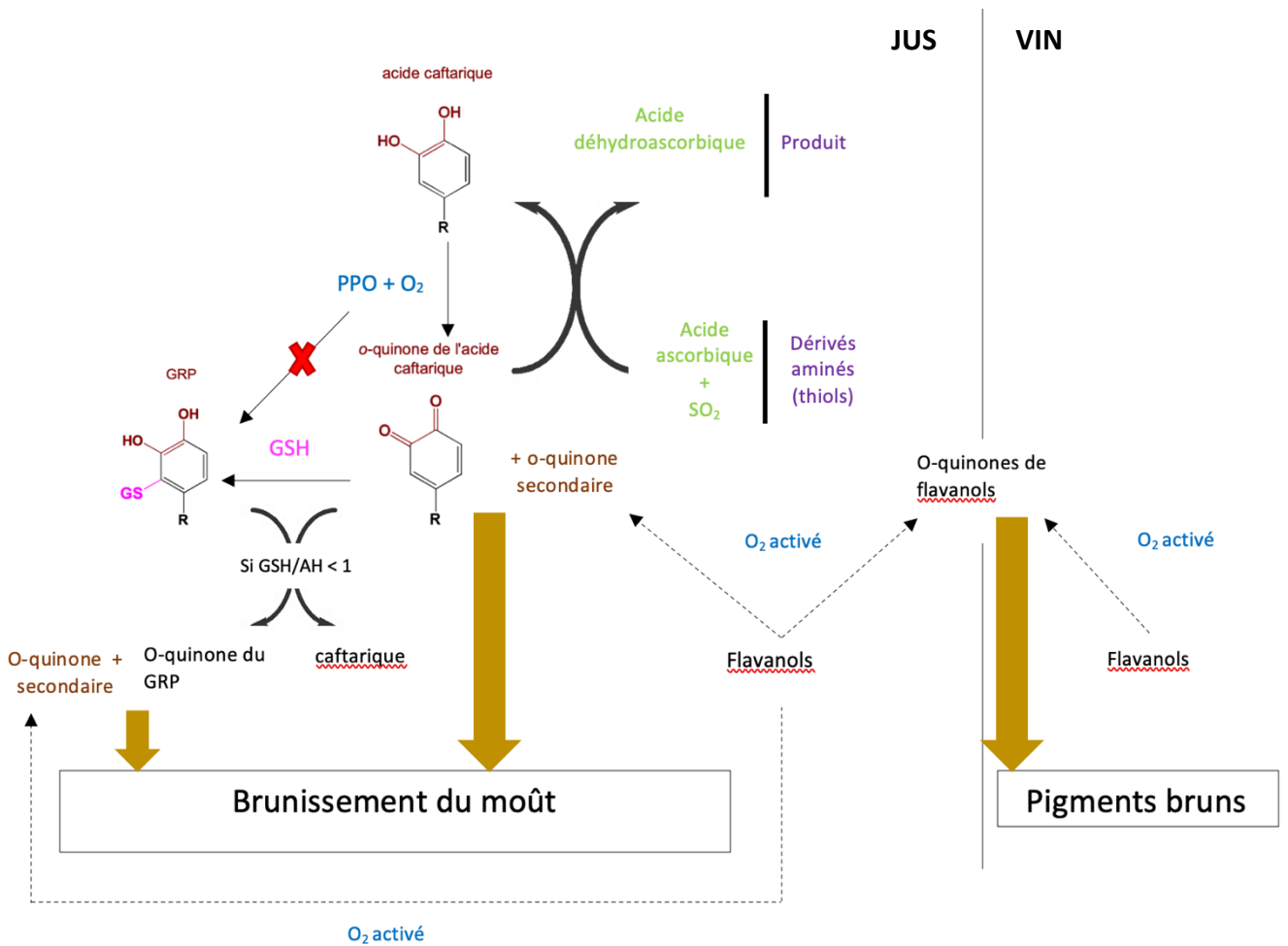


Figure 10. Mécanismes de l'oxydation principalement enzymatique des moût (Réalisation personnelle)

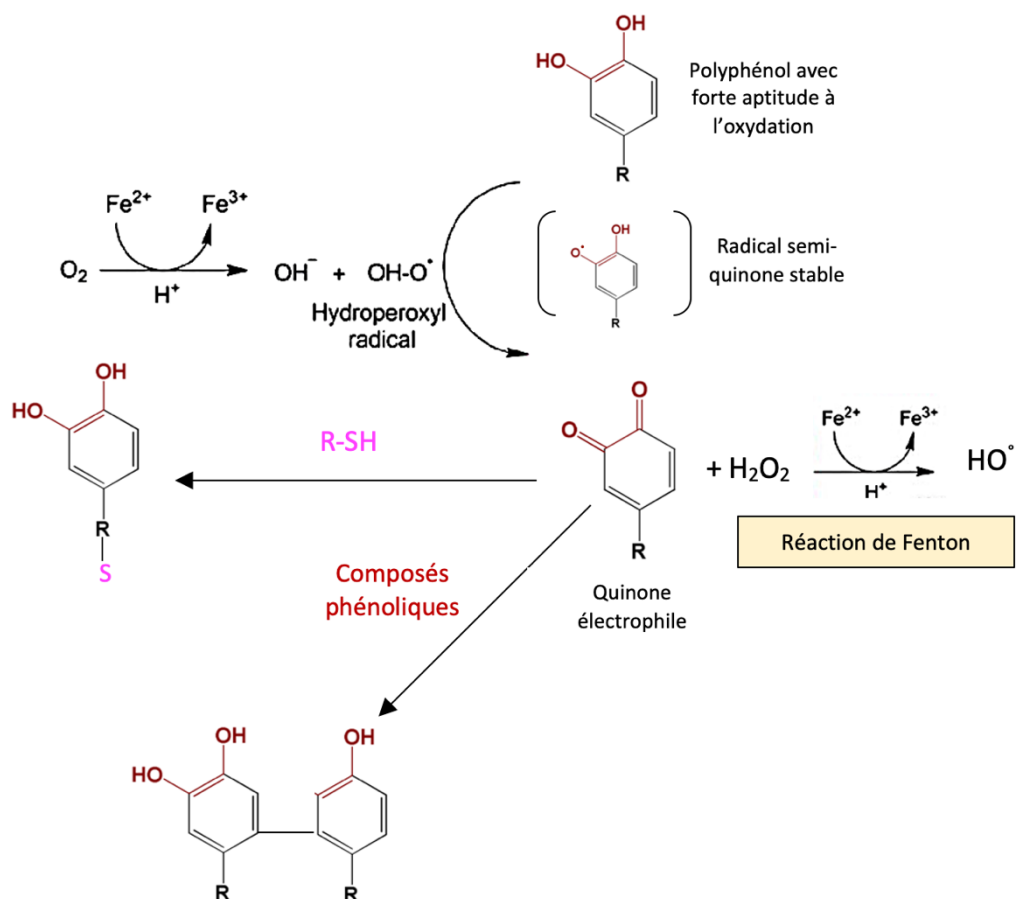


Figure 11. Formation et réactions des quinones avec les composés du moût et du vin (Réalisation personnelle)

- En tant qu'oxydants, les quinones formées peuvent être à nouveau réduites en acide caftarique en présence d'acide ascorbique (ajouté ou naturellement présent) et avec de l'anhydride sulfureux (Cheynier *et al.*, 1990) (**Figure 10**).
- En tant qu'électrophiles, elles peuvent réagir avec les nucléophiles comme les dérivés aminés et revenir à leur état initial (**Figure 10**).
- La quinone de l'acide caftarique est très réactive. Elle a la capacité d'oxyder les autres composants du moût comme les catéchines et les proanthocyanidines (Cheynier et Ricardoda-Silva, 1991 ; Cheynier *et al.*, 1988). C'est cette oxydation qui est à l'origine du brunissement des moûts (**Figure 10**).
- La quinone peut réagir avec du glutathion sous forme réduite pour former un produit incolore, l'acide S-glutathionyl-caftarique, aussi nommé Grape Reaction Product (GRP) (Cheynier *et al.*, 1988). Ce produit formé n'est alors plus disponible en tant que substrat pour une nouvelle oxydation par la PPO. La formation de pigments bruns par réaction des quinones avec le GRP peut avoir lieu lorsque la quantité d'acides hydroxycinnamiques est supérieure à celle du glutathion (**Figure 10**).

2.4. L'oxydation chimique

L'oxydation chimique a lieu au contact de divers substrats comme le fer bivalent, les sulfites, l'acide ascorbique ou encore l'éthanol. Cependant, ce sont les phénols qui restent les composés majoritairement impliqués dans ce phénomène (Singleton, 1987). Contrairement à l'oxydation enzymatique des moûts, qui est très rapide, l'oxydation chimique est un processus bien plus lent. L'oxydation chimique est irréversible et engendre des composés oxydés qui ne peuvent plus être éliminés. Ce phénomène impacte donc directement la qualité finale du vin et son potentiel de garde.

2.4.1. Formation et réactivité des quinones avec les composants du moût et du vin

Les quinones, premiers produits d'oxydation des polyphénols jouent un rôle clé dans les mécanismes chimiques de l'oxydation des vins blancs en étant à leur tour des substrats oxydables. Elles proviennent de diverses voies de formation. Les polyphénols étant des acides faibles (pKa entre 9 et 10), ils peuvent former des ions phénolates par augmentation du pH. L'oxydation de l'ion phénolate conduit ensuite à la formation d'un radical semi-quinone très réactif puis à une quinone. Lorsque le pH augmente, les réactions d'oxydation deviennent donc de plus en plus rapides. Cependant, cette voie de formation n'est pas majoritaire car le pH du vin étant plutôt bas, seule une petite fraction des composés phénoliques sera déprotonée et conduira à la formation de quinones. C'est l'activation de l'oxygène en Espèces Oxygénées Réactives (EOR) qui est la source majeure. Le radical hydroperoxyde produit par la première réduction de l'oxygène avec le fer permet d'oxyder directement les phénols en semi-quinones et quinones (Singleton, 1987) (**Figure 11**).

Les quinones sont des composés électrophiles. Elles peuvent donc réagir avec des substrats nucléophiles. Deux principales réactions ont été décrites dans la littérature. La première catégorie concerne la réaction des quinones avec les dérivés aminés et la seconde catégorie est celle des quinones avec les composés phénoliques, notamment les flavanols dont le cycle A est riche en électrons (**Figure 11**). Ces deux types de réactions jouent un rôle dans la modification de la structure des vins et l'évolution de ses attributs sensoriels *via* la formation de structures phénoliques polymères et l'élimination de certains précurseurs de thiols (Blanchard *et al.* 2004 ; Danilewicz 2003 ; Cheynier *et al.* 2002).

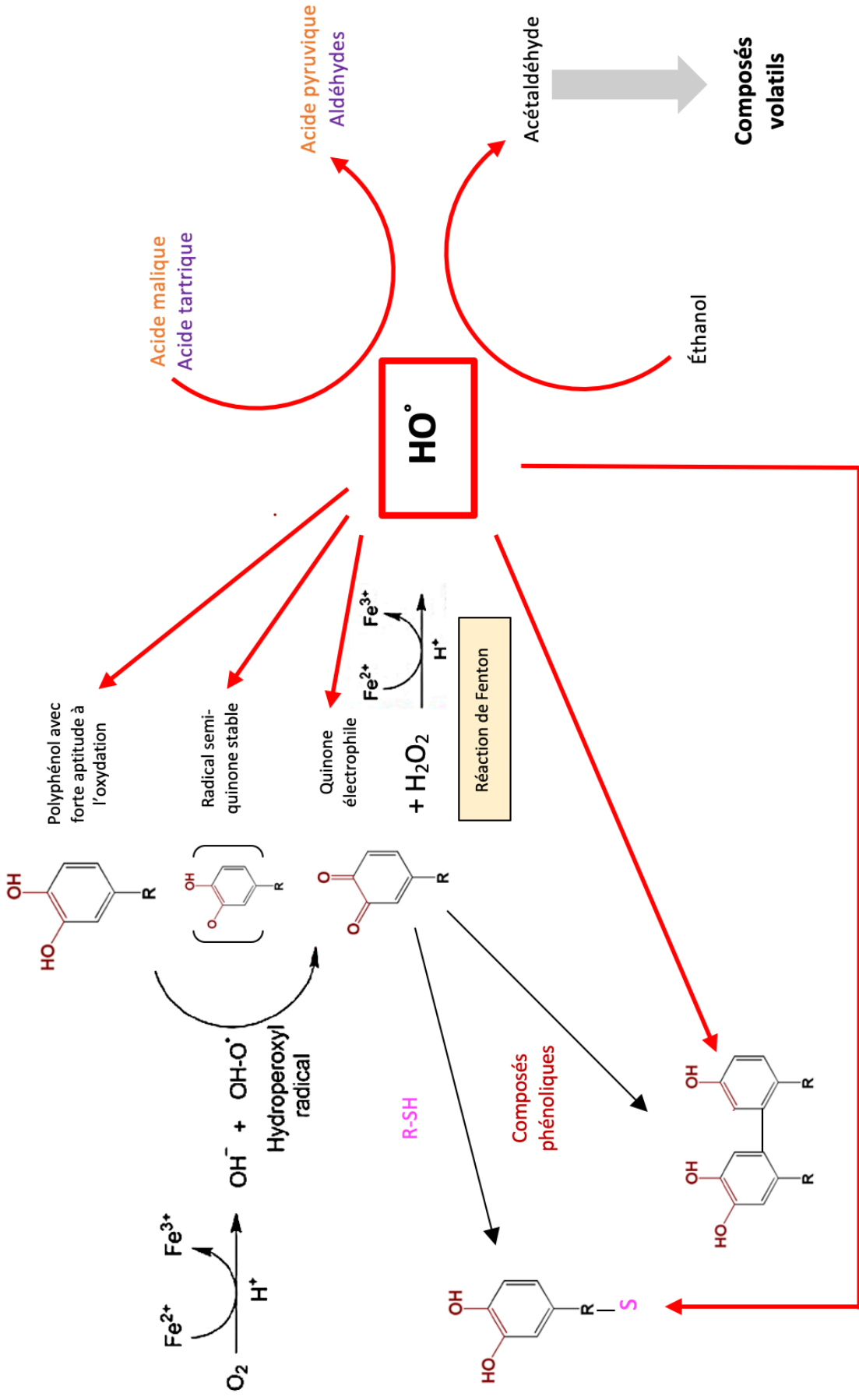


Figure 12. Réactivité du radical hydroxyle et formation de nouveaux composés (Réalisation personnelle)

2.4.2. Réactivité du radical hydroxyle et formation de composés carbonylés et cétoacides

Le radical hydroxyle est un radical de très haute énergie. Il est le produit de la réaction de Fenton qui intervient suite à une première activation de l'oxygène en radical hydroperoxyde, acteur des premières oxydations de composés phénoliques.

Une fois formé, ce radical réagit très rapidement avec les composés phénoliques mais aussi avec de nombreux composés comme l'éthanol, les alcools supérieurs et certains acides organiques pour donner des cétoacides et composés carbonylés (Danilewicz, 2003 ; Waterhouse et Laurie, 2006). Par exemple, il a été établi dans la littérature que la réaction d'oxydation de l'éthanol produit de l'acétaldéhyde, celle de l'acide malique de l'acide pyruvique et l'acide tartrique de nombreux petits aldéhydes (Danilewicz, 2003). Certains composés comme le glycérol ou d'autres alcools pourraient aussi intervenir dans les réactions d'oxydation avec le radical hydroxyle mais de nombreuses recherches restent encore à faire (Waterhouse et Laurie, 2006). Les aldéhydes et cétoacides formés au cours de ces cascades de réaction pourraient créer des liaisons entre tanins, tanins et protéines ou encore tanins et polysaccharides et être à l'origine de modifications organoleptiques importantes des vins (Waterhouse et Laurie, 2006). Quant à l'acétaldéhyde produit au cours de la cascade de réactions d'oxydation, il est à l'origine de la formation de nouveaux composés volatils, notamment ceux marqueurs du vieillissement prématuré des vins blancs (**Figure 12**).

3. L'oxydation prématurée des vins blancs

3.1. Définition de l'oxydation prématurée et du capital vieillissement d'un vin

Il faut bien différencier l'oxydation prématurée d'un défaut classique de vinification, du vieillissement normal ou d'un défaut d'oxydation lié à la conservation. « On parle d'oxydation prématurée d'un vin lorsque celui-ci vieillit plus rapidement que le potentiel de garde qu'on pourrait lui attribuer. Il touche majoritairement les vins blancs avec des arômes évoluant vers des notes oxydées spécifiques du défaut à la place d'évoluer vers des notes caractéristiques du cépage. Ces déviations s'accompagnent d'un brunissement et d'une perte de structure. Enfin, l'oxydation prématurée concerne des vins de moins de 3 ans issus d'une même cuvée ». (BIVB, 2018)

Début d'oxydation avant ou pendant la mise en bouteilles	Problème de vinification ou d'élevage
Oxydation précoce après quelques mois ou années	Oxydation prématurée
Vieillissement imprévisible sur certains lots	Oxydation aléatoire, problème lié à l'obturateur

Tableau 1. Les différents types d'oxydation

Le capital vieillissement d'un vin résulte d'un équilibre entre composés oxydés, composés oxydables et antioxydants du vin à la mise en bouteille.

3.2. Les marqueurs de qualité et de défaut des vins de garde

Le Chardonnay est l'un des cépages blancs les plus plantés au monde et les vins qu'il produit sont facilement reconnaissables. Les arômes les plus souvent décrits pour ces vins sont des arômes de

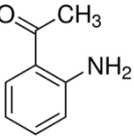
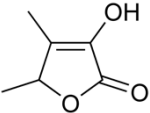
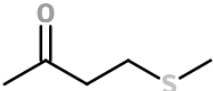
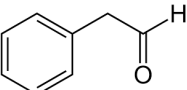
Nom de la molécule	Chimie de la molécule	Arômes	Seuil de perception
2-aminoacétophénone		Naphtaline, fleur d'acacia	0,8 µg/L (Rapp et al., 1998)
Sotolon		Encaustique, curry, noix	8µg/L (Lavigne <i>et al.</i> , 2008)
Méthional		Pomme de terre cuite	0,5 µg/L (Culleré et al., 2007)
Phénylacétaldéhyde		Roses fanées	1 µg/L (Culleré et al., 2007)

Tableau 2. Marqueurs aromatiques identifiés dans l'oxydation précoce des vins blancs

fruits tropicaux, d'agrumes, de miel et des notes beurrées et boisées (Saliba *et al.*, 2013). Les vins blancs de Chardonnay sont également présentés par les experts comme des vins complexes aux nuances de noisette, de silex et de pain grillé (Robinson, 1988). Cependant, peu de ces marqueurs sensoriels ont été étudié d'un point de vue chimique. Seuls certains composés volatils non variétaux tels que les dicétones, les acétates d'esters, les esters éthyliques, les alcools de fusel, les phénols volatils et les lactones ont été caractérisés (Moio *et al.*, 1994 ; Lorrain *et al.*, 2006 ; Jaffre *et al.*, 2011). Récemment, l'implication des thiopyroles dans la révélation de l'arôme de noisette grillée des vins blancs de Chardonnay et leur absence dans les vins oxydés a été mise en évidence (Gros *et al.*, 2017).

Les vins blancs de Chardonnay de Bourgogne sont généralement élevés sur lies, en fûts de chêne et la fermentation malolactique est couramment effectuée. Ces pratiques jouent un rôle dans la typicité de ces vins.

Lorsque le vin s'oxyde, ses propriétés organoleptiques évoluent. Le vin brunit et certains de ses arômes floraux et fruités sont progressivement remplacés par des notes oxydatives. Aujourd'hui, il existe de nombreux marqueurs identifiés dans l'oxydation précoce des vins blancs. Parmi ces composés, on trouve le méthional, le phénylacétaldéhyde, le sotolon, ou encore la 2-aminoacétophénone. Ces molécules aromatiques confèrent au vin des notes lourdes, lui faisant perdre toute sa fraîcheur (**Tableau 2**).

La molécule de 2-aminoacétophénone a été découverte pour la première fois dans les vins blancs allemands (Rapp *et al.* 1993). Deux voies de biosynthèse à partir du tryptophane ont été décrites pour cette molécule, la première physico-chimique et la seconde enzymatique (Rapp *et al.*, 1998 ; Gebner *et al.*, 1998). Sa concentration dans les vins peut aller jusqu'à 5000 ng/L, avec un seuil de perception à 800ng/L (Rapp *et al.*, 1998).

Le sotolon (4,5-diméthyl-3-hydroxy-2(5)H-furanone) est sûrement l'un des arômes les plus typiques du vieillissement défectueux des vins blancs secs. Il se caractérise par des notes de curry et de noix et son seuil de perception est de 8µg/L (Lavigne *et al.*, 2008). Il se forme au cours d'une réaction d'aldo-condensation entre l'éthanal et l'acide alpha-cétobutyrique (König *et al.*, 1999 ; Pons, 2010). L'acide alpha-cétobutyrique précurseur de l'arôme de sotolon, peut provenir de la dégradation oxydative de l'acide ascorbique ou de la désamination de la thréonine par *Saccharomyces cerevisiae*. L'éthanal quant à lui est produit par les levures mais peut aussi provenir de l'oxydation de l'éthanol (Pons, 2010). Les récents travaux de Pons ont mis en évidence le rôle important du choix de l'obturateur dans la formation de ce composé. Les obturateurs avec une perméabilité importante à l'O₂ couplés à l'addition d'acide ascorbique conduisent à la libération d'acide alpha-cétobutyrique et favorisent ainsi la formation du sotolon (Pons, 2010).

4. Méthodes utilisées pour anticiper l'aptitude au vieillissement d'un vin blanc

4.1. Tableau comparatif des différentes méthodes existantes à ce jour

L'oxydation des vins blancs est un problème de longue date dont les mécanismes chimiques précis restent encore à déterminer. Cependant, de nombreux tests et analyses ont été développés. Ils passent par la quantification et la caractérisation des composés phénoliques du vin mais aussi par des mesures d'oxygène. Ces méthodes font principalement appel à des analyses spectrométriques grâce à la capacité des polyphénols à réduire un oxydant, qui change alors de couleur. Elles peuvent aussi faire appel à l'analyse sensorielle ou à des méthodes beaucoup plus coûteuses comme la Chromatographie en phase Liquide à Haute Performance (HPLC). L'ensemble de ces méthodes est présenté dans le **Tableau 3** qui suit, avec pour chacune d'elle son principe de fonctionnement, ses intérêts mais aussi ses limites. Dans le prochain paragraphe, en comparaison à ces méthodes, nous détaillerons la technique de voltamétrie, qui présente un réel potentiel dans l'étude des mécanismes oxydatifs du vin aujourd'hui et qui est à l'origine de la création du NomaSense PolyScan.

Catégories	Méthode/ Test	Matériel	Principe	Intérêts	Limites
Mesure et contrôle de l'O ₂ à l'instant t	Polarographique	Sonde de Clark constitué d'une membrane sélective perméable à l'oxygène et d'une électrode avec cathode en or et anode en argent	La méthode polarographique repose sur la diffusion de l'oxygène au travers d'une membrane sélective pour atteindre une électrode de mesure induisant sa réduction. Le courant alors généré est proportionnel à la quantité de gaz qui a diffusé donc à la pression partielle de l'oxygène à l'extérieur de la membrane (Clark, 1956).	Ces méthodes permettant de connaître l'oxygène dissous dans une bouteille ou sur cuve peuvent permettre de corriger certaines pratiques (mise en bouteille, pompages etc.) et limiter le risque oxydatif.	La sonde de Clark consomme de l'oxygène appauvrissant la solution au voisinage de la membrane. Une agitation est donc nécessaire.
	Coulométrique	Pile galvanique de Hersch avec cathode en argent et anode en plomb. (Sous forme de sonde immergée de type Neosense, WTW)	Le principe de cette méthode repose sur la relation de proportionnalité directe qui existe entre l'intensité du courant mesuré et la masse d'oxygène transformé par ce courant dans un intervalle de temps donné. (Inter Rhône, 2009).		Ces 3 méthodes de mesure de l'oxygène ne permettent pas d'évaluer les composés phénoliques du vin et encore moins ceux facilement oxydables.
Mesure par spectrométrie reposant sur la capacité d'un antioxydant à réduire un oxydant qui change de couleur	Optique	Sonde : fibre optique et LED bleue Spots : membrane polymère photoluminescente Ex : <i>Appareil NomaSense O₂</i>	La méthode optique repose sur l'excitation de la membrane polymère sensible à l'oxygène via l'émission d'une lumière bleue électroluminescente au travers d'une fibre optique. Le temps de désexcitation de cette membrane correspond au temps pour que la lumière soit renvoyée à l'optode. En l'absence d'oxygène, aucun transfert d'énergie n'a lieu des molécules excitées de la membrane vers l'oxygène. En revanche, en présence d'oxygène, les molécules excitées transmettent leur énergie aux molécules d'oxygène et passent donc à un état d'énergie moindre, qui demande moins de temps à renvoyer le signal lumineux. Ainsi, plus il y a d'oxygène plus le temps nécessaire au retour à l'état désexcité de la couche luminescente est réduit. On aura aussi un affaiblissement de l'intensité lumineuse (Inter Rhône, 2009).	Méthode qui permet de réaliser des mesures d'oxygène de l'espèce de tête des bouteilles de vin. En combinaison avec l'une des 2 autres méthodes précédentes, on peut ainsi connaître le TPO d'une bouteille.	
	FRAP		La méthode FRAP s'intéresse à la réduction du complexe ferrique TPTZ (2,4,6-tri(2-pyridyl)-1,3,5-triazine) en un complexe de Fe ²⁺ de couleur bleue par les antioxydants du vin (Pisoschi <i>et al.</i> 2012).		Méthodes non ciblées avec risques d'interférences avec plusieurs composés non phénoliques.
	CUPRAC		La méthode CUPRAC étudie la réduction de l'ion Cu ²⁺ en l'ion Cu ⁺ par les antioxydants du vin, en présence de néocuproïne qui aide à la formation du complexe jaune (Pisoschi <i>et al.</i> 2012).		Méthodes qui demandent une étape préalable de clarification et de dilution des échantillons.
	ORAC		Toutes ces méthodes reposent sur l'utilisation d'un spectrophotomètre	Cette méthode repose sur la dégradation de la fluorescéine induite par la décomposition thermique de l'AAPH (2,2'-azobis-(2-amidino-propane)) en radicaux libres. Il est alors possible de déterminer la capacité antioxydante d'un composé, en regardant sa capacité à protéger la fluorescéine de l'oxydation par piégeage des radicaux (Pisoschi <i>et al.</i> 2012).	Simple, rapide et peu coûteux.
	ABTS		La méthode ABTS repose sur le piégeage par les antioxydants du vin du radical ABTS ^{•+} de couleur verte bleue. La diminution de coloration est suivie par spectrophotométrie (Pisoschi <i>et al.</i> 2012).		

	DPPH		Le radical libre de la molécule de 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl est réduit par les molécules antioxydantes du vin, par acceptation d'un électron ou d'un hydrogène. La molécule passe alors de la couleur violette vers la couleur jaune. Récemment, une modification de la méthode classique du test DPPH, qui ne prenait pas en compte certains composés pouvant jouer un rôle d'antioxydant (comme les composés soufrés), avec l'utilisation d'un tampon au méthanol, a fourni de nouvelles valeurs de référence pour la capacité antioxydante des composés actifs représentatifs des vins blancs (Romanet R <i>et al.</i> , 2019).	Pas de résultats en temps réels possibles ni d'informations sur la fraction des composés phénoliques facilement oxydable.
	Folin Ciocalteu		Ce test étudie la réduction en milieu alcalin du mélange acides phosphotungstiques et phosphomolybdiques par les phénols en tungstène et molybdène de couleur bleue (Singleton et Rossi, 1965).	
Résonance paramagnétique électronique (RPE)	RPE	Spectromètre à résonance paramagnétique électronique	Méthode de spectroscopie d'absorption qui repose sur l'interaction d'une onde électromagnétique avec le moment magnétique de l'électron. Elle permet d'étudier les espèces radicalaires et les métaux de transition. La détection des radicaux se fait par méthode indirecte, à l'aide d'un composé piègeur de spin spécifique d'une ou plusieurs espèces radicalaires (Nikolantonaki <i>et al.</i> , 2019).	Méthode très sensible, coûteuse
Chromatographie Liquide Haute Performance (HPLC)	HPLC avec détecteur à barrette de diodes (DAD)	Le système HPLC-DAD contient un système d'injection de l'échantillon, un réservoir à solvant, un indicateur de pression et de débit et une colonne en acier inoxydable reliée à un détecteur à barrette de diodes puis à un système d'intégration des données. Pour le système HPLC-MS, la colonne est reliée au spectromètre de masse. Le spectromètre de masse contient une source d'ionisation, un ou plusieurs analyseurs pour séparer les ions générés, un détecteur et un système de traitement de données.	La chromatographie liquide est une technique de séparation physique de composés basée sur l'affinité des composés non volatils envers une phase mobile et une phase stationnaire. ⇨ Ce système couplé à une barrette de diodes permet une mesure simultanée sur toute l'étendue du spectre. L'échantillon est éclairé par une lampe. Une partie de la lumière est absorbée et le reste est réfléchi sur un monochromateur fixe à décomposition de la lumière en longueurs d'onde. Chaque longueur d'onde est alors mesurée par un détecteur spécifique de la barrette de diodes ⇨ La spectrométrie de masse elle, consiste en l'analyse du rapport masse/charge (m/z) des molécules ionisées. Elle apporte une meilleure sensibilité et permet d'identifier la structure de composés inconnus à l'aide d'analyses MS ²	Permet de mesurer les EOR qui sont au cœur des mécanismes oxydatifs et notamment le potentiel de vieillissement des vins (Nikolantonaki <i>et al.</i> , 2019).
	HPLC couplée à un spectromètre de masse (SM)			Possibilité de suivre l'évolution d'un grand nombre de composés phénoliques au cours de leur vieillissement comme les acides hydroxycinnamiques, la catéchine, épigallocatechine mais aussi certains produits d'oxydation comme l'acétaldéhyde, l'acide pyruvique ou encore le sotolon (Elias <i>et al.</i> , 2008 ; Gabrielli <i>et al.</i> , 2014).
Mesure par analyse sensorielle	Test de tenue à l'air	Aucun	Le vin est dégusté avant et après un temps d'exposition à l'air et l'évolution de son profil est évaluée, notamment l'apparition de notes oxydatives.	Difficultés dans l'objectivité de la dégustation et pour le laps de temps entre les 2 dégustations.

Tableau 3. Les différentes méthodes utilisées pour anticiper l'aptitude au vieillissement des vins blancs

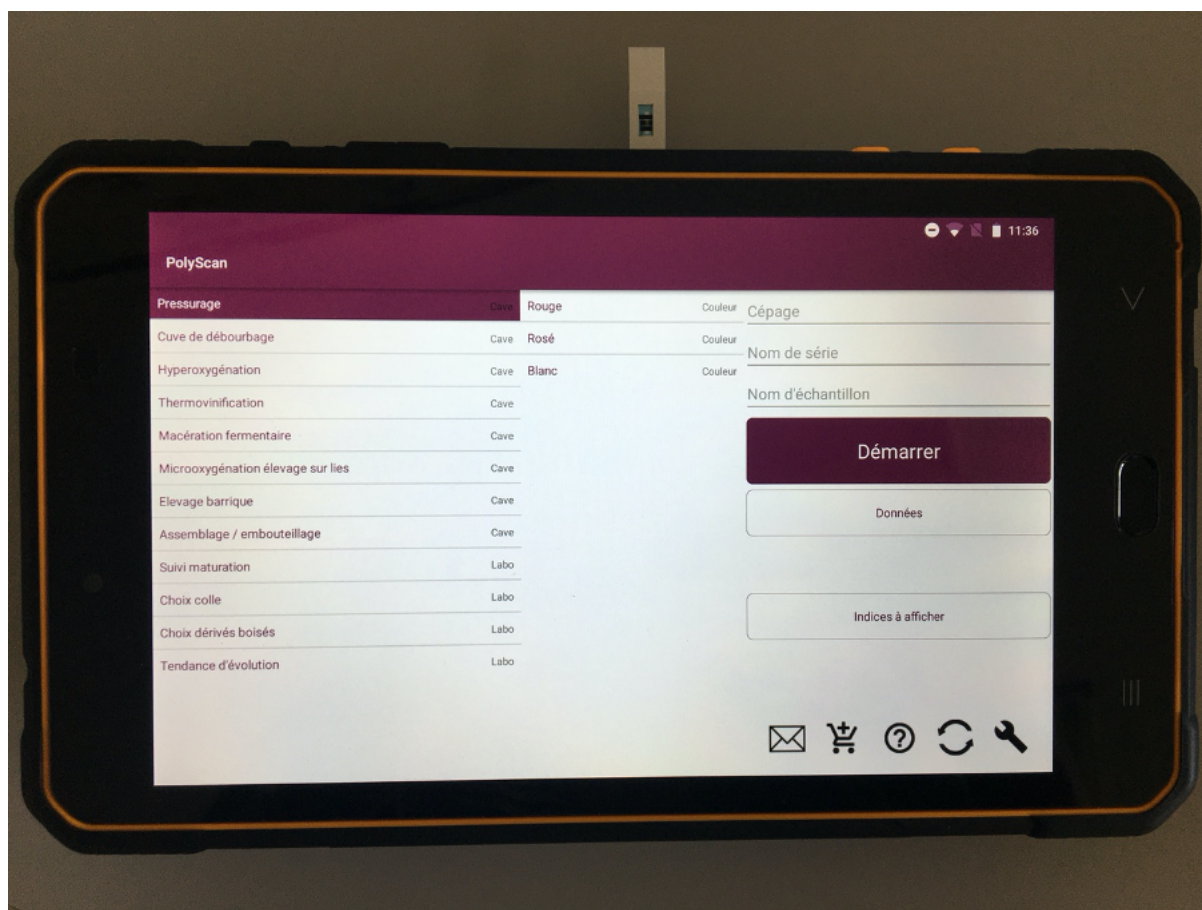


Photo 1. Le NomaSense PolyScan

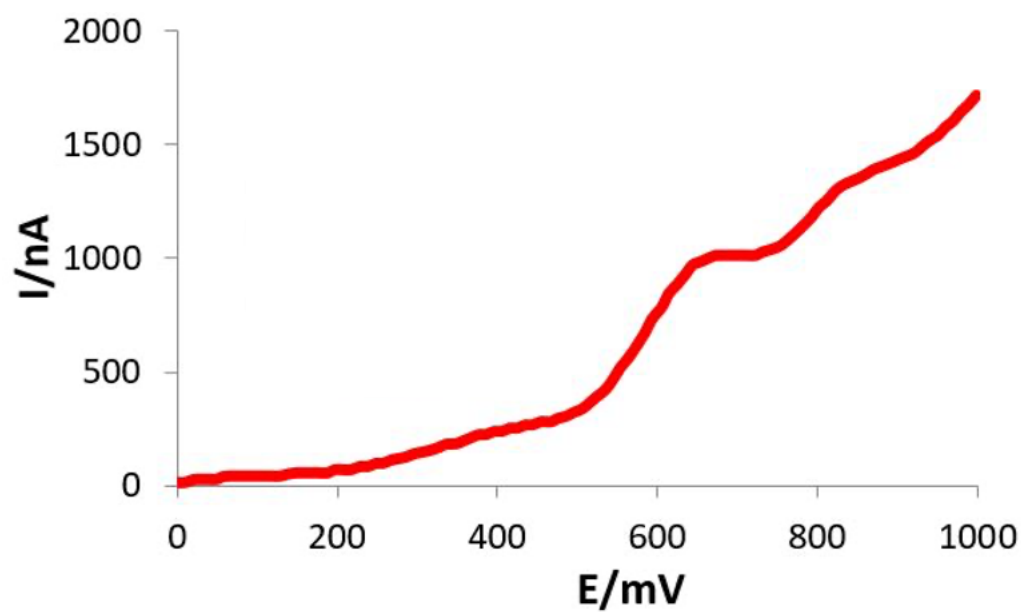


Figure 13. Exemple de voltammogramme obtenu avec le PolyScan (Pascal C, 2020)

4.2. Voltamétrie linéaire de balayage à l'origine de la technologie Vinventions

De nombreux travaux et recherches ont tenté d'appréhender au mieux les phénomènes d'oxydation. Il existe à ce jour de nombreux tests (décrits précédemment) capables de mesurer la capacité antioxydante d'un vin mais pour autant, il reste toujours très difficile de prédire la sensibilité à l'oxydation d'un vin à chaque étape de son élaboration. En effet, ces tests peuvent mener à des résultats très différents pour une même matrice, suivant celui utilisé, car chaque antioxydant et échantillon de vin dispose d'une chimie bien spécifique (Frankel et Meyer, 2000).

La voltamétrie cyclique, méthode électrochimique reposant sur l'étude du transfert d'électrons d'une espèce à une autre, a d'abord été utilisée en médecine pour déterminer le niveau d'antioxydants naturels présents dans le plasma sanguin (Kohen *et al.*, 2000) et en biologie pour déterminer les teneurs en antioxydants dans divers extraits de plantes (Chevion *et al.*, 1999).

C'est au début des années 2000 avec les travaux de Kilmartin, Zou et Waterhouse, que cette technique a été appliquée à la matrice vin. À travers leur étude, ils ont montré que la voltamétrie cyclique *via* l'utilisation d'électrodes de carbone, permet d'analyser les antioxydants phénoliques du vin de façon efficace (Kilmartin *et al.*, 2002). Cependant, l'encrassement des électrodes par les composés phénoliques a longtemps limité l'exploitation de cette méthode en œnologie. En 2016 les travaux d'Ugliano ont montré la pertinence de l'utilisation d'électrodes de carbone sérigraphiées jetables dans l'identification rapide, en cave, de la fraction oxydable du vin blanc (Ugliano, 2016).

Le NomaSense PolyScan, développé ces dernières années par l'équipe Vinventions (**photo 1**), repose sur la voltamétrie linéaire de balayage (qui mesure le courant en fonction du temps et du potentiel entre une électrode indicatrice et une électrode de référence) et l'utilisation d'électrodes sérigraphiées jetables. Grâce à cette technique, l'appareil mesure en temps réel les teneurs en polyphénols des moûts et des vins à différentes étapes de la vinification.

Il est constitué de 3 électrodes : une de travail, une contre-électrode et une électrode de référence. L'électrode de travail, qui est une électrode sérigraphique en carbone jetable, est le support des mécanismes d'oxydation et de réduction des composés du milieu tandis que l'électrode de référence permet, grâce à un potentiel connu de référencer l'ensemble des mesures. La contre électrode ferme le circuit et maintient ainsi le potentiel de l'électrode de référence toujours constant.

Le dépôt d'une goutte d'échantillon sur l'électrode de travail, soumise à l'application de tensions croissantes, provoque l'oxydation progressive des composés selon leur potentiel d'oxydation. L'oxydation des composés libère des électrons générant un courant caractérisé par une intensité. La courbe intensité / potentiel qui en résulte est un voltamogramme qui renseigne sur la composition de l'échantillon en composés oxydables (**Figure 13**) (Pascal C., 2020).

Les indices EasyOx et PhenOx :

La lecture des voltamogrammes nécessite une certaine expertise et demande du temps. Ainsi, pour faciliter l'interprétation des données en temps réel, des indices sont calculés directement par l'appareil à partir de la courbe obtenue. Le premier indice, EasyOx, correspond aux composés facilement oxydables et le second, PhenOx, aux polyphénols totaux en mg/L équivalent acide gallique. Ce dernier est corrélé à l'indice Folin Ciocalteu.

Test TE :

En plus des indices EasyOx et PhenOx, l'équipe de Vinventions a développé un test, nommé Tendance d'Évolution (TE), pour permettre au vinificateur d'adapter ses choix tout au long de la vinification (inertage, sulfitage, contenant d'élevage, assemblage, choix de l'obturateur, etc.). Ce test informe sur la sensibilité du vin vis-à-vis des phénomènes oxydatifs à l'instant où la mesure est effectuée, en

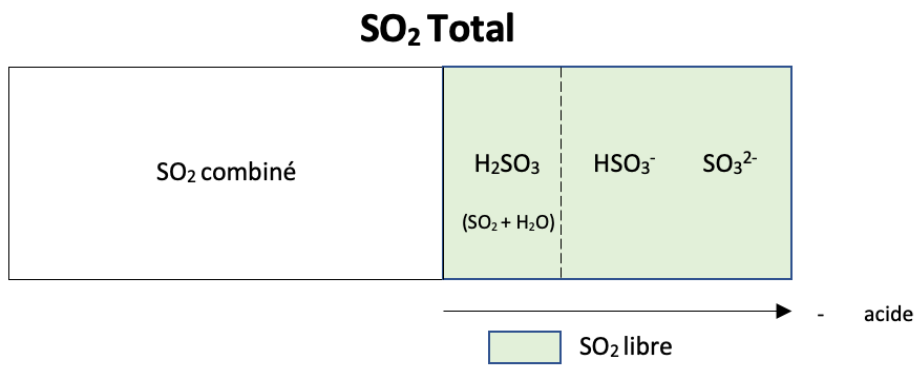


Figure 14. Les différentes formes du SO₂ (Réalisation personnelle d'après Ribéreau-Gayon *et al.*, 2012)

classant le vin soit dans la catégorie « sensible » soit dans la catégorie « peu sensible ». Cependant, ce test ne donne pas d'indication sur l'état d'oxydation du vin. Par exemple, un vin déjà oxydé ne sera pas forcément décrit comme sensible par le test car une exposition supplémentaire à l'oxygène ne provoquera pas forcément une nouvelle évolution de la structure du vin. Le test peut donc juger un vin peu sensible tout simplement parce que le mécanisme d'oxydation est déjà avancé. L'ajout ou la présence de SO₂ n'a pas d'impact sur le résultat du test (Vinventions, 2020. Plaquette technique).

L'avantage du NomaSense PolyScan réside dans son caractère simple d'utilisation. Il ne demande pas de calibration particulière ni de préparation d'échantillons ou encore de nettoyage d'électrodes. Une étude récente d'évaluation de l'outil PolyScan sur Pinot Gris, Chardonnay, Vermentino et Sangiovese a pour la première fois étudié le profil antioxydant de ces vins pendant les premières étapes de vinification, à l'échelle industrielle. Pour chaque échantillon et à chaque étape de vinification le comportement RedOx a montré un modèle de signal voltamétrique différent (Jeremic *et al.*, 2020). Cet outil permet donc, contrairement aux autres méthodes évoquées dans le tableau comparatif plus haut, d'étudier le changement de composition phénolique en temps réel et de prendre ainsi des décisions à chaque étape de l'itinéraire technique. En outre, les principaux composés phénoliques de vin blanc peuvent être facilement mesurés avec des temps d'analyse inférieurs à 1 minute (Ugliano, 2016).

5. Les solutions actuelles pour lutter contre les risques d'oxydation

Différentes stratégies sont mises en place de façon pratique, en cave, pour limiter l'oxydation des vins. Ces solutions consistent en une meilleure gestion des principaux acteurs des mécanismes d'oxydation que sont l'oxygène et les polyphénols.

5.1. Les antioxydants exogènes

Ils sont utilisés comme des agents de conservation permettant au vin de résister au vieillissement oxydatif grâce à leur capacité à agir comme des réducteurs de quinones.

5.1.1. L'anhydride sulfureux

Le SO₂ ou anhydride sulfureux est utilisé comme intrant œnologique dans le moût ou le vin principalement lors des opérations préfermentaires mais aussi pendant l'élevage, les soutirages et la mise en bouteille pour ces propriétés antimicrobiennes, dissolvantes et antioxydantes. Les levures en produisent également une partie au cours de la fermentation alcoolique mais celle-ci reste négligeable (environ 10 mg/L) (Ribéreau-Gayon *et al.*, 2012). Les doses d'ajout de cette molécule sont déterminées suivant la quantité de SO₂ libre, la maturité, l'état sanitaire, le pH, la température et éventuellement les risques de contamination microbiologiques du vin. Lors de la phase de mise en bouteille, il faudra également prendre en compte la quantité d'oxygène dissous sachant que 1mg/L d'oxygène dissous consomme 4 mg /L de SO₂ libre (Teissedre, 2019).

Le SO₂ est présent sous différents états dans le moût et le vin (**Figure 14**). Il peut être sous la forme libre ou sous forme combinée à des molécules possédant un groupe carbonyle tel que les sucres, les aldéhydes ou les cétones (Boulton, 2003). L'efficacité de son caractère antioxydant dépend du SO₂ libre. Au pH des vins, la forme libre majoritaire est l'anion bisulfite HSO₃⁻. Que ce soit dans les moûts ou le vin, la réaction directe entre le SO₂ et l'oxygène est quasiment inexistante car bien trop lente (Boulton, 2003). Sur les moûts, le SO₂ libre inhibe l'oxydation enzymatique en bloquant les enzymes catalysant l'oxydation des composés phénoliques. Sur vin, le SO₂ libre limite l'oxydation chimique en agissant sur des intermédiaires des réactions d'oxydation. Il peut par exemple réduire à nouveau les quinones en polyphénols ou réagir avec le peroxyde d'hydrogène (Waterhouse et Laurie, 2006 ;



Figure 15. Mécanismes d'oxygénation du moût (BIVB, 2018)

Oliveira *et al.*, 2011). Le SO₂ a aussi la capacité de piéger l'acétaldéhyde et d'autres composés carbonylés ou cétones, il s'agit de ses formes combinées (Boulton, 2003).

Cependant, l'emploi du SO₂, dans la protection des vins blancs à l'oxydation, a ses limites. Une auto-oxydation des sulfites est possible en présence de catalyseurs comme le fer. Cette réaction produit un radical, le SO₄^{•-} au pouvoir oxydant similaire à celui du radical hydroxyle (Danilewicz, 2007). La formation de ce radical hautement réactif est inhibée par les composés phénoliques. Danilewicz conclut donc que c'est lorsque les composés phénoliques et les sulfites sont présents en même temps que la capacité antioxydante est la plus forte (Danilewicz, 2007). Il a aussi été montré que des réactions d'oxydation du SO₂ pouvaient mener à la formation de molécules de 2-aminacétophenone à l'origine de l'oxydation prématurée de certains vins (Hoenicke *et al.*, 2002 ; Roullier-Gall *et al.*, 2017). Il convient donc d'adapter les doses de SO₂ et le moment de son ajout.

5.1.2. Le glutathion

Le glutathion est un tripeptide, antioxydant, déjà présent dans les baies de raisin et découvert pour la première fois en 1989 (Cheynier *et al.*, 1989). Il agit contre les mécanismes oxydatifs du vin en piégeant les quinones (cf. 2.3), mais également en protégeant les composés aromatiques du vin comme les terpènes les esters ou encore les thiols volatils (Lavigne et Dubourdiou, 2002). L'ajout de glutathion est interdit sur moût ou sur vin mais le vinificateur peut utiliser des levures inactivées riches en glutathion.

5.1.3. L'acide ascorbique

L'acide ascorbique est utilisé comme antioxydant en association avec le SO₂. Il réagit très rapidement avec l'oxygène moléculaire en présence des ions fer et cuivre, catalyseurs de la réaction. Cela conduit à la formation d'eau oxygénée, puissant oxydant. Son utilisation en association avec le dioxyde de soufre qui est chargé d'éliminer l'eau oxygénée formée, permet de préserver ainsi les constituants de l'oxydation. Cependant, si le dioxyde de soufre est en quantité insuffisante, l'utilisation de l'acide ascorbique pourra avoir l'effet inverse de celui souhaité (Ribéreau-Gayon *et al.*, 2012). Certains travaux ont également montré l'implication de l'acide ascorbique dans la formation du sotolon (cf. 3.2) (Pons, 2010).

5.2. Oxygénation et collage du moût

Il existe deux stratégies de gestion de l'oxygène en phase pré-fermentaire. La première stratégie consiste à protéger tous les composés oxydables tout au long du processus de vinification et ce, dès le pressurage. À l'inverse, l'oxygénation du moût a pour objectif d'oxyder une grande partie des substances oxydables puis de les éliminer ensuite au débourage après précipitation. Cette technique permet de diminuer la charge polyphénolique très tôt dans l'itinéraire technique pour ne pas risquer une oxydation *a posteriori* dans le vin (**Figure 15**) (Fargueton *et al.*, 2014). Des travaux réalisés sur plusieurs cépages blancs comme le Sauvignon n'ont montré aucune différence organoleptique entre un pressoir pneumatique traditionnel et un pressoir complètement inerté, bien que l'oxygénation ait entraîné une disparition de certains précurseurs d'arômes variétaux comme les thiols (Roland, 2010). Le Chardonnay étant un cépage à faible teneur en arômes variétaux, il est un bon candidat à cette pratique.

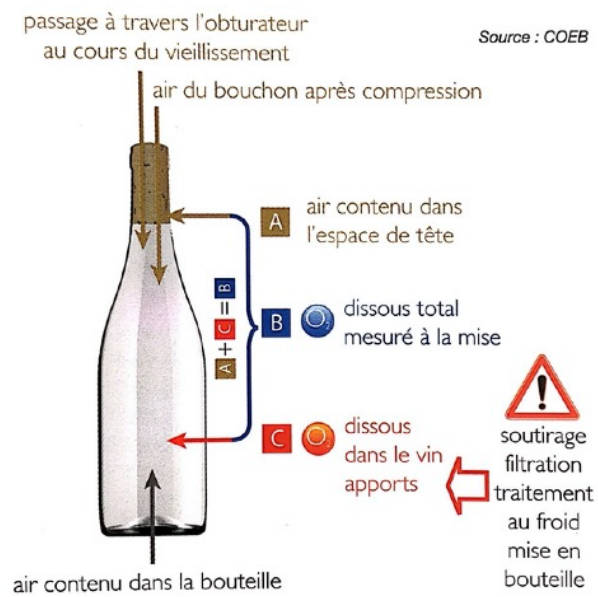


Figure 16. Les différentes sources d'oxygène dans une bouteille (BIVB, 2012)

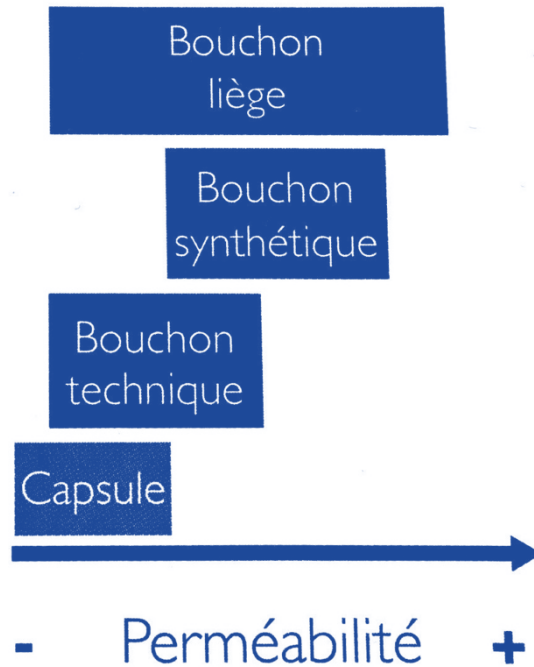


Figure 17. Perméabilité des différents types d'obturateurs (BIVB, 2018)

5.3. Obturateurs « technologiques » et emploi de gaz inertes

L'oxygène contenu dans une bouteille à différentes origines. Il provient de l'oxygène dissous déjà présent dans le vin au moment de la mise en bouteille et qui résulte principalement des apports pendant les phases dynamiques du traitement du vin (soutirage, filtration etc.). Il provient également des apports d'oxygène pendant l'étape de mise en bouteille qui cumule plusieurs sources. Il y a l'air contenu dans l'espace de tête (0,2 à 2mg/l), l'air contenu dans la bouteille vide lorsque celle-ci n'est pas inertée mais aussi l'air libéré par les bouchons après compression (Vidal *et al.*, 2004). Enfin, il y a un passage progressif d'oxygène au travers du bouchon au cours du vieillissement (**Figure 16**). On considère qu'une mise en bouteilles est sous contrôle lorsque l'oxygène total (TPO) en bouteille a une valeur inférieure à 2 mg/L (Vidal *et al.*, 2004).

La maîtrise des apports d'oxygène à chaque manipulation du vin et surtout au moment de la mise en bouteille est donc primordiale pour limiter les risques d'oxydation.

L'emploi de gaz inertes permet de limiter la dissolution d'oxygène dans le vin. Les gaz autorisés sont l'azote, le dioxyde de carbone et l'argon. Le CO₂ a une très forte solubilité dans le vin, 4L/hL, contre 1,8L/hL pour l'azote (Ribéreau-Gayon, 2012). L'utilisation de CO₂ pour l'inertage entraîne un enrichissement du vin en ce composé pouvant modifier ses qualités organoleptiques. À l'inverse, l'utilisation d'azote entraîne une diminution sensible en CO₂ pour des cuves remplies à 50% environ (Ribéreau-Gayon, 2012). L'utilisation d'un mélange N₂ - CO₂ permet donc de limiter à la fois l'évaporation du CO₂ dissous et donc indirectement la dissolution d'oxygène mais aussi d'augmenter la densité du gaz injecté, réduisant alors l'entrée d'oxygène (Vidal *et al.*, 2004). Les gaz inertes peuvent être utilisés dans tout le système que ce soit au niveau des pompes, des tuyaux ou encore des cuves. Les bouteilles peuvent aussi être inertées à la mise, avant envoi du vin. La diminution des apports en oxygène est d'autant plus importante que le temps d'inertage est long (Vidal *et al.*, 2004).

Le choix de l'obturateur, lieu d'échange des gaz entre l'espace de tête et l'air ambiant, est aussi un moyen de limiter les risques d'oxydation. En 1 an, les bouchons apportent entre 0,5 et 3 mg/L d'oxygène (Vidal, 2017). Trois grands types de bouchons existent sur le marché parmi lesquels se trouvent les bouchons en liège (naturels ou agglomérés), les bouchons technologiques et les bouchons synthétiques. Au sein de ces catégories, chaque obturateur se définit par son Oxygen Transfer Rate (OTR), calculé en cm³ d'O₂ par jour. Les bouchons technologiques ont souvent des perméabilités inférieures à celles des autres bouchons (**Figure 17**). De plus, tout comme les bouchons synthétiques et agglomérés, les bouchons technologiques se sont avérés être plus homogènes que les bouchons en liège naturel (Lopes *et al.*, 2007).

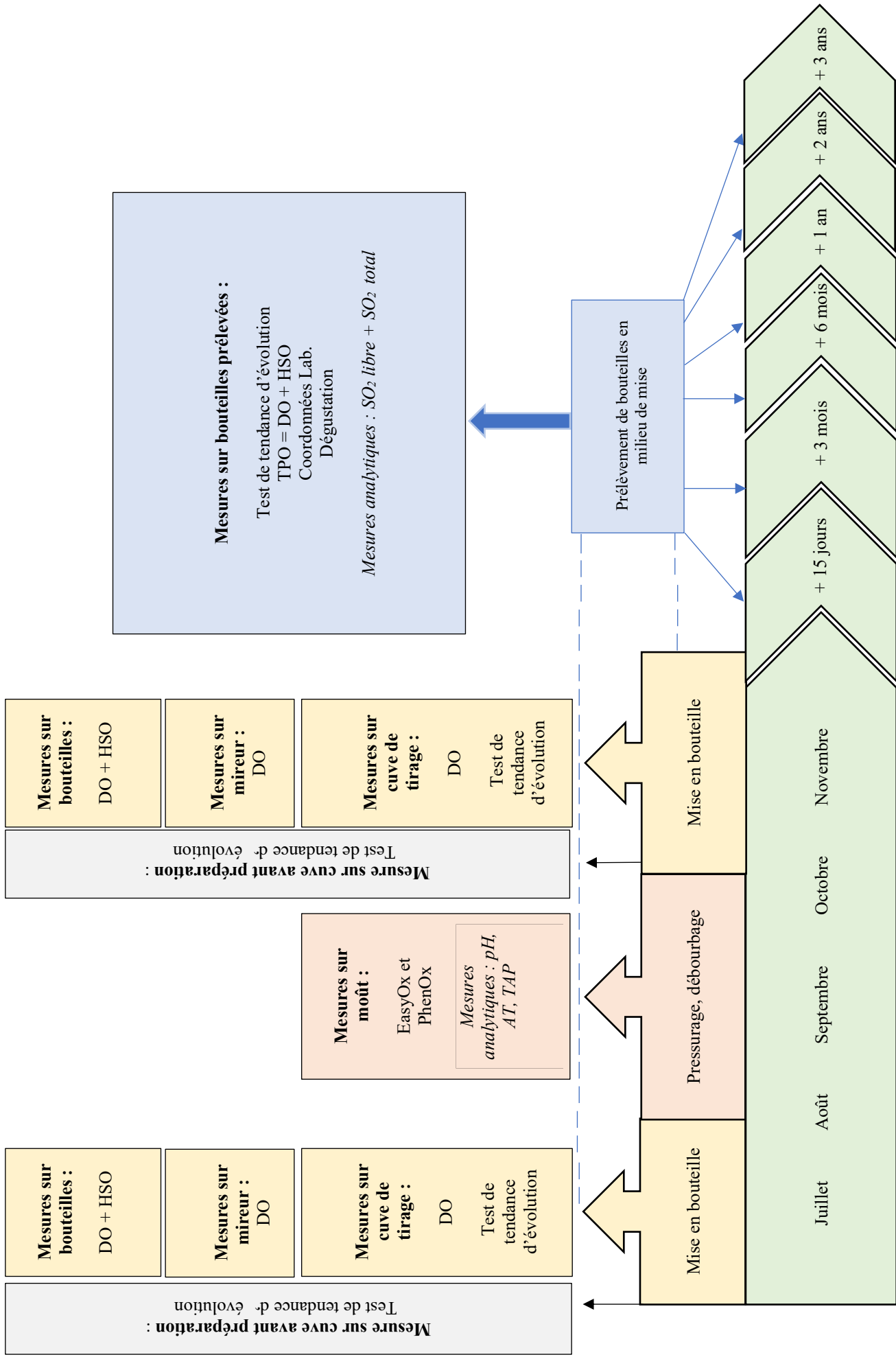


Figure 18. Chronologie des différentes mesures effectuées au sein du réseau

Partie 2 : Matériel et méthodes

1. Construction du réseau partenaire

Objectif : Le premier objectif du projet a été de construire un réseau de caves pilotes, lieu d'expérimentation pour nos mesures avec l'outil PolyScan. Le réseau a été élaboré dans l'objectif d'être le plus représentatif possible de la Bourgogne en comprenant à la fois des caves coopératives, des négociants et des vignerons répartis de Chablis jusque dans le Mâconnais.

Méthode : Début juin, un annuaire a été établi sur la base des contacts préexistants du BIVB et sur les caves suivies par les œnologues du COEB (Centre Œnologique de Bourgogne). À travers l'envoi de mails de présentation du projet aux sites présélectionnés et un appel aux candidatures *via* le site du BIVB, le réseau s'est créé avec un total de 34 membres début juillet (**Tableau 4**) (**Annexe I**).

	Chablis	Côte de Nuits	Côte de Beaune	Côte Chalonnaise	Mâconnais	TOTAL
Vignerons	6	4	6	2	5	23
Caves coopératives	1		1	1	1	4
Négociants	1		5		1	7
TOTAL	8	4	12	3	7	34

Tableau 4. La diversité et la répartition du réseau VOLTA sur le territoire bourguignon

Parmi ces 34 membres, 7 sont rendus autonomes pour l'utilisation de l'outil PolyScan. Ce sont des sites de taille importante, pour qui, avoir une plus grande souplesse dans la prise de mesures nous semblait intéressante. Pour chacun d'eux, nous avons organisé des formations à l'utilisation de l'outil PolyScan sur leur site de production. Nous leur avons fourni le matériel nécessaire aux différents suivis ainsi que les cahiers de protocole rédigés au préalable.

Enfin, des conventions de partenariat ont été établies pour les 34 membres du réseau afin de garantir le respect de la confidentialité des données ainsi que le bon déroulement de l'étude. Pour cela un numéro d'anonymat à 3 chiffres a été attribué à chacun d'eux.

2. Animation du réseau et retours individuels aux domaines

Objectif : Intégrer le réseau à la recherche par une démarche participative et pédagogique.

Méthode : Chaque vendredi, envois de mails techniques sur le sujet de la longévité des vins blancs et retours réguliers des résultats individuels notamment sur les suivis de pressurage et de mise en bouteilles.

3. Établissement des protocoles de mesure

3.1. Présentation chronologique des mesures effectuées en fonction de l'étape de vie du vin

L'ensemble des mesures effectuées de juin à novembre sont résumées sur une frise chronologique (**Figure 18**).

Partie de l'étude	Variables d'entrée	Variables explicatives	Tests utilisés
Étude du potentiel de la vendange et du process de récolte par les valeurs en phase de remplissage, avant pressurage	PhenOx moyen en phase de remplissage (sur jus de goutte)	Niveau d'appellation, type de récolte, sulfitage de la vendange, foulage Effet site	Kruskal Wallis
		Données de maturité (TAV, rapport S/A, pH, AT)	Régression linéaire
	EasyOx moyen en phase de remplissage (sur jus de goutte)	Niveau d'appellation, type de récolte, sulfitage de la vendange, foulage Effet site	Kruskal Wallis
		Données de maturité (TAV, rapport S/A, pH, AT)	Régression linéaire
Étude des valeurs sur cuve de débordage en fin de pressurage	PhenOx cuve et EasyOx cuve	EasyOx moyen en phase de remplissage PhenOx moyen en phase de remplissage Nombre de rebêches Données de maturité	Régression linéaire
		Sulfitage pendant le process, SO ₂ à la maie, SO ₂ à la cuve, SO ₂ sur raisin, type de récolte, foulage, type de pressoir, cycle de pressurage, durée de pressurage	Kruskal Wallis
Classement des pressoirs	70 individus (70 pressoirs suivis)	Les variables PhenOx (PhenOx moyen, PhenOx remplissage, PhenOxDébut, PhenOxMilieu, PhenOxFin, EvolPhenOxFin, EvolPhenOxMilieu, EvolPhenOx)	-ACP -Clustering : classification ascendante hiérarchique sur les composantes de l'ACP
		PhenOxDébut, PhenOx moyen, EvolPhenOx	Kruskal Wallis Test de Wilcoxon
Caractéristiques et pratiques communes les plus fréquentes pour chaque classe de pressoirs	Classe de pressoirs	TAV, SO ₂ , Type de récolte, foulage, type de cycle de pressurage	Kruskal Wallis Test de Wilcoxon Test du Khi2

Tableau 5. Traitements statistiques réalisés pour la partie résultats et discussions de ce rapport

3.2. Protocoles de mesure pour chaque étape de suivi

L'ensemble des protocoles réalisés à chaque étape de suivi du projet est répertorié en annexe de ce rapport (**Annexe II**). Les mesures ont nécessité l'utilisation du NomaSense PolyScan C200™, du NomaSenseO₂ P300™ et du NomaSenseColor P100™.

4. Établissement des fiches de renseignements nécessaires au paysage des mesures

Objectif : Au cours de son élaboration, le vin subit différentes étapes d'ajouts d'intrants (sulfitage, collage, etc.), différents procédés de vinification (macération, protection du moût, oxygénation, vinification dans différents contenants, etc.). Comme nous l'avons vu dans l'état de l'art, tous ces paramètres ont un impact sur la composition du vin, et par conséquent sur sa stabilité oxydative. Chaque mesure faite doit donc être remise dans son contexte et entourée par ces informations qualitatives qui serviront de variables explicatives dans le traitement des données.

Méthode : Pour cela, des fiches de renseignements ont été établies et complétées à chaque mesure effectuée (**Annexes III, IV, V, VI**).

5. Mise en place des dégustations

Objectif : Le but de cette analyse sensorielle est de pouvoir confronter les données mesurées avec le PolyScan à l'examen sensoriel et d'affirmer ou infirmer un risque d'oxydation prématuré.

Méthode : Une fiche de dégustation à représentation radar avec des critères capables de discriminer les vins, notés sur une échelle de 0 à 5, a été réalisée (**Annexe VII**). Les critères ont été choisis suivant la définition de l'oxydation prématurée, qui se caractérise par une perte de structure donc d'équilibre en bouche et par des notes d'oxydation marquées. Le jury de dégustation dont je fais partie a été construit avec 8 membres du BIVB pour des questions pratiques et organisationnelles, le but étant que ce jury soit toujours le même à chaque dégustation. Il a été formé puis calibré à l'aide de deux vins à chaque dégustation.

6. Tests statistiques utilisés

Les données récoltées (qualitatives et quantitatives) ont été regroupées dans une base de données synthétique sur Excel puis traitées à l'aide du logiciel R-statistique (**Annexe VIII**).

Chaque pressoir suivi a été découpé en 4 périodes pour lesquelles des moyennes de PhenOx et EasyOx ont été calculées :

- Moyennes sur jus de goutte (au remplissage du pressoir)
- Moyennes pour le début du pressurage (déterminé par le calcul : **durée pressoir x ¼**)
- Moyennes pour la fin du pressurage (déterminé par le calcul : **durée de pressoir x ¾**)
- Moyennes pour le milieu du pressurage (valeurs entre le début et la fin du pressurage)

À partir de ces moyennes, de nouvelles variables ont été calculées :

- **EvolPhenOx** = PhenOxFin - PhenOxDébut et **EvolEasyOx** = EasyOxFin - EasyOxDébut
- **EvolPhenOxFin** = PhenOxFin - PhenOxMilieu et **EvolEasyOxFin** = EasyOxFin - EasyOxMilieu
- **EvolPhenOxMilieu** = PhenOxMilieu - PhenOxDébut
- **EvolEasyOxMilieu** = EasyOxMilieu - EasyOxDébut

Des statistiques descriptives, Anova à 1 facteur, test de Kruskal-Wallis, tests du Khi 2, tests de Wilcoxon et Analyse en Composantes Principales (ACP) ont été réalisés dans cette étude (**Tableau 5**).

Partie 3 : Résultats et discussions

L'hypothèse du travail mené est qu'un vin blanc ayant une stabilité oxydative importante aura un potentiel de garde élevé. Nous avons vu dans l'état de l'art que les polyphénols jouent un rôle majeur sur la stabilité oxydative de la matrice vin. Pour avoir une idée de l'aptitude au vieillissement d'un vin, il est donc important d'avoir un outil capable d'évaluer leur concentration et leur qualité globale, aux différentes étapes de la vie du vin. Certains outils ont déjà été utilisés dans la littérature (mesures d'oxygène, tests DPPH, test de tenue à l'air, etc.) mais aucun n'est réellement capable d'évaluer la sensibilité à l'oxydation des vins et de suivre son évolution, à l'aide de mesures en temps réel. C'est la raison pour laquelle nous testons dans ce travail l'apport de l'outil PolyScan.

Pour des questions d'organisation, de temps et de moyens, le projet n'a pu englober cette année l'ensemble des étapes de la vie du vin. Seules les étapes pré-fermentaires et de mise en bouteille, étapes clefs du process ont été suivies. Les mesures faites au cours des mises en bouteille sont à mettre en perspective avec l'analyse sensorielle. La mise en place des dégustations ayant demandé plus de temps que prévu pour former le jury et le calibrer et les données étant encore peu nombreuses (à peine 3 mois après les premières mises), les résultats ne sont pas exploitables pour l'heure et seront donc présentés que de façon succincte.

Dans ce rapport seuls les résultats obtenus sur les étapes pré-fermentaires seront présentés de façon approfondie.

1. État des lieux de la sensibilité à l'oxydation des vins au moment de la mise en bouteille grâce aux TE et suivis des lots par dégustation

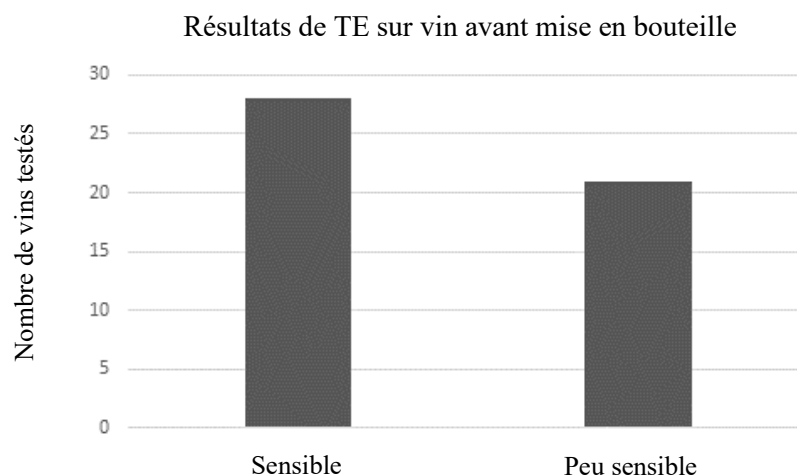


Figure 19. Résultat de sensibilité à l'oxydation des vins testés avant mise en bouteilles sur différents sites du réseau

Des tests de tendance d'évolution ont été réalisés sur 49 vins du réseau, à la cuve, avant mise en bouteille. Ces vins provenaient pour la majorité du millésime 2019 et quelques-uns du millésime 2018. Parmi eux, 28 se révèlent être sensibles à l'oxydation contre 21 peu sensibles (Figure 19). Cela met en évidence une différence de potentiel de longévité avant même la dernière étape technologique de mise en bouteille et le début de conservation et de vieillissement des vins. Malgré ce constat, à ce jour nous ne pouvons pas encore faire de liens entre la sensibilité de certains lots avec le process de vinification en amont car peu d'informations nous a été fournie sur le passé de ces vins. De plus, ces résultats sont difficiles à interpréter sans suivis complet des lots dans le temps car comme précisé dans

la partie 2 de ce rapport, le test TE informe sur la sensibilité du vin vis-à-vis des phénomènes oxydatifs à l'instant où la mesure est effectuée, mais ne donne pas d'indication sur l'état d'oxydation du vin. Nous avons donc uniquement ici une information sur le potentiel du vin à la cuve, potentiel qui sera ensuite mis à l'épreuve. Les cuvées qualifiées de sensibles pourront faire l'objet de suivis plus précis l'année prochaine.

Au sein des 49 cuves de vin prêt à la mise testées, 17 ont pu être suivies au cours de l'étape de mise en bouteille. Les résultats des mesures d'oxygène au cours de la mise en bouteille sont importants à prendre en compte pour évaluer l'impact des conditions de mise sur l'évolution oxydative des vins.

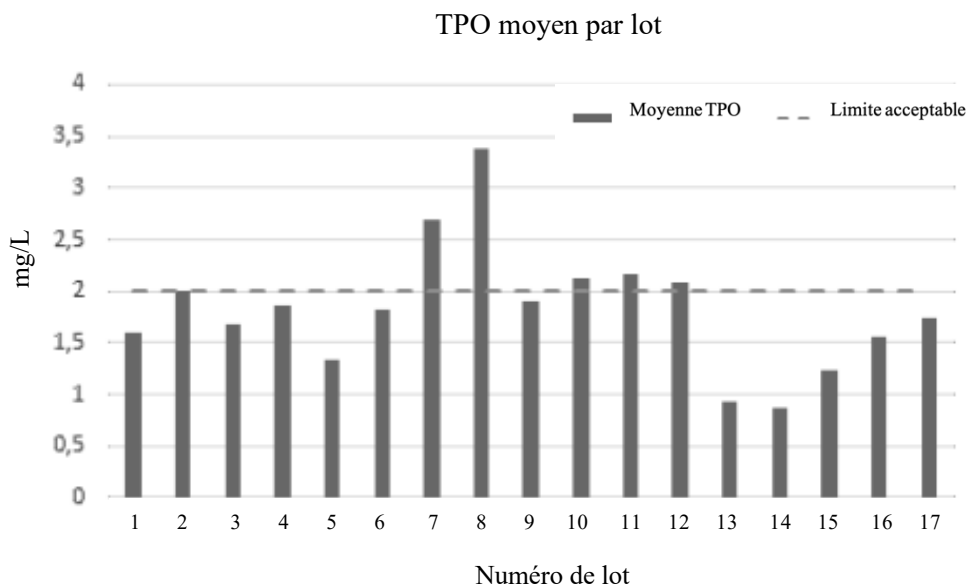


Figure 20. Suivi d'oxygène total moyen en bouteille sur 17 lots pendant l'étape de mise

Globalement, le processus est maîtrisé d'après Vidal *et al* (2004) car la plupart des lots suivis ont des TPO moyen < 2mg/L (**Figure 20**). Comme précisé dans la bibliographie, il faut bien distinguer l'oxydation prématurée d'un défaut classique de vinification, du vieillissement normal ou d'un défaut d'oxydation lié à la conservation. Plus tard, en cas de défaut d'oxydation détecté à la dégustation sur les bouteilles d'un lot, ces résultats permettront d'éliminer l'hypothèse d'une oxydation liée à un problème pendant la mise en bouteilles. On constate néanmoins que le lot numéro 8 présente une moyenne de TPO en bouteille au-delà de 3 mg/L. En réalité, cela est dû à un taux d'oxygène dissous présent initialement en cuve déjà très important. Il ne s'agit donc pas d'un problème à la mise en bouteille mais d'un problème de gestion de l'oxygène en amont.

Les lots à la fois qualifiés de sensibles (**Figure 19**) et présentant des TPO > 2 mg/L sont supposés plus à risque. Le suivi dans le temps des bouteilles prélevées sur ces lots sera important pour vérifier cette hypothèse. À ce jour, seules les dégustations sur bouteilles à + 15jours et +3 mois ont été faites pour les 17 lots. Aucune bouteille dégustée n'a présenté de signes d'oxydation. Ce travail, débuté cette année sur des millésimes 2019 et 2018, sera à poursuivre sur les lots suivis au pressurage en 2020 pour avoir un suivi complet. L'objectif est de pouvoir confronter les résultats de pressurage aux résultats de TE, de mise en bouteille et d'analyse sensorielle.

Pour continuer d'acquérir des données sur des vins de Bourgogne, et notamment via le test TE, une étude est prévue l'année prochaine avec l'Observatoire de la qualité des vins du BIVB, qui évalue chaque année plus de 1 000 vins prélevés dans le commerce dans le monde. Cet observatoire permet de récupérer des bouteilles à défauts d'oxydation pour les caractériser.

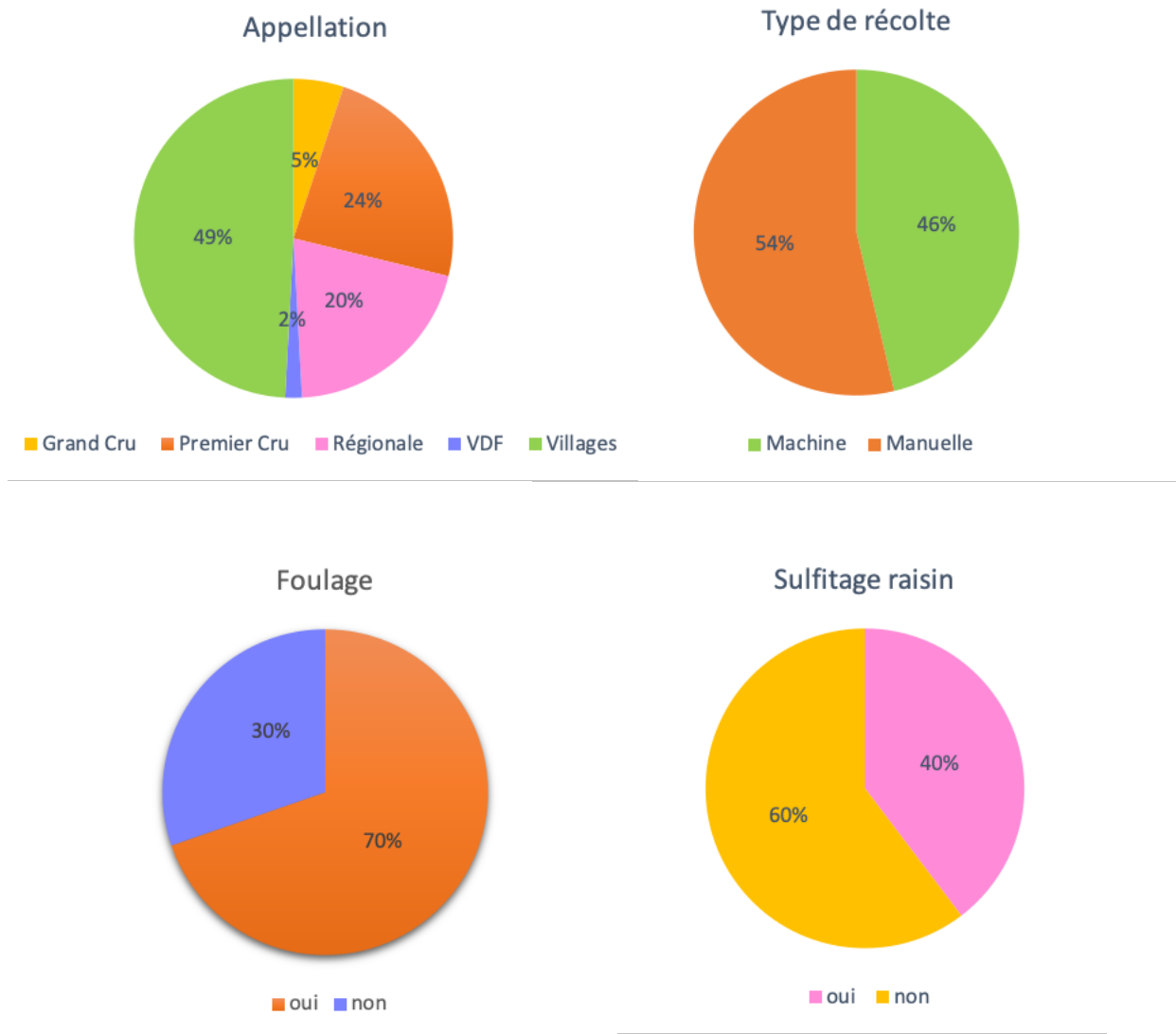


Figure 21. Diversité des pratiques du réseau au moment de la vendange avant le pressurage

2. État des lieux des pratiques au pressurage

2.1. Étude du potentiel de la vendange et du process de récolte par les valeurs en phase de remplissage, avant pressurage

Pour l'étude, 70 pressoirs ont été suivis sur différentes appellations. On constate qu'il existe une diversité des pratiques au moment des vendanges. 40% des sites sulfitent leur vendange contre 60% qui ne le font pas. 70% effectuent un foulage. Enfin, 46% ont vendangé mécaniquement contre 54% manuellement (**Figure 21**). Dans cette partie, on s'intéresse aux valeurs de PhenOx et d'EasyOx des jus de goutte, avant que le cycle de pressurage n'ait commencé.

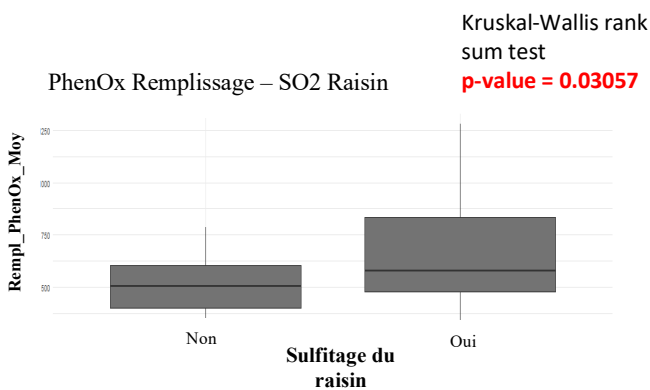


Figure 22. Impact du sulfitage de la vendange sur la teneur en PhenOx

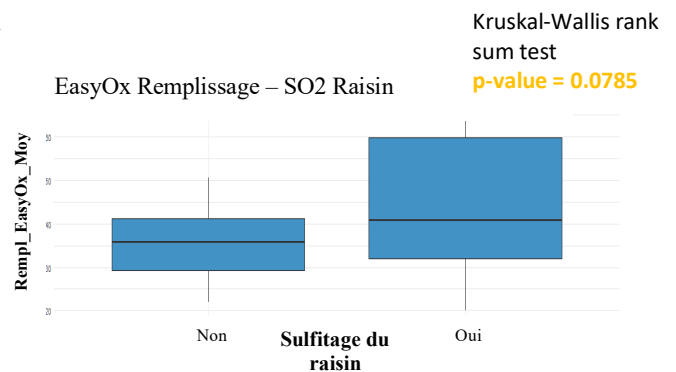


Figure 23. Impact du sulfitage de la vendange sur la teneur en EasyOx

L'apport de SO₂ sur raisin augmente les teneurs en polyphénols (PhenOx) de façon significative (**Figure 22**) et amène à des valeurs fortes de composés facilement oxydables (EasyOx) (**Figure 23**). Ces résultats sont en accord avec la bibliographie. Le SO₂ à la vendange protège de l'oxydation en bloquant les enzymes catalysant l'oxydation des composés phénoliques et son pouvoir solvant entraîne une extraction plus forte.

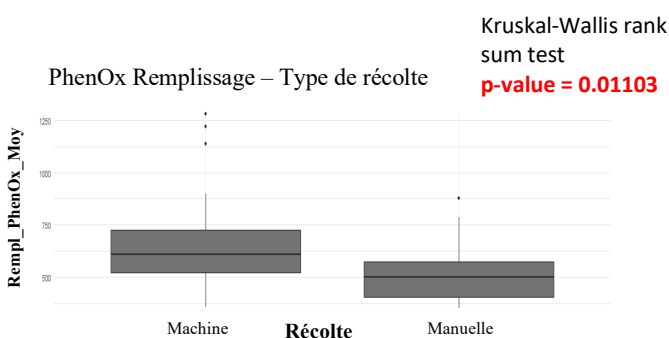


Figure 24. Impact du type de récolte sur la teneur en PhenOx

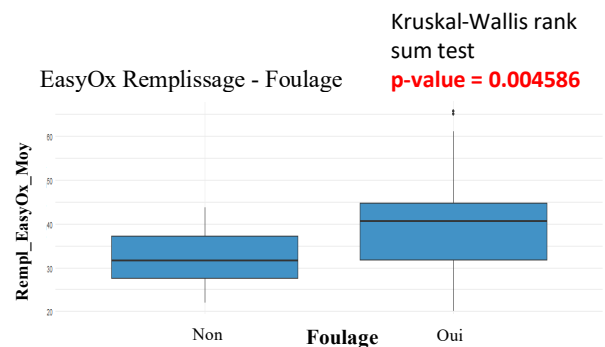


Figure 25. Impact du foulage sur la teneur en EasyOx

Les raisins récoltés en machine présentent des niveaux plus élevés de polyphénols (PhenOx) sur les jus de goutte (**Figure 24**). Ce résultat est sûrement la conséquence d'une trituration de la vendange à l'origine d'une perte d'intégrité des baies de raisin.

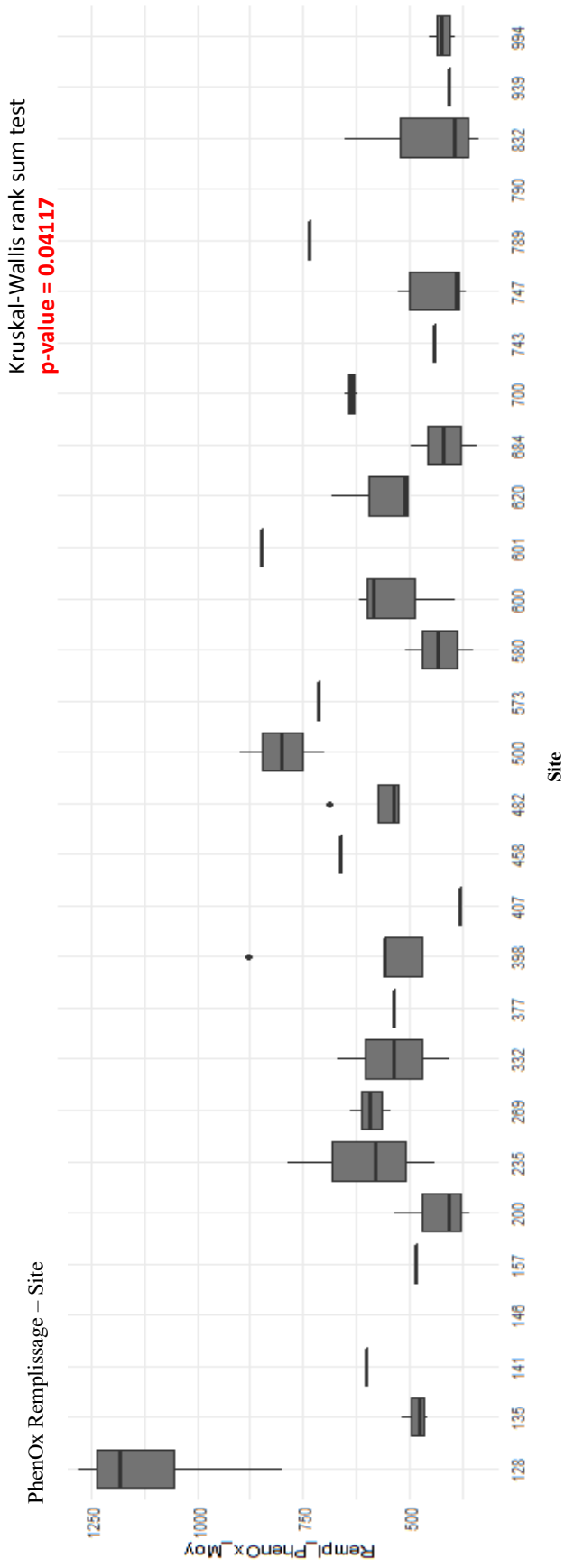


Figure 28. Effet site sur la teneur en polyphénols des jus de goutte

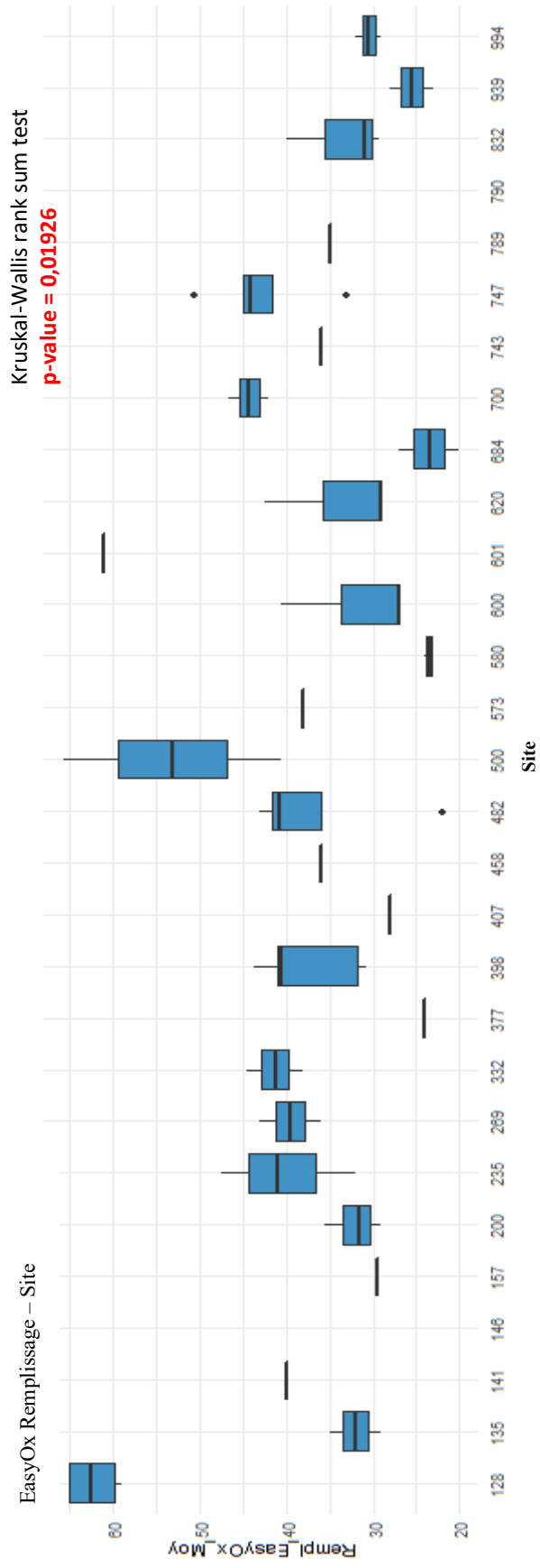


Figure 29. Effet site sur la teneur en composés facilement oxydables des jus de goutte

On observe aussi que le foulage augmente de façon significative les teneurs en composés facilement oxydables (EasyOx). En effet, le foulage permet une libération importante des composés de la pulpe dont font notamment partie les acides hydroxycinnamiques (Ribéreau-Gayon *et al.*, 2012), particulièrement oxydables et à l'origine du brunissement des moûts (Cheynier *et al.*, 1995).

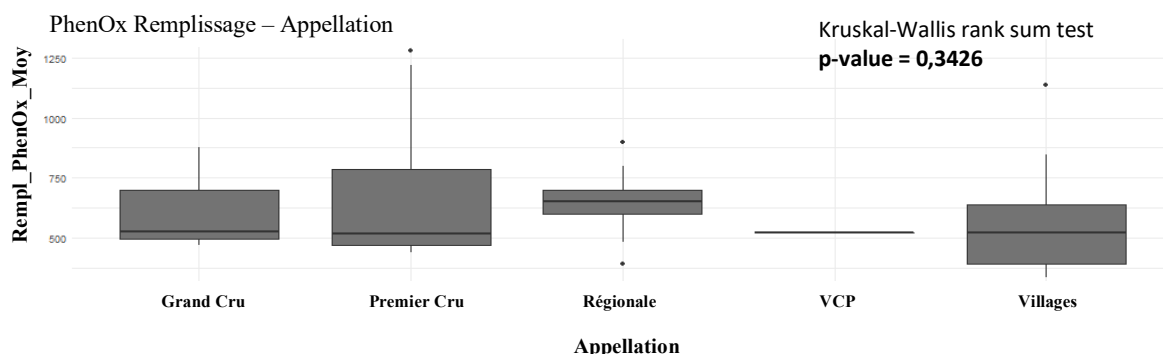


Figure 26. Impact du niveau d'appellation sur la teneur en polyphénols des jus de goutte

Les niveaux d'appellation n'ont pas d'effet significatif ($p\text{-value} > 0,05$) sur la teneur en polyphénols des jus de goutte. Ce résultat est intéressant dans une région où la hiérarchie pyramidale des appellations a autant d'importance et où les vins les plus hauts placés dans cette hiérarchie ont souvent été victimes de retours négatifs pour des oxydations prématurées.

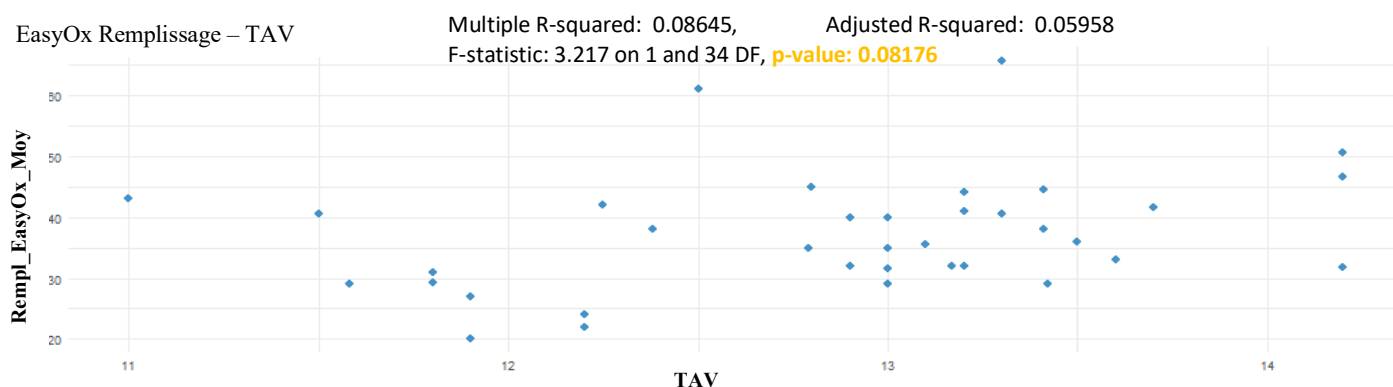


Figure 27. Impact du niveau de maturité sur la teneur en EasyOx du jus de goutte

	p-value
EasyOx Remplissage TAV	0.08176
EasyOx Remplissage pH	0.4894
EasyOx Remplissage AT	0.135
EasyOx Remplissage S/A	0.1059
PhenOx Remplissage TAV	0.6241
PhenOx Remplissage pH	0.4518
PhenOx Remplissage AT	0.9877
PhenOx Remplissage S/A	0.8634

Les données de maturité (TAV, Rapport S/A, pH, AT) n'ont pas d'effet significatif ($p\text{-value} > 0,05$) sur la concentration en polyphénols totaux (PhenOx) et composés facilement oxydables (EasyOx) des jus de goutte (**Tableau 6**). On observe cependant que les raisins avec des TAV plus élevés présentent en moyenne une teneur en composés facilement oxydables supérieure (**Figure 27**).

En s'intéressant aux sites, on constate qu'il existe des différences significatives entre chacun d'eux sur les teneurs en polyphénols (**Figure 28**) et composés facilement oxydables (**Figure 29**) des jus de goutte. Les sites 128 et 500 se détachent tout particulièrement du reste. Il s'agit de sites où le raisin est vendangé à la machine et sulfité de façon importante.

Tableau 6. p-value des différentes régressions linéaires réalisées sur les variables maturité

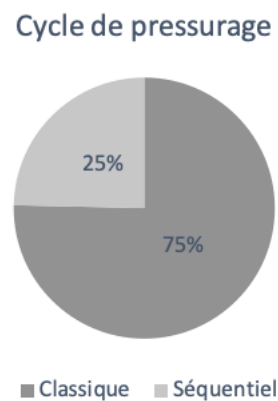
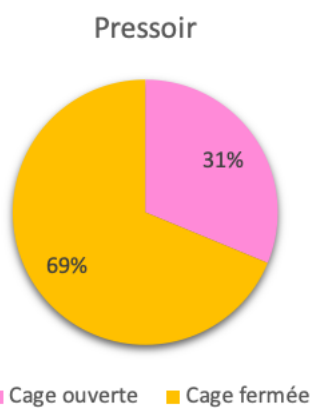


Figure 30. Diversité des pressoirs et des cycles utilisés

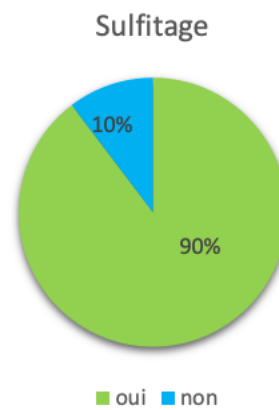
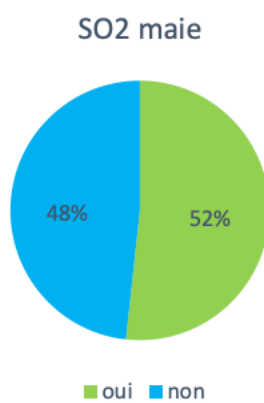
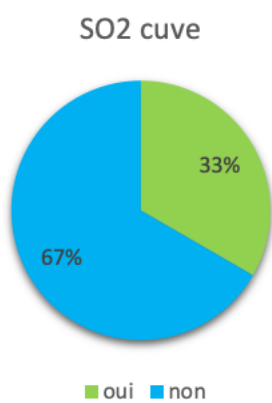


Figure 31. Diversité des pratiques de sulfitage au pressurage

Ces premiers résultats montrent que les variables « Process » (ajout ou non de SO₂ à la vendange, type de récolte et foulage) ont un impact plus fort sur la composition en polyphénols et composés facilement oxydables des jus de goutte que les niveaux de maturité du raisin. Toutefois, ces résultats sont vrais pour le millésime 2020, millésime précoce et chaud. Ils ne le seront peut-être pas forcément pour d'autres millésimes.

2.2. Étude des valeurs sur cuve de débouillage

Pour chacun des 70 pressoirs suivis, des mesures systématiques sur cuve de débouillage, en fin de pressurage ont été faites. La majorité des sites ont travaillé avec des pressoirs à cages fermées et des cycles classiques (**Figure 30**). On constate que seulement 10 % des sites réalisent un pressurage sans sulfitage. Parmi ceux qui utilisent le dioxyde de soufre, presque la moitié en met à la maie et un tiers à la cuve (**Figure 31**).

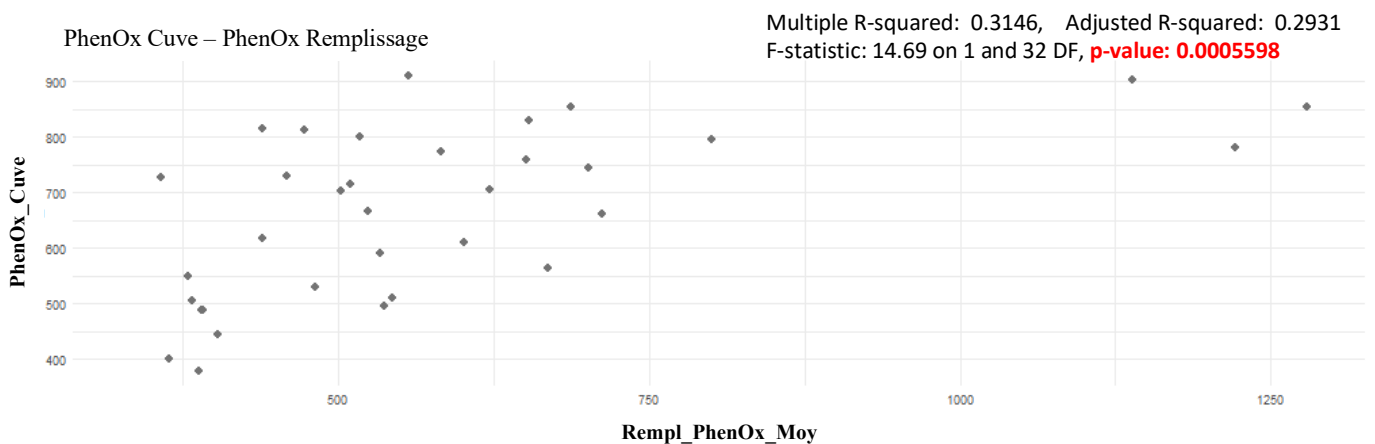


Figure 32. Impact des étapes pré-pressurage sur la teneur en PhenOx de la cuve finale

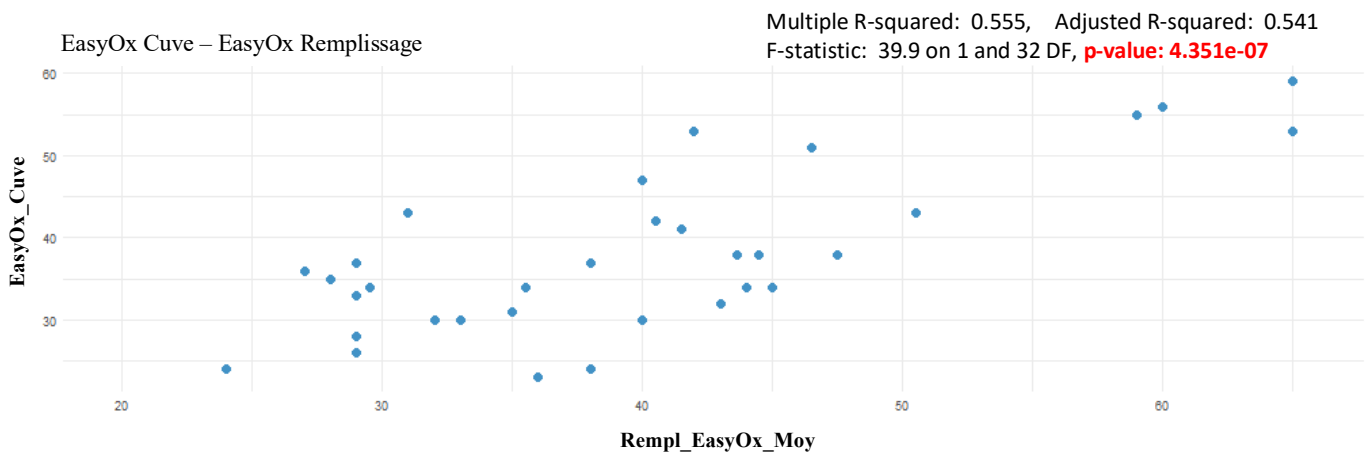


Figure 33. Impact des étapes pré-pressurage sur la teneur en EasyOx de la cuve finale

Dans un premier temps, on constate qu'il y a un effet significatif des teneurs moyennes d'EasyOx et PhenOx des jus de goutte sur les teneurs en cuve finale. De par la proportion importante des jus de goutte dans le volume final observée sur le terrain, on comprend que les phases pré-pressurage orientent directement les valeurs de PhenOx et d'EasyOx en cuve.

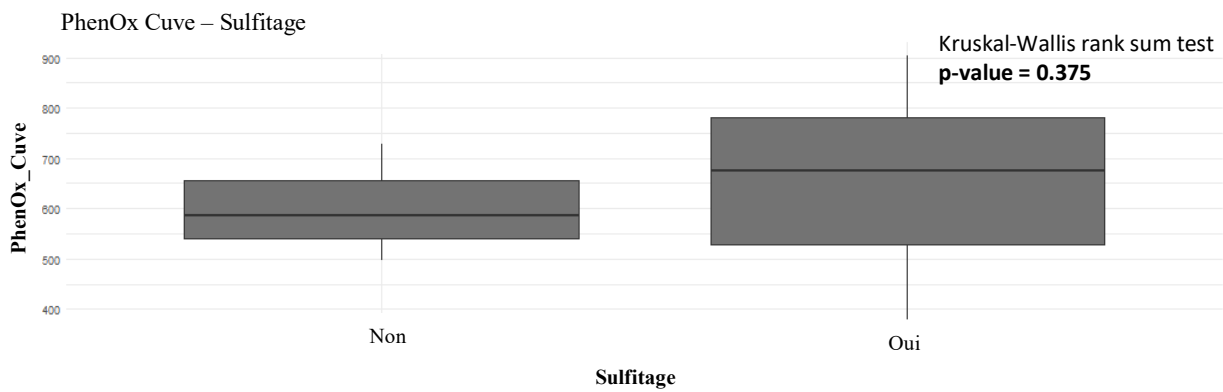


Figure 34. Impact du sulfitage sur la teneur en PhenOx de la cuve finale

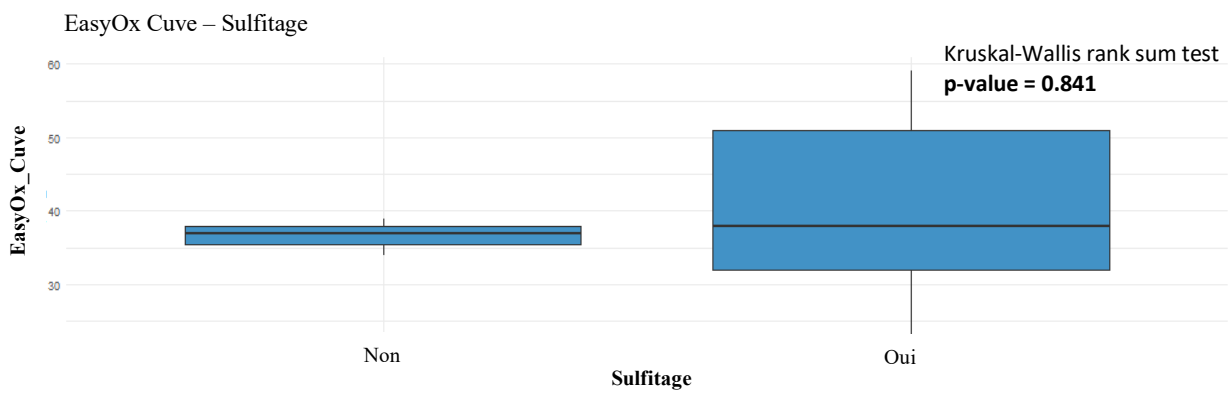


Figure 35. Impact du sulfitage sur la teneur en EasyOx de la cuve finale

L'apport de SO₂ au cours du process n'a pas d'impact significatif sur les teneurs en PhenOx et EasyOx des cuves finales. Toutefois les cuves n'ayant pas reçu d'apport de SO₂ présentent moins de valeurs élevées en polyphénols totaux et composés facilement oxydables (**Figures 34 et 35**). Ces résultats sont cohérents avec la recherche bibliographique qui présente cette technique comme un moyen de diminuer la charge polyphénolique très tôt pour ne pas risquer une oxydation *a posteriori* dans le vin (Fargueton *et al.*, 2014).

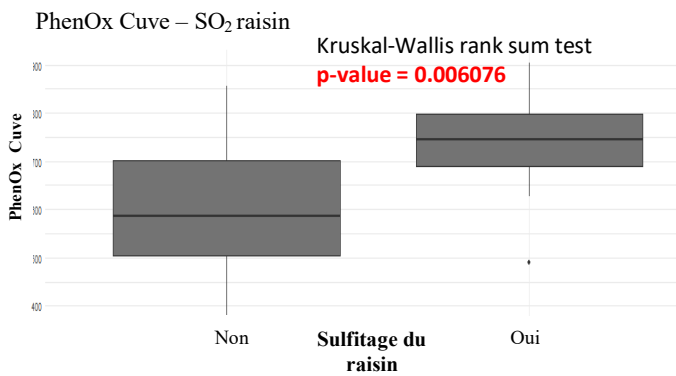


Figure 36. Impact du sulfitage de la vendange sur la teneur en PhenOx de la cuve

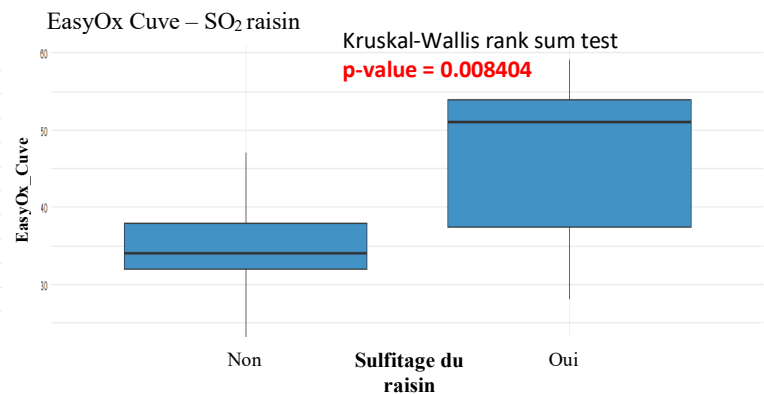


Figure 37. Impact du sulfitage de la vendange sur la teneur en EasyOx de la cuve

Sur ces graphes, on observe que le sulfitage très tôt dans le process sur la vendange, augmente significativement les teneurs en polyphénols et composés facilement oxydables de la cuve finale. Ces résultats sont la conséquence de la propriété solvante du SO₂ permise ici par la présence des baies (action d'extraction) et par sa propriété antioxydante (**Figures 36 et 37**). Ces résultats étaient déjà visibles sur jus de goutte.

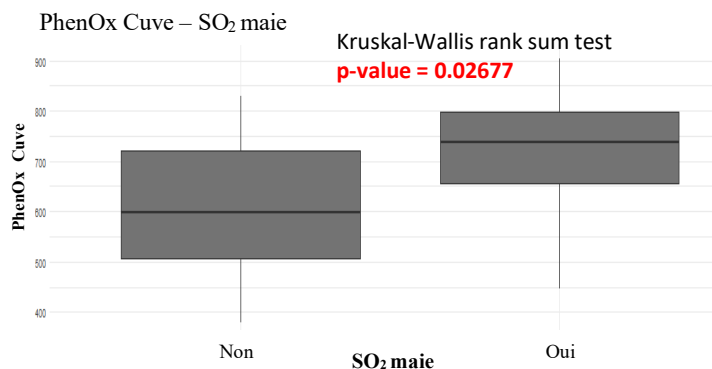


Figure 38. Impact du sulfitage à la maie sur la teneur en PhenOx de la cuve

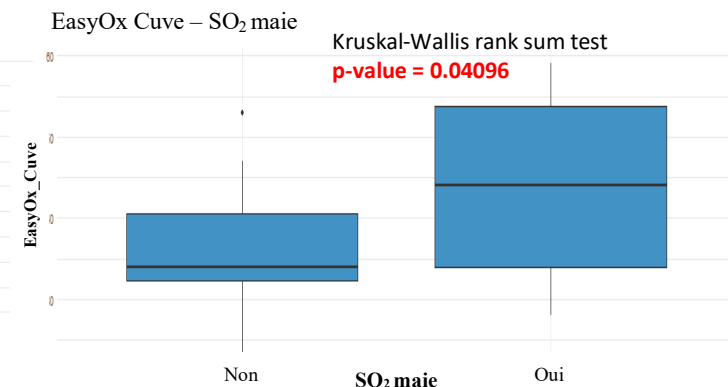


Figure 39. Impact du sulfitage à la maie sur la teneur en EasyOx de la cuve

De façon similaire, le sulfitage à la maie augmente de façon significative la teneur en polyphénols sur cuve finale (**Figure 38**) et préserve les polyphénols de l'oxydation (**Figure 39**). La propriété solvante du SO₂ n'a plus d'effet ici car nous sommes en phase liquide uniquement. Cette protection contre l'oxydation se fait principalement au cours du transfert de la maie à la cuve.

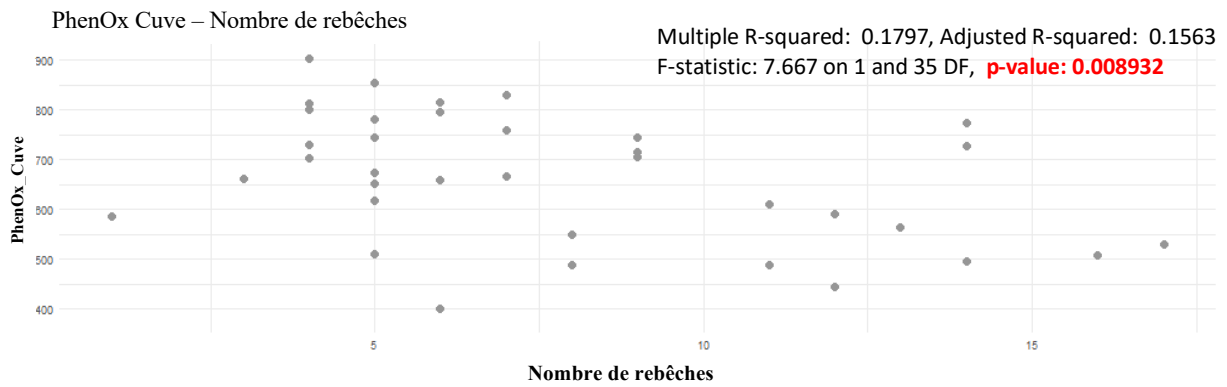


Figure 42. Influence du nombre de rebêches sur la teneur en PhenOx de la cuve finale

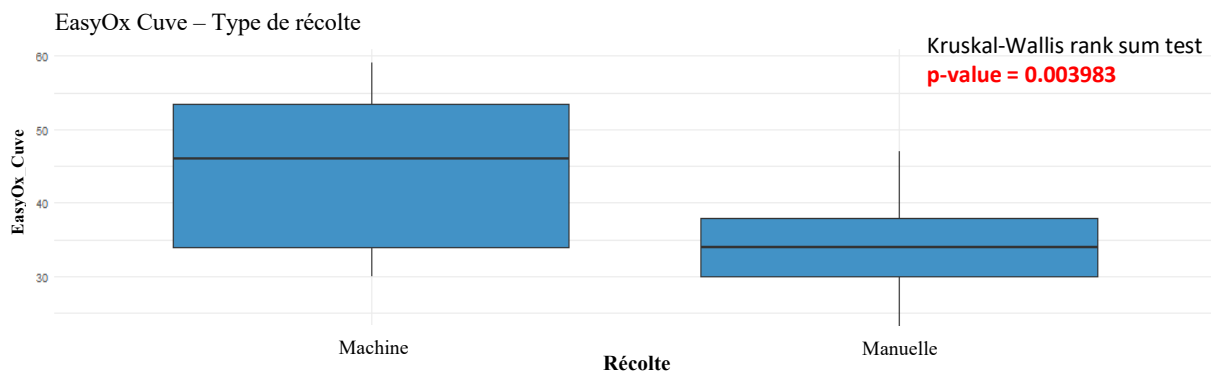


Figure 43. Influence du type de récolte sur la teneur en EasyOx de la cuve finale

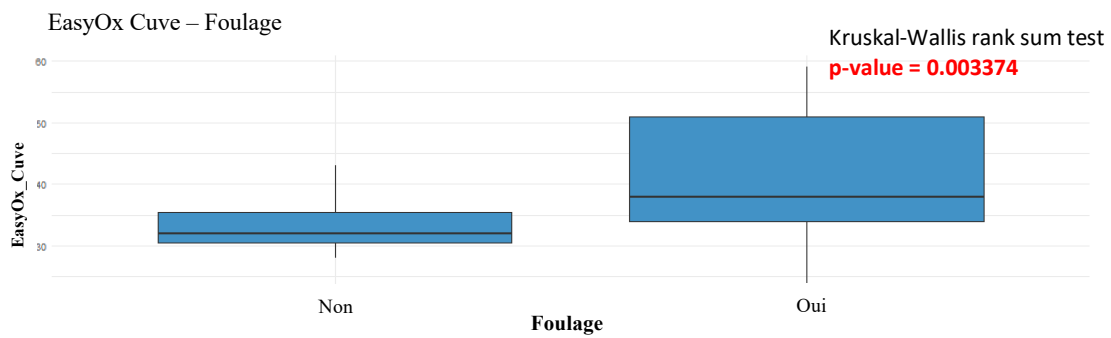


Figure 44. Influence du foulage sur la teneur en EasyOx de la cuve finale

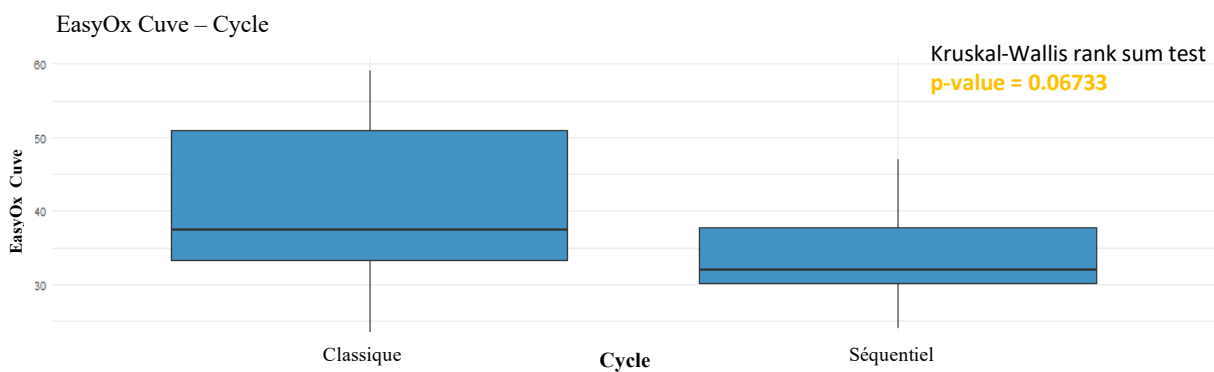


Figure 45. Influence du type de cycle de pressurage sur la teneur en EasyOx de la cuve finale

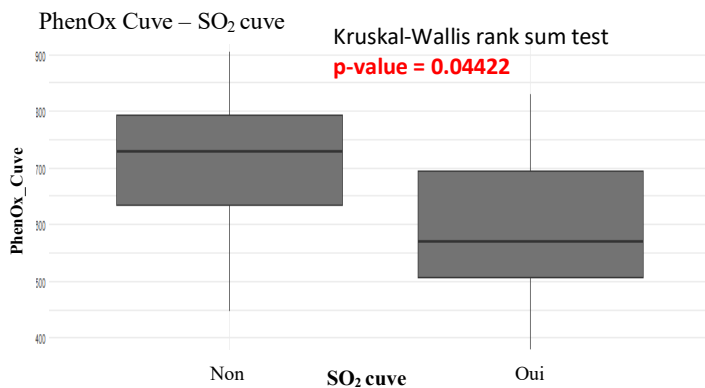


Figure 40. Impact du sulfitage en cuve sur la teneur en PhenOx de la cuve

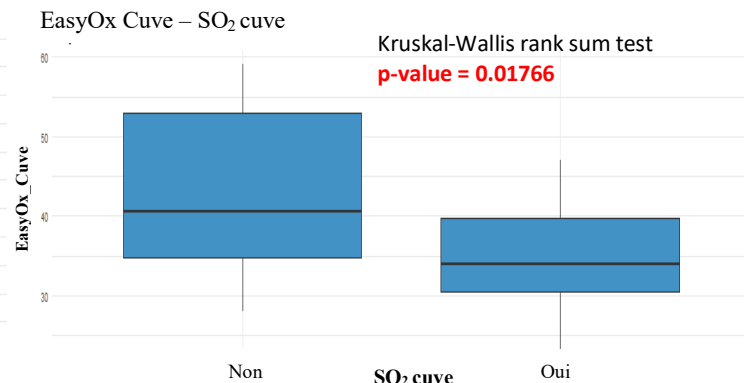


Figure 41. Impact du sulfitage en cuve sur la teneur en EasyOx de la cuve

Nous avons constaté sur le terrain que l'apport de SO₂ en cuve est en général non couplé aux autres apports. Cet apport tardif amène à des teneurs en polyphénols et composés facilement oxydables sur cuve plus basses (**Figures 40 et 41**). Cela s'explique par une oxydation des composés en amont, lorsqu'ils n'étaient pas protégés. La gestion du SO₂ est donc une étape clé. Le moment où il est ajouté affecte directement les teneurs en polyphénols sur cuve. Dans cette étude, nous n'avons pas pris en compte la dose de SO₂ ajoutée à chaque étape ni la fraction de libre présente à chaque fois. Globalement les quantités de SO₂ total ajoutées sur sites étaient de l'ordre 5 g/hL.

Les **figures 43, 44 et 45** montrent que la machine à vendanger, le foulage et les cycles de pressurage classiques augmentent de façon significative les teneurs en composés facilement oxydables. Les process favorisant la trituration entraînent donc des teneurs en composés facilement oxydables supérieures. Sur la **figure 42**, on constate qu'un nombre de rebêches important diminue les teneurs en polyphénols. Ceci est dû au phénomène d'oxydation à chaque rebêches, qui prend le dessus sur l'extraction.

Les résultats de cette partie montrent que les teneurs en polyphénols dans les cuves de débouillage sont liées :

- **Aux teneurs initiales des jus de goutte : Il y a un véritable impact de la phase pré-pressurage.**
- **À la gestion du SO₂ : Les apports sur raisin ou à la maie favorisent des niveaux plus élevés.**
- **Aux phénomènes engendrant des triturations comme le foulage, la récolte mécanique, les cycles de pressurage classiques. Ces triturations auront surtout un impact sur les teneurs en composés facilement oxydables (EasyOx).**

Des tests sur l'influence du type de pressoir (cage ouverte ou cage fermée), sur la durée du pressurage et sur le niveau de maturité du raisin ont également été effectués. Ils ne sont pas présentés dans ce rapport car ils n'ont montré aucun effet significatif sur les teneurs en polyphénols et composés facilement oxydables de la cuve finale.

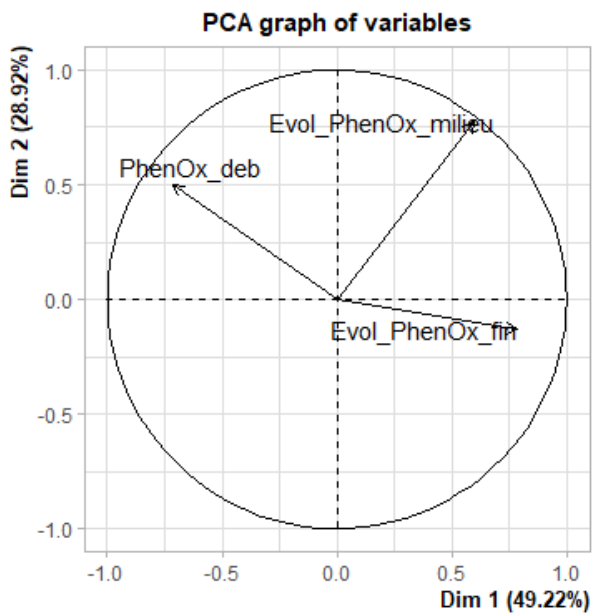


Figure 46. Cercle des corrélations

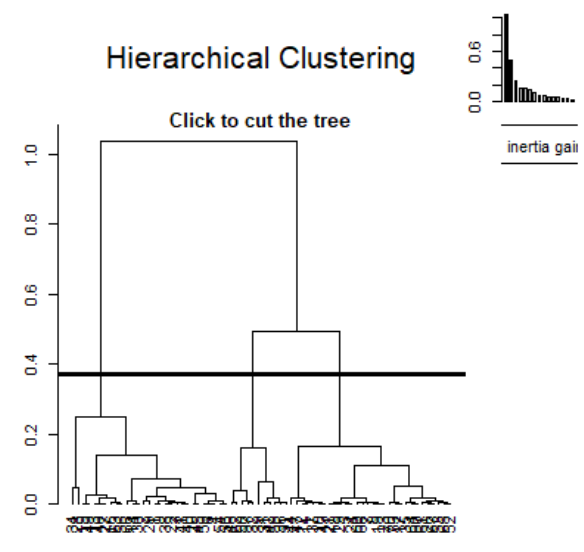


Figure 47. Schéma de la méthode de classification ascendante hiérarchique

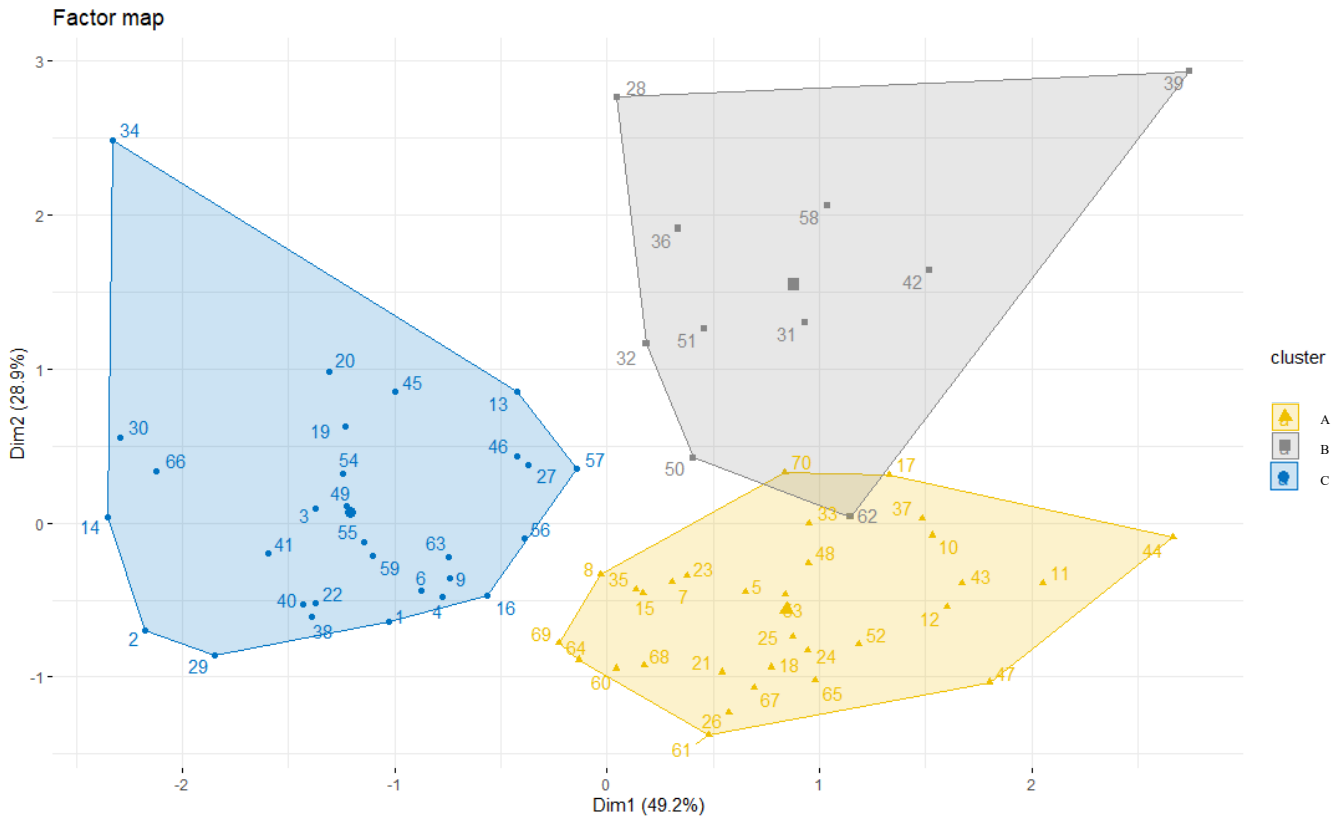


Figure 48. Représentation spatiale des 3 classes de pressoirs

2.3. Classification des pressoirs et étude de leur conduite pour expliquer des teneurs et évolutions de PhenOx et EasyOx au pressurage

2.3.1. Classement des pressoirs

Dans cette partie, une Analyse en Composantes Principales (ACP) a été réalisée sur les variables « PhenOx ». Seules les variables PhenOx Début, EvolPhenOxMilieu et EvolPhenOxFin ont été choisies pour garantir une certaine indépendance des variables contrairement aux valeurs PhenOxMilieu et PhenOxFin qui sont liées entre elles et avec PhenOxDébut (**Figure 46**). Les 2 dimensions choisies pour l'ACP ont une inertie totale de 78,1%. Ainsi, presque 80% de l'information du jeu de données est expliquée par ces 2 composantes principales. Une classification ascendante hiérarchique sur les composantes de l'ACP a ensuite été faite (**Figure 47**), permettant de générer 3 classes (**Figure 48**).

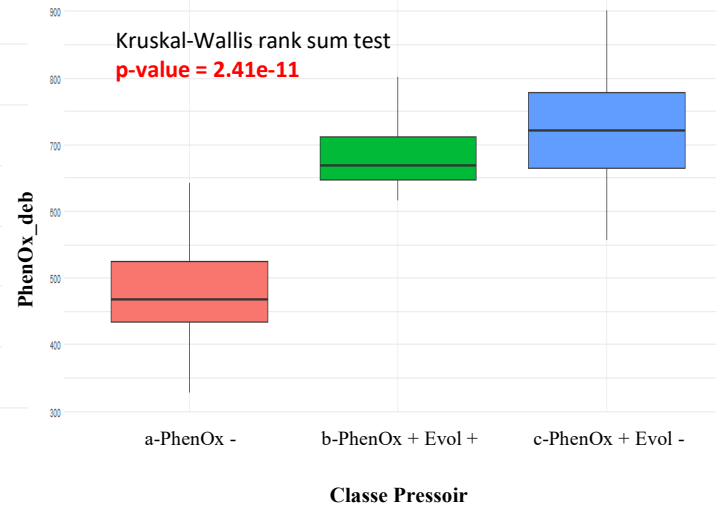
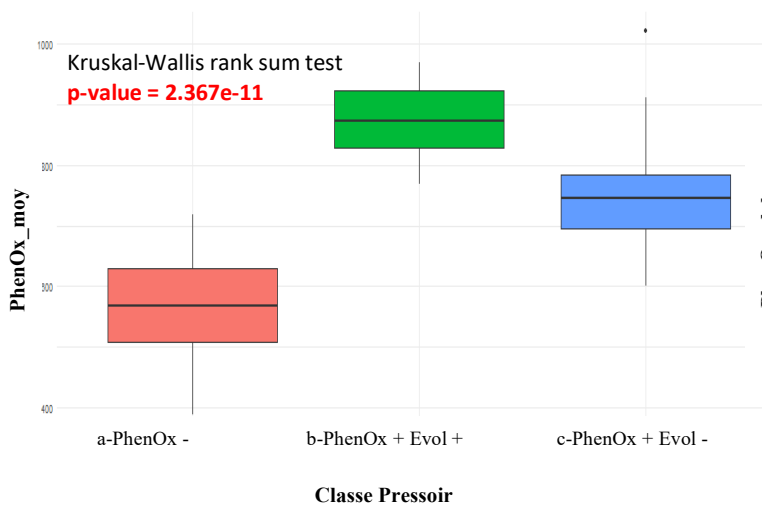


Figure 49. Positionnement des classes de pressoirs au regard du PhenOx moyen

Figure 50. Positionnement des classes de pressoirs au regard du PhenOx moyen de début de cycle

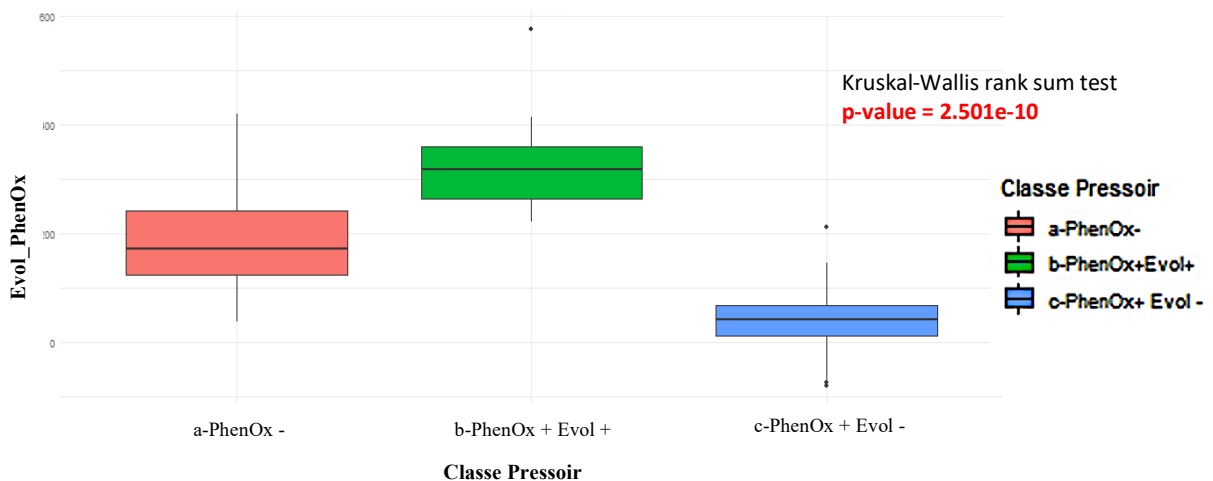


Figure 51. Positionnement des classes de pressoirs au regard de l'évolution des PhenOx au cours du pressurage

Les 3 classes ont des teneurs et des évolutions en polyphénols significativement différentes (**Figures 49, 50, 51**). La première classe (PhenOx-) est caractérisée par des niveaux faibles de polyphénols (**Figures 49 et 50**) avec peu d'évolution au cours du cycle (**Figure 51**). La seconde classe (PhenOx+Evol+) est définie par des évolutions fortes de polyphénols au cours du pressurage (**Figure 51**) et des teneurs moyennes en composés phénoliques supérieures aux autres classes (**Figure 49**). Enfin,

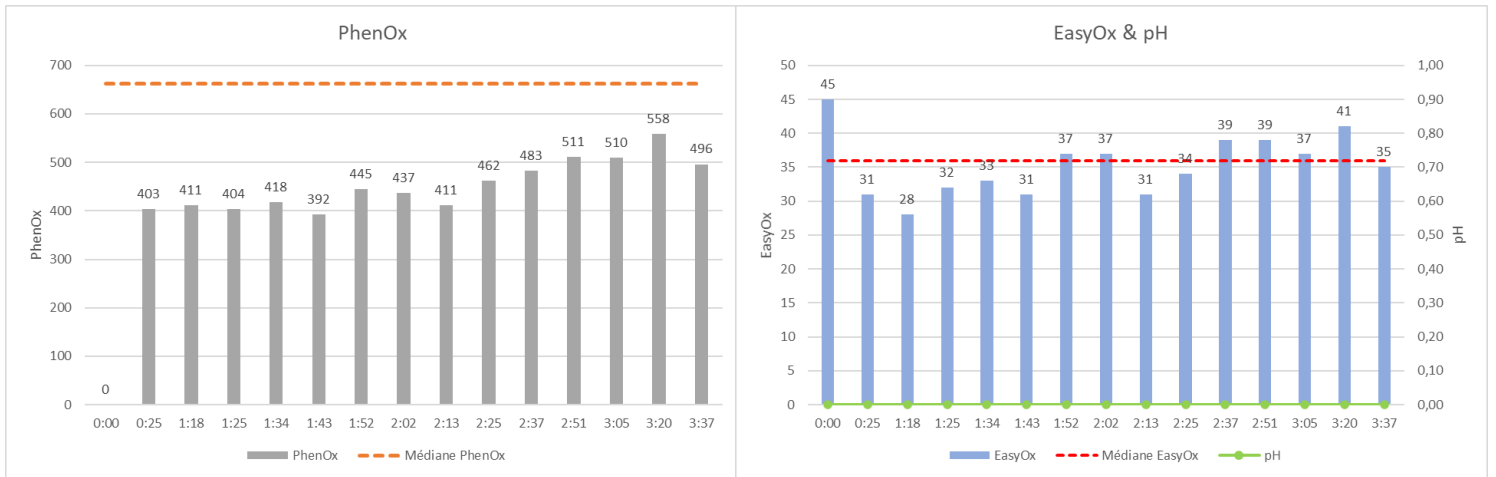


Figure 52. Exemple de pressoir caractéristique de la classe a-

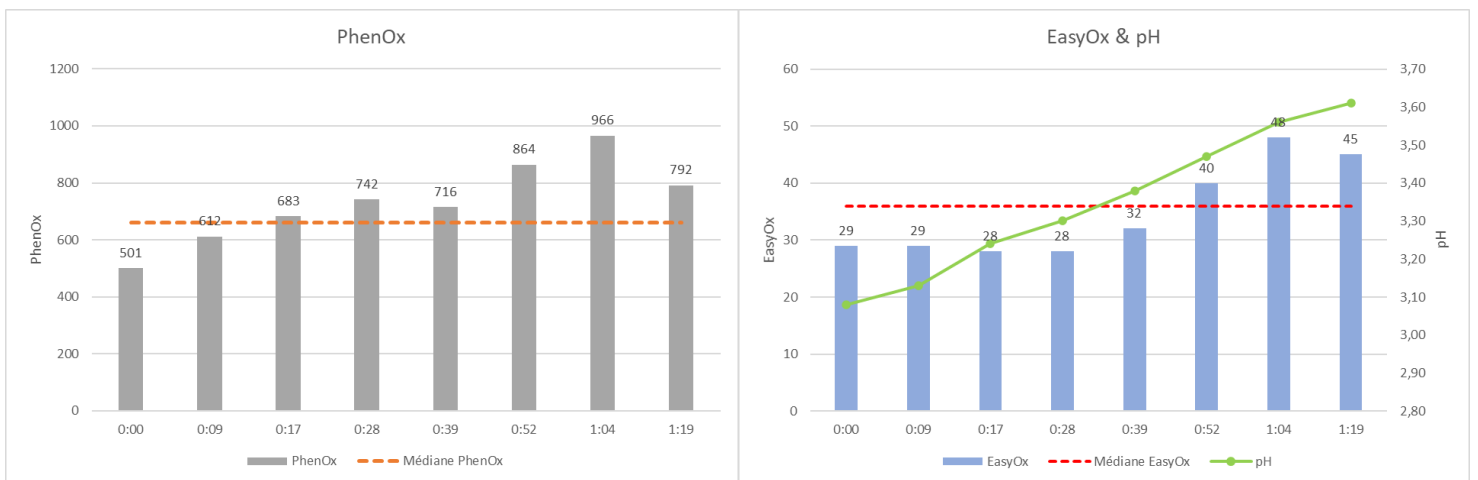


Figure 53. Exemple de pressoir caractéristique de la classe b-

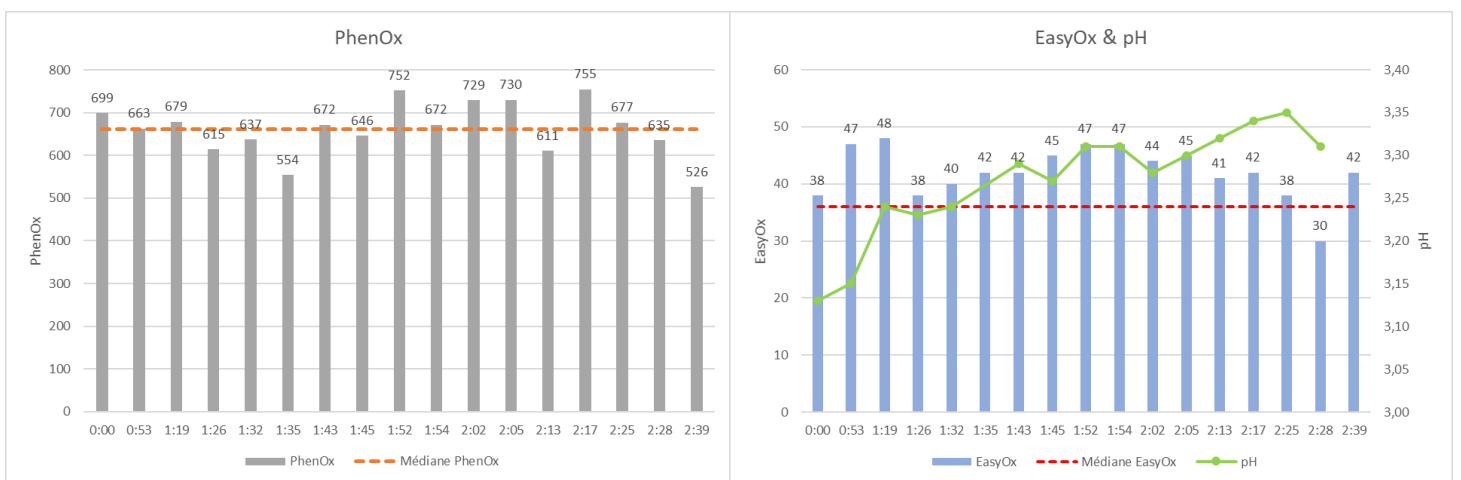


Figure 54. Exemple de pressoir caractéristique de la classe c-

la dernière classe (PhenOx+Evol-) présente peu d'évolution des teneurs en polyphénols pendant le pressurage (**Figure 51**) et des teneurs initiales et moyennes assez élevées (**Figures 49 et 50**).

Un exemple pour chaque grande classe de « pressurage » est représenté **figures 52, 53 et 54**. Ces exemples correspondent à 3 suivis de pressoirs sur 3 sites différents. Les médianes PhenOx et EasyOx, représentées par des pointillées rouges, ont été calculées à partir de l'ensemble des données PolyScan de PhenOx et EasyOx sur Chardonnay dans le monde (fourni par Vinventions).

- Classes a- : On constate que la classe (a-) a des valeurs de PhenOx très en dessous de la médiane du cépage et des valeurs d'EasyOx presque systématiquement en dessous aussi. Cette famille présente des niveaux faibles de polyphénols tout au long du cycle de pressurage. Les polyphénols étant les principaux substrats d'oxydation du vin (Singleton, 1987), il n'y a pas de séparation des jus nécessaire car le risque oxydatif dans cette situation peut être considéré comme faible. Ces pressoirs témoignent d'une bonne gestion des phases de pré-pressurage et de raisins peu concentrés au départ (**Figure 52**).
- Classe b- : Les pressoirs de cette classe sont caractérisés par une forte évolution des teneurs en polyphénols au cours du cycle. Les valeurs débutent juste sous la médiane du cépage et finissent très au-dessus. Dans cette situation, la charge polyphénolique est relativement importante donc d'après la bibliographie, le risque oxydatif peut être considéré comme fort. Cependant, grâce à l'évolution des teneurs au cours du cycle, une séparation des jus est possible pour gérer deux qualités de jus et diminuer ainsi le risque oxydatif du vin (**Figure 53**).
- Classe c- : Cette famille de pressoirs présente des niveaux élevés de polyphénols dès le début du cycle avec des valeurs situées au-dessus de la médiane du cépage. Ces fortes teneurs se maintiennent tout au long du cycle. Ici, aucune séparation des jus n'est possible. Le risque d'oxydation est le plus fort dans cette situation (**Figure 54**).

2.3.2. Caractéristiques et pratiques communes les plus fréquentes pour chaque catégorie

Une fois ces classes caractérisées, on s'intéresse désormais aux éléments retrouvés de façon fréquente et aux pratiques communes au sein de chaque catégorie.

- **Effet maturité : TAV**

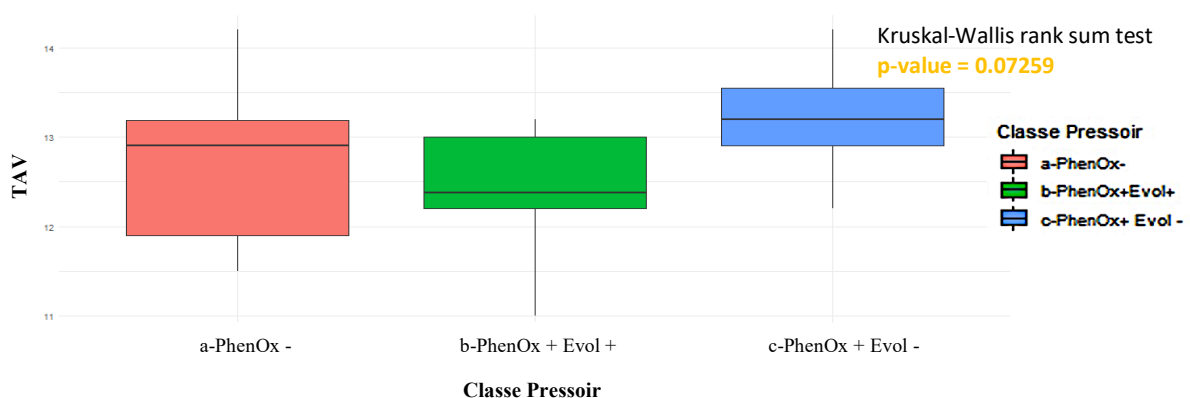


Figure 55. Impact du niveau de maturité sur le classement des pressoirs

Il n'y a pas d'effet significatif de la maturité sur le classement des pressoirs mais on peut tout de même noter des niveaux de maturité supérieurs pour la classe c.

- Effet sulfitage

	non	oui	NA
a-PhenOx-	18	12	1
b-PhenOx+Evol+	4		6
c-PhenOx+ Evol -	13	11	5

Pearson's Chi-squared test
p-value = 0.2217

Tableau 7. Proportion d'utilisation du sulfitage pendant le process pour chaque classe

On constate qu'il n'y a pas d'effet statistiquement significatif de l'apport de SO2 sur raisin par rapport au classement des pressoirs. Toutefois, il est intéressant de noter que les pressoirs de la classe b (présentant un niveau supérieur avec une évolution au cours du cycle) n'ont pas reçu de SO2 sur raisin.

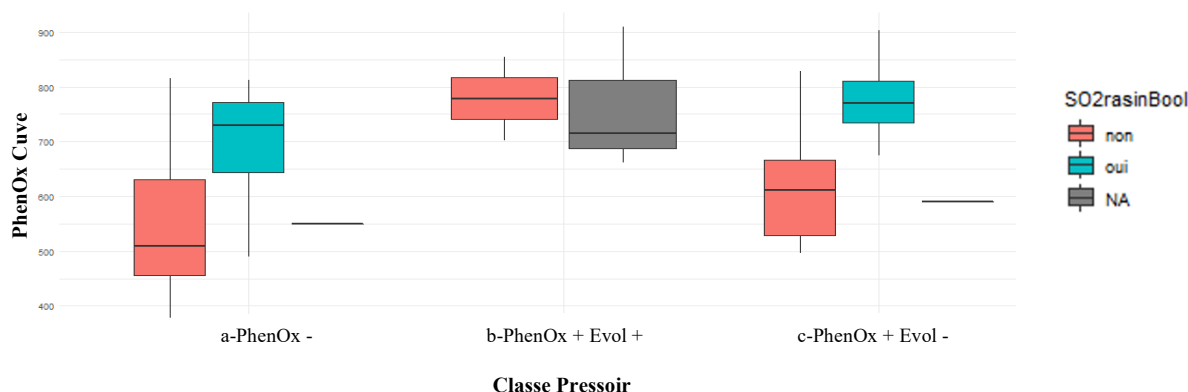


Figure 56. Effet du sulfitage sur les PhenOx en cuve en fonction du classement des pressoirs

Sur ce graphe, on observe que l'apport de SO2 sur raisin augmente la teneur en polyphénols en cuve, quelle que soit la classe de pressoir.

- Effet foulage

	non	oui	NA
a-PhenOx-	8	21	2
b-PhenOx+Evol+	8	1	1
c-PhenOx+ Evol -	4	24	1

Pearson's Chi-squared test
p-value = 0.0001157

Tableau 8. Proportion de pressoirs foulés pour chaque classe



Figure 57. Effet du foulage sur l'évolution des PhenOx en fonction du classement des pressoirs

On observe que les pressoirs de la classe b n'ont pas eu de foulage (Tableau 8). Sur la figure 57, on observe que le foulage limite les évolutions de teneur en polyphénols au cours des cycles de pressurage. En limitant cette évolution, la séparation des jus sera plus difficile et donc la capacité à gérer la charge polyphénolique sur cuve finale sera réduite.

- Effet type de récolte

	machine	manuelle	NA
a-PhenOx-	13	16	2
b-PhenOx+Evol+		10	
c-PhenOx+ Evol -	18	10	1

Pearson's Chi-squared test
p-value = 0.002143

Tableau 9. Proportion de chaque type de récolte pour chaque classe

On constate que les pressoirs de la classe b ont tous des raisins récoltés manuellement.

- Effet type de cycle

Étiquettes de lignes	classique	séquentiel	NA
a-PhenOx-	22	9	
b-PhenOx+Evol+	5	4	1
c-PhenOx+ Evol -	25	4	

Pearson's Chi-squared test
p-value = 0.1313

Tableau 10. Proportion de chaque type de cycle pour chaque classe

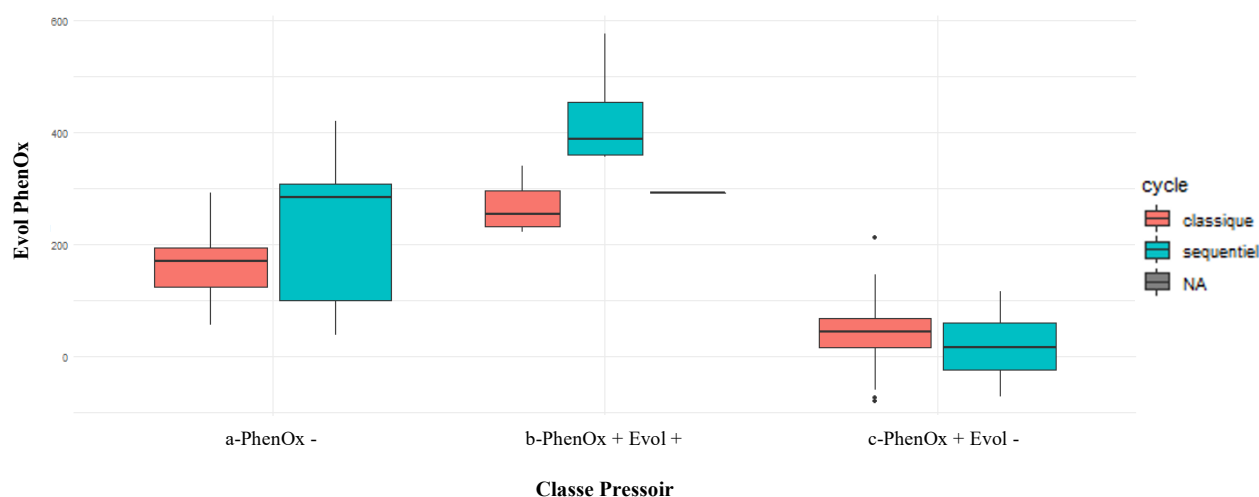


Figure 58. Effet du type de cycle sur l'évolution des PhenOx en fonction du classement des pressoirs

Sur la **figure 58**, on constate que les cycles séquentiels favorisent l'évolution des polyphénols au cours du cycle pour les classes de pressoir a et b. Ils ont un apport positif en permettant le fractionnement. Toutefois sur les pressoirs du groupe c cela n'a pas d'impact. D'autres étapes du process en amont ont été défavorables.

Cette partie a permis de mettre en évidence que la classe a- représente des pressoirs avec une bonne gestion des phases pré-pressurage et avec des raisins peu concentrés au départ. Les pressoirs les plus susceptibles d'appartenir à la classe b- sont des pressoirs à cycle séquentiel qui en général n'ont pas subi de foulage et proviennent d'une récolte manuelle. Les pressoirs les plus susceptibles d'appartenir à la classe c- sont ceux qui en général ont eu un foulage, une récolte mécanique et avec des niveaux de maturité du raisin supérieur (TAV). Enfin, dans tous les cas l'apport de SO₂ sur raisin augmente les teneurs en polyphénols dans la cuve finale.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Dans un premier temps, les résultats de cette première année de mesures ont permis de mieux connaître et appréhender la diversité des pratiques bourguignonnes dans l'élaboration des vins blancs. Récemment, une enquête sur la diversité des méthodes de pressurage a été envoyée à l'ensemble des ressortissants du BIVB. Elle a révélé une diversité encore plus large de pratiques, qu'il faudra intégrer l'année prochaine en élargissant notamment le réseau à de nouveaux venus.

L'outil PolyScan nous a mené à récolter un grand nombre de données en très peu de temps, sur une belle diversité de sites, représentative du terroir bourguignon. Il a notamment permis de mettre en évidence 3 grandes catégories de pressoirs suivant les teneurs initiales en composés polyphénoliques des jus de goutte, leur teneur moyenne sur l'ensemble du cycle et leur dynamique d'extraction. Du fait de ces différences, ces 3 catégories se positionnent différemment sur l'échelle des risques oxydatifs potentiels. La première catégorie, de par ses faibles teneurs en polyphénols, se distingue des deux autres et peut être considérée comme peu à risque. La seconde classe de pressoirs se différencie de la troisième par sa dynamique évolutive positive en composés polyphénoliques durant le cycle de pressurage, dégageant ainsi la possibilité d'effectuer une séparation des jus pour diminuer la charge polyphénolique finale.



En parallèle, l'étude menée sur la caractérisation de chaque classe en fonction de ses pratiques donne la possibilité de prédire suivant les pratiques pré-fermentaires effectuées, sur quel échelon du risque oxydatif pourrait se trouver la matrice vin en fin de pressurage. Ces résultats ont été obtenus sur un nombre limité de caves en Bourgogne et sur le millésime 2020, précoce, chaud et avec un très bon état sanitaire. Cela interroge sur l'éventuel effet millésime de ces résultats. Allons-nous retrouver ces mêmes teneurs moyennes en composés polyphénoliques l'année prochaine, avec ces mêmes dynamiques d'extraction pour chaque catégorie de pressoirs ?

Nous savons également que le potentiel de longévité d'un vin est constamment mis à l'épreuve. D'autres étapes, post-fermentaires vont-elles réorienter les lots sur de nouvelles voies de risques oxydatifs ? Les moûts issus des pressoirs de la classe c, classe au risque le plus élevé dans cette étude, conserveront ils ce « risque oxydatif » tout au long du processus de vinification ?

En outre, l'étude des éventuelles relations, corrélations entre la sensibilité à l'oxydation des vins au moment de la mise en bouteille et les pratiques en amont reste à faire. Ce projet n'est qu'au début de sa construction mais révèle déjà des résultats prometteurs. Les vins issus des pressoirs des différentes classes seront à déguster et analyser à différents pas de temps pour suivre leur évolution et ce jusqu'à 3 ans après la mise en bouteille (période d'apparition de l'oxydation prématurée selon la bibliographie).

Enfin, le travail mené cette année a permis d'initier une dynamique constructive au sein du réseau et de le faire participer à la recherche. Une grande matinée de restitution des résultats aux membres du réseau est prévue début décembre avec des ateliers. L'objectif est de préparer tous ensemble la campagne 2021, qui sera par ailleurs enrichie des premiers résultats de nos partenaires de l'étude à savoir l'école des vins de Changins et l'ISVV.

Références bibliographiques

- Blanchard L., Darriet P., Dubourdiou D. 2004. Reactivity of 3-mercaptohexanol in red wine: Impact of oxygen, phenol fractions, and sulfur dioxide. *Am. J. Enol. Vitic.* 55:115-120.
- Boulton R.B. 2003. A radical view of oxidative reactions in wine. In IX Congreso latinoamericano de viticultura y enología. P. Pszczółkowski (Ed.), pp. 107-123. Pontificia Universidad Católica de Chile, Santiago.
- Castellari M., Arfelli G., Riponi C., Amati A. 1998. Evolution of phenolic compounds in red winemaking as affected by must oxygenation. *Am. J. Enol. Vitic.* 49:91-94.
- Cacho J., Castells J.E., Esteban A., Laguna B., and Sagristá N. 1995. Iron, copper, and manganese influence on wine oxidation. *Am. J. Enol. Vitic.* 46 :380-384.
- Chevion S., Chock P.B., Beecher G.R., 1999. Antioxidant capacity of edible plants: Extraction protocol and direct evaluation by cyclic voltammetry. *J. Med. Food* 2:1-10.
- Cheynier V., Basire N., Rigaud J. 1989. Mechanism of trans-caffeoyltartaric acid and catechin oxidation in model solutions containing grape polyphenoloxidase. *J. Agric. Food Chem.*37(4):1069–1071.
- Cheynier V., Ricardo-da-Silva J.M. 1991. Oxidation of grape procyanidins in model solutions containing trans-caffeoyl tartaric acid and polyphenol oxidase. *J. Agric. Food Chem.* 39, (6), 1047-1049.
- Cheynier V., Van Hulst M. 1988. Oxidation of trans-caftaric acid and 2-S-glutathionylcaftaric acid in model solutions. *J. Agric. Food Chem.* 36, (1),10-15.
- Cheynier V., Osse C., Rigaud J. 1988. Oxidation of grape juice phenolic compounds in model solutions. *J. Food Sci.* 53 (6), 1729.
- Cheynier V., Rigaud J., Moutonnet M. 1990. Oxidation kinetics of trans-caffeoyltartrate and its glutathione derivatives in grape musts. *Phytochemistry.* 29 (6), 1751-1753.
- Cheynier V., Atanasova V., Fulcrand H., Mazauric J.P., Moutonnet M. 2002. Oxygen in wine and its role in phenolic reactions during ageing. In Uses of Gases in Winemaking. M. Allen et al. (Eds.), pp. 23-27. ASVO Seminar Proceedings, Adelaide.
- Culleré L., Cacho J., Ferreira V. 2007. An assessment of the role played by some oxidation-related aldehydes in wine aroma. *J. Agric Food Chem.* 55, 876-881.
- Danilewicz J.C. 2003. Review of reaction mechanisms of oxygen and proposed intermediate reduction products in wine: Central role of iron and copper. *Am. J. Enol. Vitic.* 54:73-85.
- Danilewicz J. C. 2007. Interaction of Sulfur Dioxide, Polyphenols, and Oxygen in a Wine- Model System: Central Role of Iron and Copper. *Am. J. Enol. Vitic.* 58 (1), 53–60.
- Dubernet M., Ribéreau P. 1973. Polyphenoloxidases of healthy grapes and grapes parasitized by *Botrytis-cinerea*. *C. R. Ac. Sciences*, 277, (11), 975-978.

Elias R. J., Laurie V. F., Ebeler S. E., Wong J. W., Waterhouse A. L. 2008. Analysis of Selected Carbonyl Oxidation Products in Wine by Liquid Chromatography with Diode Array Detection. *Anal. Chim. Acta.* 626 (1), 104–110.

Escudero A., et al. 2000. Clues about the role of methional as character impact odorant of some oxidized wines. *J. Agric. Food Chem.*, 48: p. 4268-4272.

Fargueton L., Lagarde-Pascale C. 2014. Oxygénation des moûts en blancs : mise en œuvre et effets sensoriels. *Revue internet de viticulture et œnologie*, N°711,7p.

Frankel E.N., Meyer A.S. 2000. The problems of using one-dimensional methods to evaluate multifunctional food and biological antioxidants. *J. Sci. Food Agric.* 80, 1925–1941.

Gabrielli M., Fracassetti D., Tirelli A. 2014. UHPLC Quantification of Sotolon in White Wine. *J. Agric. Food Chem.* 62 (21), 4878–4883.

Gebner M., Christoph N., Simat T. 1998. Intervitis Interfructa, Innovations en œnologie, Ve Symposium international, Messe Stuttgart, 11 et 12 mai 1998.

Green M.J., Hill H.A.O. 1984. Chemistry of dioxygen. *Methods Enzymol.* 105:3-22.

Gunata Z. Y., Sapis J. C., Moutounet M. 1986. Substrates and aromatic carboxylic acid inhibitors of grape phenol oxidases. *Phytochemistry*, 26, 1-3.

Gunata, Z., Moutounet M. 1988. Activités de la polyphénoloxydase du raisin et de la laccase de *Botrytis cinerea* sur les dérivés hydroxycinnamiques comparées à d'autres substrats phénoliques. *Rev. Fran. Oenol.*, 113, 42-47.

Gros J., Lavigne V., Thibaud F., Gammacurta M., Moine V., Dubourdiou D., Darriet P., Marchal A., 2017. Toward a Molecular Understanding of the Typicality of Chardonnay Wines: Identification of Powerful Aromatic Compounds Reminiscent of Hazelnut. *J.Agric.Food Chem.* 65(5), 1058-1069. DOI : [10.1021](https://doi.org/10.1021) (Consulté le 24/06/2020).

Hoenicke K., Borchert O., Grüning K., Simat T. J. 2002. Untypical Aging off-Flavor in Wine: Synthesis of Potential Degradation Compounds of Indole-3-Acetic Acid and Kynurenine and Their Evaluation as Precursors of 2-Aminoacetophenone. *J. Agric. Food Chem.* 50 (15), 4303–4309.

Inter Rhône. 2009. *Charte sur les bonnes pratiques de conservation des vins de la Vallée du Rhône (Plaquette technique)*. Disponible sur : <https://www.syndicat-cotesdurhone.com> (Consulté le 5 septembre)

Jaffre J., Valentin D., Meunier J.M., Siliani A., Bertuccioli M., Le Fur Y. 2011. The Chardonnay wine olfactory concept revisited: A stable core of volatile compounds, and fuzzy boundaries. *Food Res. Int.* 44 (1), 456–464.

Jeremic J., Ricci A., Tacconi G., Lagarde-Pascal C., Parpinello G.P., Versari A. 2020. Monitoring Oxidative Status in Winemaking by Untargeted Linear Sweep Voltammetry. *Foods*, 9, 728. DOI:10.3390

Kohen R., Vellaichamy E., Hrbac J., Gati I., Tirosh O., 2000. Quantification of the overall reactive oxygen species scavenging capacity of biological fluids and tissues. *Free Radical Biol. Med.* 28:871- 879.

König T., Gutsche B., Harlt M., Hübscher R., Schreier P., Schwab W. 1999. 3-Hydroxy-4,5-dimethyl 2(5H)-furanone (Sotolon) causing an off-flavor: elucidation of its formation pathways during storage of citrus soft drinks. *J. Agric. Food Chem.* 47, p. 3288.

Kilmartin P.A., Zou H., Waterhouse A.L., 2002. Correlation of Wine Phenolic Composition versus Cyclic Voltammetry Response. *Am. J. Enol. Vitic.* 53 :4.

Lavigne V., Dubourdiou D. 2002. Role of glutathione on development of aroma defects in dry white wines. *13th International Enology Symposium* (International Association of Enology: Montpellier, France), pp 331–347.

Lavigne V., Pons A., Darriet P., Dubourdiou D. 2008. Changes in the sotolon content of dry white wines during barrel and bottle aging. *J. Agric. Food Chem.* 56, 2688- 2693.

Lopes P., Saucier C., Teissedre P-L., Glories Y. 2007. Main Routes of Oxygen Ingress through Different Closures into Wine Bottles. *J. Agric. Food Chem* 55, 5167-5170.

Lorrain B., Ballester J., Thomas-Danguin T., Blanquet J., Meunier J. M., Le Fur Y. 2006. Selection of potential impact odorants and sensory validation of their importance in typical chardonnay wines. *J. Agric. Food Chem.* 54 (11), 3973–3981.

Moio L., Schlich P., Etievant P. 1994. Acquisition et analyse d'arômagrammes de vins de Bourgogne issus du cépage Chardonnay. *Sciences des Aliments* ; Lavoisier : Vol. 14, pp 601–608.

Nikolantonaki M., Coelho C., Noret L., Zerbib M., Vileno B., Champion D., Gougeon R.D. 2019. Measurement of white wines resistance against oxidation by Electron Paramagnetic Resonance spectroscopy. *Food Chem.* 270, 156–161.

Oliveira C-M., Silva Ferreira A-C., Freitas V., Silva A-M-S. 2011. Oxidation mechanisms occurring in wines. *Food Research International*, 44(5), 1115-1126.

Pascal C., Champeau N., Charpentier E., Diéval J-B., Vidal S. 2020. Méthode électrochimique pour la mesure en temps réel des polyphénols au cours de la vinification. *InfoWine*. Disponible sur : https://www.infowine.com/fr/articles_techniques/methode_electrochimique_pour_la_mesure_en_temps_reel_des_polyphenols_au_cours_de_la_vinification_sc_18390.htm (Consulté le 9 juin 2020).

Pisoschi A-M., Negulescu G-P. 2012. Methods for Total Antioxidant Activity Determination: A Review. *Biochemistry & Analytical Biochemistry*, 01 (01). DOI : 10.4172/2161-1009.1000106 (Consulté le 17 août 2020).

Pôle Technique et Qualité du BIVB, Breuil M., 2018. *Le vieillissement prématuré des vins blancs, Ce qu'il faut savoir (Plaquette technique)*. Disponible sur : <https://extranet.bivb.com/technique-et-qualite/publications-techniques/plaquettes-techniques/le-vieillissement-premature-des-vins-blancs> (Consulté le 3 juin 2020).

Pons A. 2010. *Caractérisation chimique du vieillissement défectueux des vins blancs secs*. Disponible sur : <http://www.cenbg.in2p3.fr/heberge/EcoleJoliotCurie/cours/coursPons.pdf> (Consulté le 11 juin 2020).

Rapp A., Versini G., Ullemeyer H. 1993. 2-Aminoacetophenon : Verursachende Komponente der "Untypischen Alterungsnote" ("Naphthalinton", "Hybridton") beim Wein. *Vitis*, 32 : p. 61-62.

Rapp A., Versini G., Engel L., Ullemeyer H. 1998. Intervitis Interfructa, Innovations en œnologie, Ve Symposium international, Messe Stuttgart, 11 et 12 mai 1998.

Ribéreau-Gayon P., 1964. Les composés phénoliques du raisin et du vin. Institut nation de la recherche agronomique, Paris.

Ribéreau-Gayon P., Dubourdiou D., Donèche B., Lonvaud A. 2012. *Traité d'œnologie Tome 1*, 6^{ème} édition, Dunod, Paris.

Ribéreau-Gayon P., Glories Y., Maujan A., Dubourdiou D. 2012. *Traité d'œnologie Tome 2*, 6^{ème} édition, Dunod, Paris.

Robinson J. 1988. Le Livre des Cépages ; Hachette : Paris.

Roland A. 2010. *Influence des phénomènes d'oxydation lors de l'élaboration des moûts sur la qualité aromatique des vins de Melon B et de Sauvignon Blanc en Val de Loire*. Thèse en spécialité Biochimie, Chimie et Technologie des Aliments à l'école Doctorale Sciences de procédés-Sciences des Aliments de Montpellier SupAgro.

Romanet R., Coelho C., Liu Y., Bahut F., Ballester J., Nikolantonaki M., Gougeon R. 2019. The antioxidant Potential of White Wines Relies on the Chemistry of Sulfur-Containing Compounds: An Optimized DPPH Assay. *Molecules*, 24, 1353. DOI : 10.3390 (Consulté le 6 juin 2020).

Roullier-Gall C., Hemmler D., Gonsior M., Li Y., Nikolantonaki M., Aron A., Coelho C., Gougeon R. D., Schmitt-Kopplin P. 2017. Sulfites and the Wine Metabolome. *Food Chemistry*. 237, 106–113. DOI: 10.1016 (Consulté le 8 octobre 2020).

Sablayrolles J.M. 1990. Besoins en oxygène lors des fermentations œnologiques. *Revue Française d'Œnologie*. 124 : 77-79.

Saliba A., Heymann H., Blackman J. W., MacDonald J. B. 2013. Consumer-sensory evaluation of Australian Chardonnay. *Wine Vitic. J.* 28 (3), 64.

Singleton V.L., Rossi J.A. 1965. Colorimetry of Total Phenolics with Phosphomolybdic-Phosphotungstic Acid Reagents. *Am J Enol Vitic*; 16: 144-158.

Singleton V.L. 1987. Oxygen with phenols and related reactions in musts, wines, and models systems: observations and practical implications. *Am. J. Enol. Vitic.* 38, 69-77.

Teissedre Pierre-Louis. 2019. Dioxyde de soufre, effets et alternatives. *Revue des Œnologues*, N°173, 24-28p.

Ugliano M., 2016. Rapid fingerprinting of white wine oxidizable fraction and classification of white wines using disposable screen-printed sensors and derivative voltammetry. *Food Chem.* 212, 837–843.

Vidal S. 2017. La durée de vie du vin dépend de l'oxygène total. *Vitisphère*. 23/05/2017. Disponible sur : <https://www.vitisphere.com/index.php?mode=breve&id=85289&print=1> (Consulté le 3 juin 2020).

Vidal J-C., Boulet J-C., Moutounet M. 2004. Les apports d'oxygène au cours des traitements des vins. Bilan des observations sur site. 3eme partie. *Rev. Fr. Œnol.* N°205, 25-33.

Vivas N.,1999. Les oxydations et les réductions dans les moûts et les vins. Editions Feret, Paris p.

Vinventions. 2020. *Plaquette technique*. Test de tendance d'évolution des vins : réalisation des mesures et résultats. Disponible sur : http://www.winequalitysolutions.com/fr/news/187_test-de-tendance-devolution-des-vins-realisation-des-mesures-et-resultats (Consulté le 10 août 2020).

Waterhouse A.L., Laurie V.F. 2006. Oxidation of Wine Phenolics: A Critical Evaluation and Hypotheses. *Am. J. Enol. Vitic.* 57 :3.

Références bibliographiques des figures

BIVB. 2020. Chiffres Clés de la Bourgogne Viticole (document interne). Disponible sur : <https://www.vins-bourgogne.fr/presse/chiffres-cles-de-la-bourgogne-viticole,2309,9200>.

BIVB. 2012 L'oxygène dissous, les bonnes pratiques (plaquette technique).

Mouls L. Février 2019. Cours sur les polyphénols, Montpellier SupAgro.

Pascal C., Champeau N., Charpentier E., Diéval J-B., Vidal S. 2020. Méthode électrochimique pour la mesure en temps réel des polyphénols au cours de la vinification. *InfoWine*.

Pôle Technique et Qualité du BIVB, Breuil M., 2018. *Le vieillissement prématuré des vins blancs, Ce qu'il faut savoir (Plaquette technique)*.

Ribéreau-Gayon P., Glories Y., Maujan A., Dubourdiou D. 2012. *Traité d'œnologie Tome 2*, 6^{ème} édition, Dunod, Paris.

Ugliano M., 2016. Rapid fingerprinting of white wine oxidizable fraction and classification of white wines using disposable screen-printed sensors and derivative voltammetry. *Food Chem.* 212, 837–843.

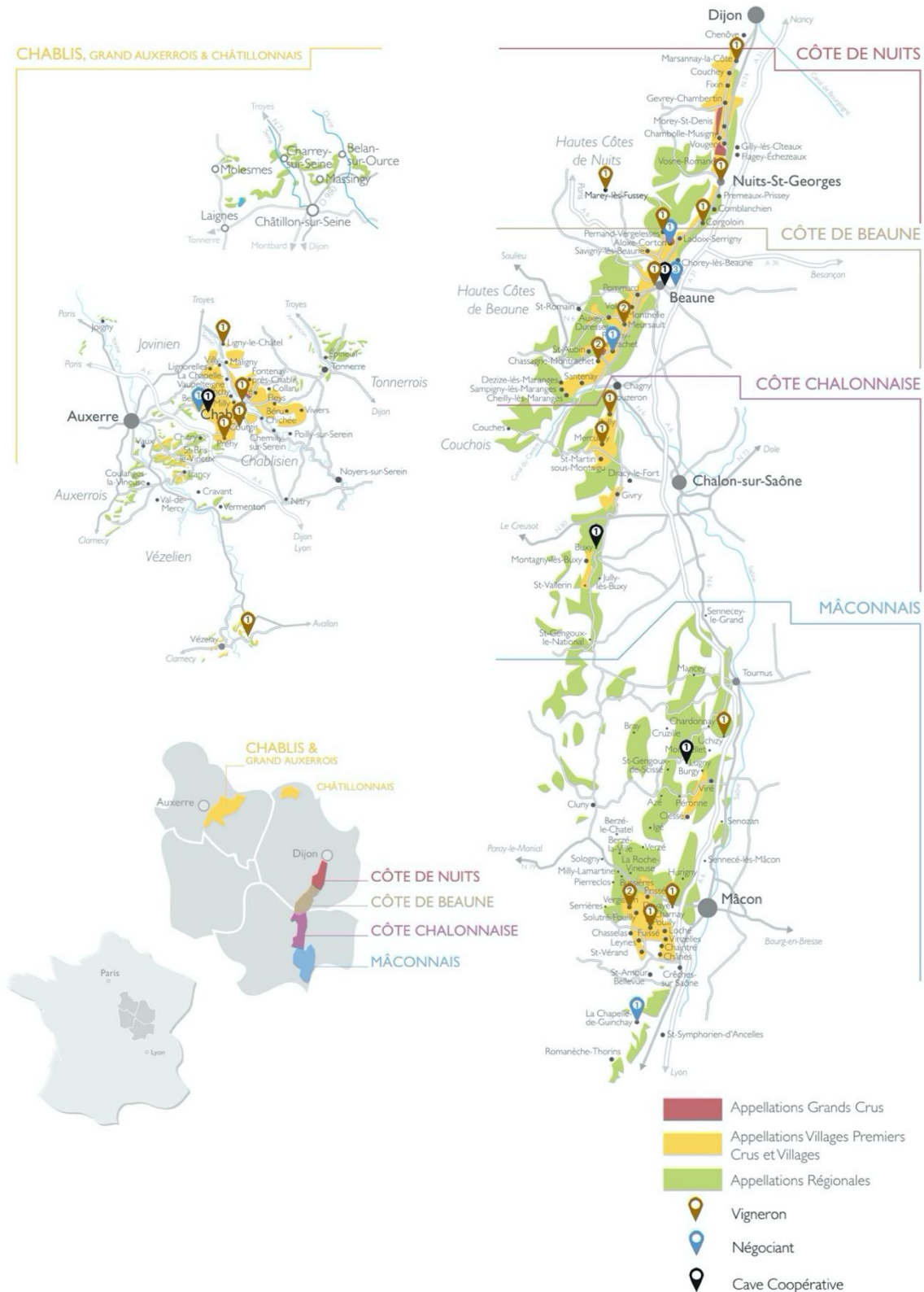
Waterhouse A.L., Laurie V.F. 2006. Oxidation of Wine Phenolics: A Critical Evaluation and Hypotheses. *Am. J. Enol. Vitic.* 57 :3.

SOMMAIRE DES ANNEXES

Annexe I : Carte du réseau Volta.....	1
Annexe II : Cahier de protocole.....	2
Annexe III : Fiche de renseignement du suivi de pressoir.....	7
Annexe IV : Fiche de renseignement sur la cuve de débouillage.....	8
Annexe V : Fiche de renseignement sur la cuve de tirage.....	9
Annexe VI : Fiche de renseignement du suivi de mise en bouteille.....	10
Annexe VII : Fiche de dégustation.....	11
Annexe VIII : Base de données synthétique.....	12

Annexe I : Carte du réseau Volta

Liste des membres du réseau Volta



www.esprit-archibald.com • Edition 2018 • Imprimé, avec encres végétales, sur papier contenant 60% de fibres recyclées, produit selon une gestion responsable des forêts, chez un imprimeur géré(e) par un(e) professionnel(le) de la filière.

Annexe II : Cahier de protocole

Cahier de protocole Projet VOLTA

1. Mesures au pressurage : EasyOx et PhenOx.....1
2. Mesures sur cuve de débouillage : EasyOx et PhenOx2
3. Mesures sur vin avant préparation à la mise et sur cuve de tirage : Test de
Tendance d'évolution.....3
4. Mesure d'oxygène sur cuve de tirage.....4
5. Mesure d'oxygène sur mireur.....5
6. Mesure d'oxygène sur bouteilles pendant la mise.....5
7. Mesures au cours du temps sur les bouteilles prélevées pendant la
mise..... .7
8. Ordres de grandeur et photos.....9

Contacts BIVB :

Héloïse Mahé : 06 32 05 89 99

Solène Panigai : 06 16 78 73 99

Odile Meurgues : 06 85 11 48 19

1. Mesures au pressurage : EasyOx et PhenOx

Objectif :

- Évaluer les pratiques de pressurages en Bourgogne, sur différents types de pressoir, en termes d'extraction de polyphénols.
- Évaluer ce que la fraction de jus concentrée en polyphénol représente par rapport au volume de jus total.

Matériel pour les mesures :

PolyScan chargé
Boîte d'électrodes
Bécher de prélèvement de 250 mL
Compte-goutte
Fiche de renseignement des mesures
Fiche de codage des échantillons
Matériel de mesure pour l'AT, pH, TAP

Protocole de mesure :

1) Avant de prélever l'échantillon, préparer le PolyScan :

- PolyScan allumé et chargé.
- Type de mesure : pressurage.
- Couleur renseignée ainsi que le cépage.
- Rentrer le nom de la série (cf fiche codage).
- Rentrer le nom d'échantillon (cf fiche codage).
- Connecter l'électrode (ne pas utiliser 2 fois la même électrode et ne pas mettre ses doigts sur la zone de dépôt de la goutte).
- PolyScan à plat (sinon la goutte rentre dans l'appareil !).

2) Prélèvement de l'échantillon :

- ⇒ **Pour cette étape les mesures seront faites à chaque cycle de pressurage, 1 mesure sur jus de goutte puis une juste au lancement du pressoir, puis à chaque montée en pression. La mesure se prend au moment de la fin de la montée en pression pour un palier donné = quand le débit des jus est le plus fort.**
- Prélever du moût à l'aide d'un bécher de 250 mL :
 - Directement à la tombée des jus issues de la cage si possible.
 - Sinon, au collecteur de jus ou au dégustateur sur le collecteur de jus si le pressoir est équipé.
 - Sinon, dans la maie ou sur un dégustateur sur le circuit de pompage des jus.
- ⇒ **Méthode de prélèvement à renseigner dans la fiche d'information.**
- ⇒ **Ne pas prélever si l'on vient de sulfiter.**
- Dès que l'échantillon est prélevé, déposer une goutte à l'aide du compte-goutte sur l'électrode et lancer la mesure PolyScan (**cette étape doit être très rapide car le moût s'oxyde très vite !!**).

- Faire en complément du PolyScan une mesure de pH dans le bécher.
- Une fois la mesure PolyScan terminée, jeter l'électrode et la remplacer par une nouvelle pour la mesure suivante.
- Si possible, relever le volume dans la cuve de collecte lors de chaque mesure PolyScan (volume extrait). Ce volume peut être mesuré à l'aide d'une jauge.
- Pour passer à l'échantillon suivant, appuyer sur « suivant » en bas de l'écran.
- En fin de pressurage faire une mesure sur cuve.

3) Renseigner la fiche de mesures :

- A chaque mesure, relever le cycle de pressurage (pressions, temps, rebêches), indiquer le volume extrait ainsi que la mesure du pH correspondant.

2. Mesures sur cuve de débouillage : EasyOx et PhenOx

Objectif : Évaluer la concentration en polyphénols des jus au moment du débouillage.

Matériel pour les mesures :

PolyScan chargé
Boîte d'électrodes
Bécher de prélèvement de 250 mL
Compte-goutte
Fiche de renseignement des mesures
Fiche de codage des échantillons
Thermomètre
Matériel de mesure pour l'AT, pH, TAP, NTU

Protocole de mesure :

1) Avant de prélever l'échantillon, préparer le PolyScan :

- PolyScan allumé et chargé.
- Type de mesure : cuve de débouillage.
- Couleur renseignée ainsi que le cépage.
- Rentrer le nom de la série (cf fiche codage).
- Rentrer le nom d'échantillon (cf fiche codage).
- Connecter l'électrode (ne pas utiliser 2 fois la même électrode et ne pas mettre ses doigts sur la zone de dépôt de la goutte).
- PolyScan à plat (sinon la goutte rentre dans l'appareil !).

2) Prélèvement de l'échantillon :

- Prélèvement du jus clair de la cuve dans le bécher de 250 mL :
 - Si prélèvement au dégustateur : faire couler du jus pour « rincer » le robinet.
 - Si prélèvement au plongeur : ne pas prélever les jus de surface, prélever dans la masse.
 - Si prélèvement à la vanne : éliminer les 1^{ers} jus .

⇒ Privilégier le prélèvement au robinet. Si ce n'est pas le cas, le préciser sur la fiche de renseignement.

- Immédiatement, à l'aide du compte-goutte, prélever le jus du béccher et déposer une goutte sur l'électrode.
- Lancer la mesure.
- Appuyer ensuite sur terminer, jeter l'électrode et éteindre le PolyScan.

3) Renseigner la fiche de mesures :

Cette étape est primordiale, à faire avec soin et penser aux mesures complémentaires de pH, AT, TAP, NTU et azote assimilable.

3. Mesures sur vin avant préparation à la mise et sur cuve de tirage : Test de tendance d'évolution

Objectif : Évaluer la résistance à l'oxydation des vins en fin d'élevage.

Matériel pour les mesures :

PolyScan chargé
Boîte d'électrodes
Béccher de prélèvement de 250 mL
Pipette de 50 mL + poire
Compte-goutte
Échantillons de 125 mL et de 250 mL
Étiquettes pour échantillons
Fiche de renseignement des mesures
Fiche de codage des échantillons

Protocole de mesure :

1) Avant de prélever l'échantillon, préparer le PolyScan :

- PolyScan allumé et chargé.
- Type de mesure : Test de tendance d'évolution.
- Couleur renseignée ainsi que le cépage.
- Rentrer le nom de la série (cf fiche codage).
- Rentrer le nom d'échantillon (cf fiche codage).
- Connecter l'électrode (ne pas utiliser 2 fois la même électrode et ne pas mettre ses doigts sur la zone de dépôt de la goutte).
- PolyScan à plat (sinon la goutte entre dans l'appareil !).

2) Prélèvement de l'échantillon :

- Prélever du vin dans le béccher de 250 mL
 - Si prélèvement au dégustateur : faire couler du jus pour « rincer » le robinet.
 - Si prélèvement au plongeur : ne pas prélever les jus de surface, prélever dans la masse.
 - Si prélèvement à la vanne : éliminer les 1^{ers} jus .

⇒ Privilégier le prélèvement au robinet. Si ce n'est pas le cas, le préciser sur la fiche de renseignement.

- A l'aide de la pipette, prélever 50 mL de vin.
- Déposer tout de suite la première goutte sur l'électrode et lancer la mesure.
- Descendre les 50 mL dans le flacon d'échantillon de 125 mL en prenant garde à mettre l'embout de la pipette en bas de flacon (sous le niveau de liquide).
- Refermer-le, sans agiter.
- L'échantillon est étiqueté suivant le codage en vigueur et conservé à température de la cuverie pendant 2h.
- Après 2h d'attente, faire le second point de mesure. Pour cela, prélever à l'aide du compte-goutte, une goutte de cet échantillon et la déposer sur une nouvelle électrode avant de lancer la mesure.
- Un résultat s'affiche et vous indique si le vin est sensible ou non.
- Appuyer ensuite sur terminer, jeter l'électrode et éteindre le PolyScan.

3) Renseigner la fiche de mesures :

Compléter la fiche de renseignement.

4. Mesure d'oxygène sur cuve de tirage

Objectif : Connaître l'environnement et les conditions de la mise en bouteille vis-à-vis de l'oxygène pour pouvoir interpréter les mesures qui seront faites ultérieurement sur les bouteilles prélevées au cours de cette étape.

Matériel pour les mesures :

NomaSense chargé
Sonde
Sonde température
Échantillon de 250 mL
Étiquettes pour échantillons
Fiche de renseignement des mesures
Fiche de codage des échantillons

Protocole de mesure :

1) Prélèvement d'échantillon :

A la cuve de tirage, prélever l'échantillon de 250 mL pour les analyses de SO₂ libre, SO₂ total, acidité totale, pH et degré alcoolique faites au COEB.

2) Mesure de l'O₂ dissous en mg/L dans la cuve de tirage :

- Brancher la sonde de température et la sonde d'immersion au NomaSenseO₂.
- Dans le menu « sensors », choisir la calibration : sonde.
- Mesurer en mg/L.
- Tremper les 2 sondes dans la cuve et agiter jusqu'à stabilisation de la valeur.

3) Renseigner la fiche de mesures :

- Date, heure, O₂ (mg/L) et température de la cuve.

5. Mesures d'oxygène sur mireur

Objectif : Connaître l'environnement et les conditions de la mise en bouteille vis-à-vis de l'oxygène pour pouvoir interpréter les mesures qui seront faites ultérieurement sur les bouteilles prélevées au cours de cette étape.

Matériel pour les mesures :

NomaSense chargé
Fibre optique
Sonde de température
Mireur avec pastille
Fiche de renseignement des mesures
Fiche de codage des échantillons

Protocole de mesure :

1) Quel type de mesure et installation du matériel

- Installer le spot avant montage de la ligne : se renseigner sur la date et l'heure de début pour installation du matériel au préalable (la veille idéalement sur un mireur) et sur le diamètre du mireur.
- Le mireur est positionné avec la pastille visible et sur le côté de façon à ce qu'elle soit toujours en contact avec le vin.
- Pour vérifier l'inertage initial de la ligne, mesurer en % O₂ avant envoi du vin.

2) Mesure de l'O₂ en mg/L sur la pastille du mireur :

- Brancher la fibre optique et la sonde de température au NomaSenseO₂.
- Dans le menu « sensors », choisir la calibration : Pastille.
- Mesurer en mg/L (sauf si vérification de l'inertage).
- Laisser défiler le vin 30 à 40 secondes jusqu'à stabilisation de la valeur.

3) Renseigner la fiche de mesures :

- Date, heure, O₂ (hPa) et température.

6. Mesures d'oxygène sur bouteilles pendant la mise

Objectif : Connaître l'environnement et les conditions de la mise en bouteille vis-à-vis de l'oxygène pour pouvoir interpréter les mesures qui seront faites ultérieurement sur les bouteilles prélevées au cours de cette étape.

Matériel pour les mesures :

NomaSense chargé
Fibre optique
Sonde
Sonde de température
Seringue et ensemble du piercing système
Règle de mesure pour le dégarni
Appareil de mesure des pressions au besoin
Étiquettes pour les échantillons de bouteilles
Fiche de renseignement des mesures
Fiche de codage des échantillons

Protocole de mesure :

Prélever 5 bouteilles en début, en milieu et en fin de mise pour la mesure du TPO. Pour chacune d'elles :

- 1) **Mesurer la longueur d'insertion du bouchon et le niveau de remplissage du vin à l'aide de la règle.**
- 2) **Mesurer l'oxygène de l'espace de tête (HSO) : Utilisation du piercing système.**

- Brancher la sonde de température et la fibre optique au NomaSenseO₂.
- Dans le menu « sensors », choisir la calibration : Piercing.
- Paramétrer la lecture en hPa.
- Sur la bouteille installer le système en veillant à relever l'aiguille avant et en le vissant bien sur le col de la bouteille.
- Installer la seringue verte dessus de façon à ce que la pastille soit visible. **Elle doit être vidée de son air et bien enfoncée.**
- Une fois le système en place, enfoncer l'aiguille dans le bouchon jusqu'à l'apercevoir dans l'espace de tête.
- **En maintenant fermement la seringue verte** sur le reste du système, faire 3 allers-retours pour la mise à l'équilibre de l'air.
- **Toujours en maintenant fermement la seringue verte**, positionner le bas du cône noir à 2 cm.
- **A l'aide de la fibre optique, mesurer l'oxygène en la pointant sur la pastille.**
- Noter dans la fiche la mesure d'O₂ ainsi que la température.
- Débrancher la fibre optique.

- 3) **Mesurer l'oxygène dissous**

- Brancher la sonde de température et la sonde d'immersion au NomaSenseO₂.
- Ouvrir la bouteille.
- Dans le menu « sensors », choisir la calibration : sonde.
- Mesurer en mg/L.
- Tremper les 2 sondes dans la bouteille et agiter jusqu'à stabilisation de la valeur.
- Noter dans la fiche la valeur d'O₂ ainsi que la température.

En complément :

- ⇒ Possibilité d'effectuer des mesures de pressions sur certaines bouteilles.
- ⇒ Possibilité d'effectuer des mesures d'oxygène dissous à différents moments sur cuve de tirage ou sur le mireur.

- Pour vérifier les calibrations de tous nos capteurs (sondes, fibres), dans le menu sensor choisir le type de capteur puis paramétrer en %O₂. S'assurer ensuite que l'on se trouve bien aux alentours de 21% O₂ dans l'air.
- Vérifier de temps en temps que l'aiguille n'est pas bouchée par des bouts de bouchon.

7. Mesures au cours du temps sur les bouteilles prélevées pendant la mise

Objectif : Regarder l'évolution de l'oxydation des bouteilles prélevées aux cours des suivis de mise.

Matériel pour les mesures :

PolyScan chargé
Boîte d'électrodes
Bécher de prélèvement de 250 mL
Pipette de 50 mL + poire
Compte-goutte
Échantillons de 125 mL et de 250 mL
Étiquettes pour échantillons
Fiche de renseignement des mesures
Fiche de codage des échantillons
NomaSenseColor

Protocole de mesure : Le protocole sera à suivre pour des mesures sur bouteille à 15 jours minimum après la mise, puis pour des mesures après 3 mois, après 6 mois, après 1 an, après 2 ans, et enfin après 3 ans.

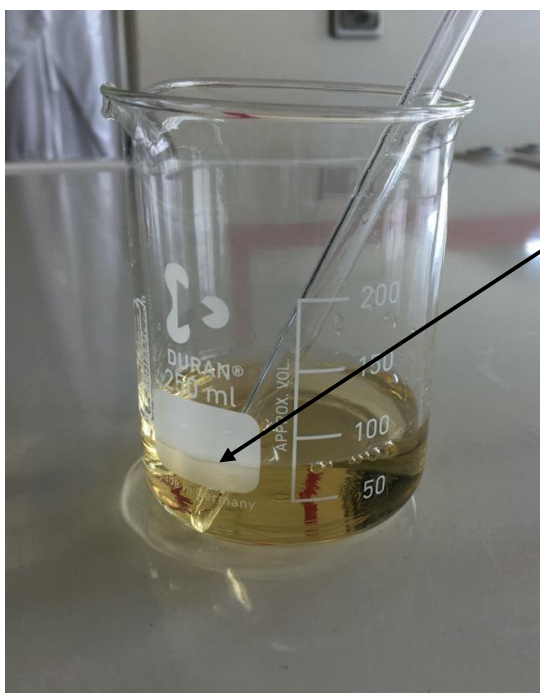
- 1) **Faire un test de tendance d'évolution sur la bouteille (cf protocole de la partie page 3.)**
- 2) **Réaliser les mesures des coordonnées Lab à l'aide du NomaSenseColor :**
 - Étalonner l'appareil en remontant le cache et appuyer sur le bouton de mesure
 - Remplir la petite cuvette de vin et la positionner sur l'appareil
 - Appuyer sur le bouton de mesure et lire le coordonnées Lab, ch
- 3) **Prélever du vin dans l'échantillon de 250 mL pour les analyses de SO₂ libre et SO₂ total faites par le COEB.**

Quelques ordres de grandeur :



TPO = 2mg/L = mise sous contrôle

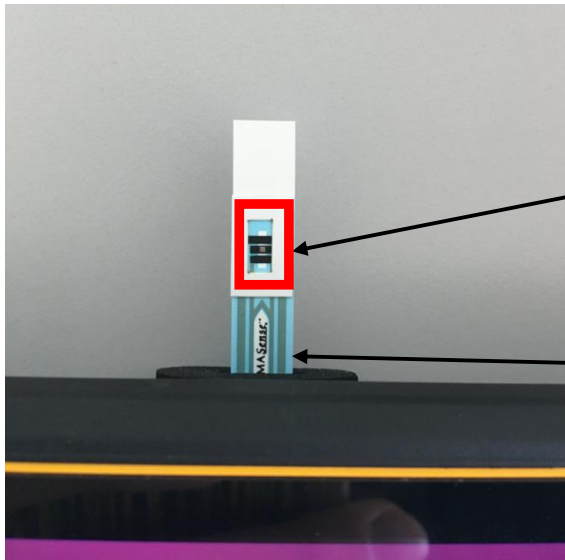
Photos du matériel et de quelques manipulations :



Prélèvement de 50 mL de vin dans le bécher :
La pipette ne prélève pas d'air, pour cela elle est positionnée au fond du bécher

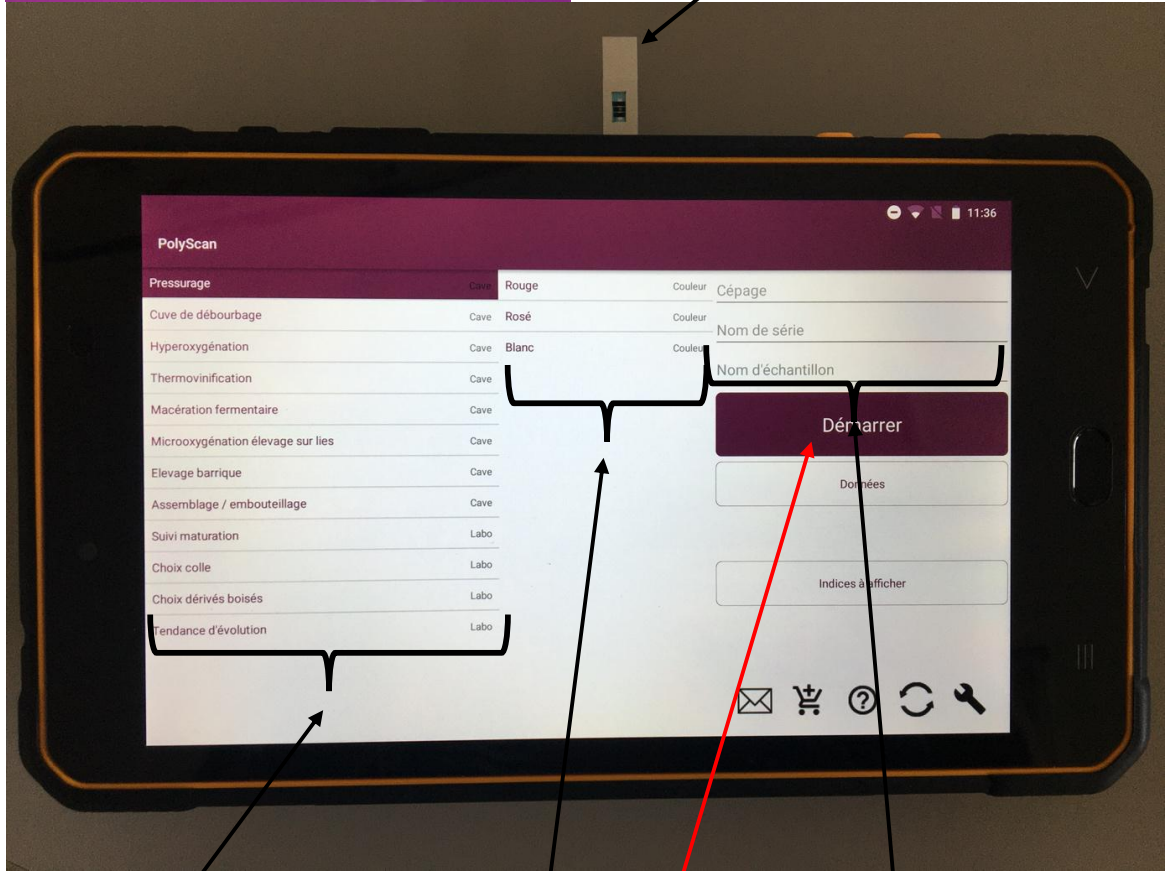
Dépôt des 50 mL de vin dans l'échantillon de 125 mL :
L'embout de la pipette en bas du flacon, sous le niveau du liquide pour ne pas faire de bulles d'air





Zone de dépôt de la goutte qui doit bien recouvrir l'ensemble du carré. Ne pas mettre ses doigts dessus

Électrode jetable bien enfoncée dans l'appareil



Sélection du type de mesure souhaité : ici mode pressurage sélectionné

Sélection de la couleur : blanc

Sélection cépage : Chardonnay
Codage de la mesure (cf fiche codage)

Une fois les informations complétées : lancer la mesure

Annexe III : Fiche de renseignement du suivi de pressoir

Fiche Pressurage		Commentaires ou informations supplémentaires
Numéro anonymat		
Historique raisin		
Numéro/ Nom de lot		
Cépage *		
Porte-greffe		
Parcelle/climat		
Localisation		
Âge parcelle		
Qualité sanitaire raisin (TB, B, Mauvais) *		
Eraflage, Foulage (oui/non) *		
Refroidissement vendange (oui/non) *		
T° raisin *		
Vendange manuelle / machine		
Sulfitage du raisin (oui/non) * + qté		
Mesures pressurage: Polyscan		
Date du pressurage		
Heure début de pressurage		
Lieu de prélèvement du moût *		
Poids vendange dans le pressoir *		
Type de pressoir *		
Sulfitage à la benne (oui/non) * + qté		
Sulfitage à la maie (oui/non) * + qté		
Sulfitage au pressoir (oui/non) * + qté		
Si ajout de produits oeno: *		
Mesure fin de pressurage sur cuve		
Mesure AT *		
Mesure pH *		
Mesure TAP *		
Pourquoi le choix de ce suivi?		
Cuvée d'habitude sensible?		

Pressurage						
Nom donné à la mesure dans Polyscan	étape pressurage	rebêche	temps	pression	volume extrait	PH
1=	Jus de goutte					
2=						
3=						
4=						
5=						
6=						
7=						
8=						
▲▲ Penser à faire une mesure PolyScan sur cuve à la fin du pressurage ▲▲						

Mémo codage des mesures avec le PolyScan		
Nom de série	date+numéro de lot et/ou de pressoir	exple: 2708HGJP2 (pour le lot HGJ au pressoir 2 suivi le 27 août)
Nom d'échantillon	étape du pressurage	exple: goutte/ p1 / p2 / p3 / p4 .../ CP (pour la mesure sur cuve à la fin du pressurage)

Annexe IV : Fiche de renseignement sur la cuve de débouillage

Fiche Débouillage (sur jus clair)	
Numéro anonymat	
Historique raisin, moût	
Numéro / Nom de lot	
Cépage *	
Porte-greffe	
Parcelle/climat	
Localisation	
Âge parcelle	
Qualité sanitaire raisin (TB, B, Mauvais)	
Eraflage, Foulage (oui/non)	
Refroidissement vendange (oui/non)	
T° raisin	
Vendange manuelle / machine	
Sulfitage du raisin (oui/non)	
Mesure débouillage: Polyscan	
Date du débouillage	
Heure mesure	
Nom donné à la mesure	
Lieu de prélèvement	
Type de jus si séparation (presse, etc..)	
Cuve nombre hL	
Température cuve *	
Durée de débouillage *	
Sulfitage en cuve (oui/non) + qté *	
Collage (oui/non) + avec quoi?+ qté *	
Enzymage (oui/non) + qté *	
Oxygénation (oui/non) *	
Mesure AT *	
Mesure pH *	
Mesure TAP *	
Azote assimilable *	
Mesure NTU	
Pourquoi le choix de ce suivi?	
Cuvée d'habitude sensible?	

Si même lot que pressurage, indiquer juste le numéro du lot :

Mémo codage des mesures avec le PolyScan		
Nom de série	date+numéro de lot	exple: 2708HGJ (pour le lot HGJ suivi le 27 août)
Nom d'échantillon	cuve de débouillage	exple: CD

Annexe V : Fiche de renseignement sur la cuve de tirage

Fiche vin sur cuve de tirage (après toutes opérations de préparation à la mise)		
Numéro anonymat		
Historique raisin, moût *		
Numéro/ Nom de lot		
Commentaires (cépage, année vendanges..)		
Historique élevage *		
Commentaires		
Mesure sur vin prêt à la mise: Polyscan (TE) *		
Filtration (oui/non) + date + quantités		
Collage (oui/non) + date + quantités		
Sulfitage (oui/non) + date + quantités		
Autres opérations		
Date du dernier transfert de vin		
Nom de série		
Nom d'échantillon		
Date		
Lieu de prélèvement		
Moment du TE	T0	2h après
Fait oui/non		
Heure mesure		
Résultat (vin sensible/ peu sensible)		
Pourquoi le choix de ce suivi?		
Cuvée d'habitude sensible ?		
Mesure DO (Oxygène dissous) : Sonde *		
O2 (en mg/l)		
T (°C)		
Mesure mireur / mesure inertage initial de la chaîne		
Prélèvement de 1 échantillon de 250 mL pour le COEB		
Commentaires		

Annexe VI : Fiche de renseignement du suivi de mise en bouteille

Fiche suivi pendant la mise												
Historique raiin, goût												
Historique élevage *												
Bouteilles												
Historique de préparation à la mise en bouteilles *												
Caractéristiques bouchon												
Mise en interne ou prestataire (nom du prestataire)												
Nombre de têtes de tirage												
Nombre de têtes de bouchage												
Crédence embouteilleuse												
Volume cuve												
Inertage au remplissage?												
Avinage de la tireuse?												
Durée mise												
Date de la mise												
Moment de la mise (Début, milieu, fin)												
Numéro tête de tirage												
Numéro tête de bouchage												
Mesure hauteur de diaphragme *												
Insertion bouchon												
Remplissage vin												
Mesure H2O (Oxygène de l'espace de tête) : Piercing système *												
O2 (en hPa)												
T (°C)												
Mesure DO (Oxygène dissous) : Sonde *												
O2 (en mg/l)												
T (°C)												
Mesure des pressions éventuelles												
Pression												
Commentaires												

Annexe VII : Fiche de dégustation

Fiche Dégustation	
Nom du juge	
Date	
Echantillon	
Descripteurs aromatiques	

Guide de notation						
	0	1	2	3	4	5
Oxydation	Pas oxydé	début d'évolution		Evolué	oxydé	Très oxydé
Réduction						Très réduit
Intensité bois	Non boisé	Fondu		Marqué		Dominant
Equilibre		Très déséquilibré				Excellent
Potentiel longévité	Passé	Déclin imminent	à boire	bon		Excellent

Résumé

La compréhension du problème d'oxydation prématurée des vins blancs et le pilotage de leur longévité est un enjeu majeur de la filière vitivinicole bourguignonne. Le Bureau Interprofessionnel des Vins de Bourgogne s'est emparé de cette problématique en lançant un plan d'action spécifique faisant participer en 2020, à la fois la recherche et un réseau de 34 caves pilotes comme support expérimental. Les polyphénols jouent un rôle majeur et complexe sur la stabilité oxydative du vin. Afin d'évaluer rapidement les composés phénoliques et leur évolution aux différentes étapes de la vie du vin, cette étude a utilisé la voltamétrie linéaire de balayage *via* l'apport de l'outil NomaSense PolyScan™, à deux stades critiques du processus d'élaboration du vin : le pressurage et la mise en bouteilles. Dans un premier temps, cette étude a permis de mettre en évidence une diversité de pratiques sur le territoire bourguignon. À la mise en bouteilles, l'étude a révélé une légère majorité de vins sensibles à l'oxydation et a initié la construction d'une vinaire avec le prélèvement de 17 lots différents de bouteilles pour un suivi dans le temps. Les valeurs de polyphénols sur cuves finales, en fin de pressurage, ont témoigné d'un véritable impact de la gestion du SO₂ et des opérations pré-pressurages (fouillage, mode de récolte). Enfin, cette étude a permis de catégoriser les pressoirs en 3 classes différenciées par leurs teneurs moyennes en polyphénols et leurs dynamiques d'extraction et d'oxydation au cours du pressurage. La caractérisation de chaque classe de pressoirs donne la possibilité de prédire en fonction des pratiques pré-fermentaires effectuées, sur quel échelon du risque oxydatif pourrait se trouver la matrice vin en fin de pressurage.

Mots clés : oxydation prématurée, potentiel longévité, composés phénoliques, vins blancs, Bourgogne, opérations pré-fermentaires, réseau, voltamétrie

Understanding the problem of premature oxidation of white wines and controlling their longevity is a major challenge for the Burgundian wine industry. The Bureau Interprofessionnel des Vins de Bourgogne has taken up this issue by launching a specific action plan involving both research and a network of 34 pilot cellars as experimental support in 2020. Polyphenols play a major and complex role in the oxidative stability of wine. In order to rapidly evaluate phenolic compounds and their evolution at different stages of the wine life, this study used linear scanning voltametry via the NomaSense PolyScan™ tool at two critical stages of the winemaking process: pressing and bottling. First, this study highlighted a diversity of practices on the Burgundian territory. At bottling, the study revealed a slight majority of wines sensitive to oxidation and initiated the construction of a wine library with the sampling of 17 different batches of bottles for monitoring over time. The polyphenol values in the final tanks at the end of pressing showed a real impact of SO₂ management and pre-pressing operations (crushing, harvesting method). Finally, this study allowed to categorize the presses into 3 classes differentiated by their average polyphenol contents and their extraction and oxidation dynamics during pressing. The characterization of each class of presses makes it possible to predict, according to the pre-fermentation practices carried out, on which level of oxidative risk the wine matrix could be at the end of pressing.

Key words: premature oxidation, longevity potential, phenolic compounds, white wines, Burgundy, pre-fermentary operations, network, voltametry

Institut Agro | Montpellier SupAgro, 2 place Pierre Viala, 34060 Montpellier cedex 02.
<https://www.montpellier-supagro.fr/>