

MOUTS CONCENTRES DE RAISINS

(INFLUENCE DE LA DESACIDIFICATION SUR LE DESULFITAGE DES MOUTS MUTES DESTINES A LA CONCENTRATION)

par E. BREMOND, Professeur de Chimie et d'Œnologie
à l'Institut Agricole d'Algérie.

Dans la préparation des concentrés de raisin liquides ou solides, on utilise comme matières premières des moûts mutés contenant couramment 1 gr. 200 à 1 gr. 500 d'anhydride sulfureux total par litre. Au cours de la concentration de ces moûts il est indispensable d'éliminer la plus grande partie de l'anhydride sulfureux qu'ils contiennent, de façon à obtenir des produits franc de goût, répondant aux conditions prescrites par l'arrêté gubernatorial du 12 novembre 1940. Cet arrêté prévoit en effet que les moûts concentrés loyaux et marchands doivent présenter certaines caractéristiques, dont entre autres, une teneur maximum en anhydride sulfureux total de *0 gr. 060 par 100 grammes de sucre*.

C'est ainsi que pour un concentré à 36° Baumé, dont la teneur en sucres par litre est généralement voisine de 850 grammes, la dose maximum d'anhydride sulfureux autorisée est de 0 gr. 510.

Autrement dit, en se basant sur une concentration de 4 à 5 fois en volume (c'est-à-dire qu'il faut utiliser 4 à 5 litres de moût muté pour avoir 1 litre de concentré à 36° Bé), le désulfitage doit être de l'ordre de *92 à 94 %*.

Avec des appareils à concentrer bien au point et un personnel exercé, on peut obtenir assez aisément un tel désulfitage, à condition toutefois d'opérer sur des *moûts non désacidifiés*. Or il n'est pas douteux que pour avoir des concentrés ayant un pouvoir sucrant élevé, il est nécessaire de provoquer la neutralisation à peu près complète de l'acidité des moûts initiaux par une addition convenable de carbonate de chaux pur.

Ainsi donc, pour obtenir des moûts concentrés présentant d'une

part le minimum d'acidité et d'autre part une teneur en anhydride sulfureux ne dépassant pas la limite supérieure permise par l'arrêté précité, il y a lieu d'utiliser une technique spéciale. C'est ce que nous allons exposer dans la présente étude en résumant quelques-uns de nos essais de laboratoire.

**I. — Désacidification progressive d'un moût muté
à l'aide du carbonate de chaux pur.**

Le moût muté utilisé dans nos essais présentait à l'analyse les caractéristiques suivantes :

Densité à 15° C	1.087
Sucres.	201
Acidité totale sulfurique.....	5,7
SO ² libre	0,500
SO ² total.	1,170
pH.....	3,10

Ce moût fut additionné de doses croissantes de carbonate de chaux pur : 2, 3, 4, 5, 6 grammes par litre. Après une agitation de quelques minutes pour activer l'action du désacidifiant, tous les échantillons furent laissés au repos pendant 48 heures, puis filtrés et analysés (tableau I).

	MOUT muté témoin	MOUTS MUTES DESACIDIFIES				
		1	2	3	4	5
Doses de CO ³ Ca ajoutées (en gr. par litre) ..	0	2	3	4	5	6
Acidité totale sulfurique.....	5,7	3,6	2,6	1,7	1,0	0,9
SO ² libre	0,500	0,440	0,460	0,500	0,500	0,500
SO ² total	1,170	1,100	1,120	1,150	1,150	1,150
pH	3,10	3,70	4,00	4,60	5,40	5,50
Essai de fermentation (léger ensemencement et mise à l'étuve à 30°).....	Pas de fermentation déclarée, même après 20 jours	Pas de fermentation déclarée, même après 20 jours	Fermentation déclarée au bout de 3 jours.	Fermentation déclarée au bout de 20 heures.	Fermentation déclarée au bout de 8 heures.	Fermentation déclarée au bout de 8 heures.
Index iodé de 2/1.000 de mgr. (en secondes) ..	90	150	270	Plus de 1.000	Plus de 3.600	Plus de 3.600

TABLEAU I

De l'examen du tableau I, on peut tirer les remarques suivantes :

1. — *La diminution de l'acidité de titration du moût muté est proportionnelle à la quantité de carbonate de chaux utilisée.*

On peut évaluer à l'avance et sans grande erreur cet abaissement d'acidité, en sachant que 1 gramme de $\text{CO}^3 \text{Ca}$ pur provoque une diminution de 1 gramme de l'acidité sulfurique du moût. Cependant, à partir d'une certaine dose limite de $\text{CO}^3 \text{Ca}$ (5 grammes par litre dans notre essai), la désacidification est beaucoup moins poussée. Au-delà de ce maximum, à ne jamais dépasser, l'action du désacidifiant est à peu près nulle.

En réalité, il n'est pas avantageux d'atteindre cette limite inférieure de désacidification, car les moûts prennent alors une teinte brunâtre qui s'accroît encore au cours de la concentration. Il est préférable de conserver aux moûts une acidité de l'ordre de 1 gr. 2 à 1 gr. 5 par litre.

Il est à signaler que dans le dosage de l'acidité de titration des moûts mutés on doit utiliser le rouge de phénol comme indicateur de virage et non la phénolphthaléine, car ce dernier composé donne des résultats beaucoup trop forts et d'ailleurs son emploi est interdit dans l'analyse des moûts et des vins (arrêté du 27 mars 1932).

2. — *L'addition de carbonate de chaux pur à un moût muté ne modifie aucunement les proportions respectives d'anhydride sulfureux libre et d'anhydride sulfureux combiné existant dans ce moût.*

On pourrait donc croire que ces mutés désacidifiés ne sont pas susceptibles de fermenter, puisqu'ils renferment des doses de SO^2 libre plus que suffisantes pour empêcher le développement des levures alcooliques. Il n'en est rien et d'ailleurs, dans la pratique, on sait qu'il ne faut pas désacidifier un moût muté trop longtemps à l'avance, sinon on risque de le voir partir en fermentation.

Dans notre essai, les échantillons n^{os} 2, 3, 4, 5 ont fermenté d'autant plus rapidement que le milieu était moins acide et cependant ils contenaient tous plus de 1 gramme de SO^2 total par litre dont 0 gr. 500 de SO^2 libre soi-disant antiseptique.

Ce phénomène peut paraître au prime abord inexplicable, mais en fait il est conforme aux notions physico-chimiques se rapportant au pH et aux constantes de dissociation électrolytique des acides et des sels.

En 1937, MM. Moreau et Vinet ⁽¹⁾ ont montré « que la forme chi-

mique sous laquelle le gaz sulfureux ajouté à un moût ou à un vin est *vraiment antiseptique* est l'acide sulfureux $SO^3 H^2$ dissous dans le liquide ; le sulfite neutre n'est pas antiseptique et le bisulfite ne peut l'être que dans la mesure où il libère de l'acide sulfureux ».

Dans le dosage de SO^2 libre au moyen d'une liqueur d'iode (méthode Rippert), on compte en réalité comme « libre » non seulement l'acide sulfureux qui l'est réellement, mais aussi celui qui est à l'état de bisulfite ou de sulfite neutre directement titrables par l'iode. Or la fraction qui est à l'état de $SO^3 H^2$ dissous est d'autant plus grande que le moût ou le vin a une *acidité réelle plus élevée*, c'est-à-dire un pH plus faible.

En effet, l'acide sulfureux est un biacide dont les pK des deux fonctions acides sont respectivement 1,77 et 7,08. D'après la formule classique : $pH = pK + \log \frac{S}{A}$, où TS représente la concentration en T sel et A la concentration en molécules acides (2), on voit que la proportion de $SO^3 H^2$ dissous est sous la dépendance directe du PH du milieu. Un calcul relativement simple nous donne, en première approximation, les relations suivantes :

pH du milieu	Pourcentage de $SO^3 H^2$ dissous vraiment actif
1,77	50 % du SO^2 libre dosé par l'iode
2,77	10 % — — —
3,77	1 % — — —
4,77	0,1 %

Ainsi un moût muté contenant 500 mgr. de SO^2 libre par litre (dosé par la méthode Rippert) renfermera 50 mgr. de $SO^3 H^2$ dissous *vraiment antiseptique* si son pH = 2,77 ; 5 mgr si son pH = 3,77 et seulement 0 mgr. 5 si son pH = 4,77.

On comprend alors pourquoi dans les moûts désacidifiés la fermentation se déclare d'autant plus rapidement que l'addition de carbonate de chaux a été plus importante, alors que les quantités de SO^2 libre dosées par l'iode n'ont pas été modifiées. En ajoutant un désacidifiant, on abaisse l'acidité réelle du moût et à un moment donné la proportion d'acide sulfureux actif n'est plus suffisante pour empêcher le développement des levures alcooliques.

C'est pour cette raison également que dans la préparation des mutés, il y a lieu d'utiliser des doses d'anhydride sulfureux *d'autant plus élevées que les moûts initiaux sont moins acides*

(1) Moreau et Vinet : C. R. Acad. Agric., 19 Mai et 2 Juin 1937.

(2) Voir à ce sujet : Annales de l'Institut Agricole d'Algérie, p. 125.

(c'est le cas, par exemple, de la plupart des moûts du département d'Oran, généralement riches en sucre et de faible acidité réelle, qui nécessitent des doses de SO_2 de l'ordre de 150 grammes et plus par hectolitre, si l'on veut obtenir une bonne stabilisation).

MM. Moreau et Vinet ont d'ailleurs mis au point une méthode ingénieuse dite de « l'Index iodé » qui permet de suppléer à l'insuffisance du dosage iodométrique habituel, pour connaître la résistance à la fermentation d'un moût ou d'un vin doux sulfité (1).

II. — Concentration des moûts mutés désacidifiés

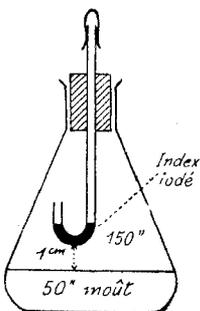
1. — Concentration à la pression atmosphérique, par simple ébullition à l'air libre.

Une partie des moûts mutés préalablement désacidifiés fut soumise à l'ébullition à l'air libre de façon à obtenir une réduction de volume de 4,5 à 1 — (la température d'ébullition était comprise entre 101 et 103° C). — Les concentrés ainsi obtenus avaient une densité voisine de 36° Baumé et leur teneur en anhydride sulfureux était d'autant plus élevée que la désacidification avait été plus poussée. (Tableau II).

TABLEAU II

	Concentré à 36° Bé correspondant au moût muté témoin non désacidifié	Concentrés à 36° Bé correspondant aux moûts mutés désacidifiés				
		1	2	3	4	5
SO ₂ total ...	0,128	0,192	0,224	0,960	1,606	1,636
SO ₂ libre ...	0,016	0,032	0,048	0,096	0,160	0,160
Pourcentage d'élimination de SO ₂ ...	97 %	95 %	95 %	81 %	69 %	68 %

(1) Principe de la méthode de « l'Index iodé ». — Si l'on place en atmosphère close un moût ou un vin ayant reçu de l'acide sulfureux, toute combinaison achevée, il va s'établir un équilibre entre SO_2 dissous dans le liquide et SO_2 contenu dans l'atmosphère. Plaçons à 1 centimètre de la surface du liquide un index iodé coloré en bleu par l'emploi d'amidon, correspondant à 10 millièmes de milligramme de SO_2 au maximum. Le temps de décoloration t (en secondes) de l'index sera inversement proportionnel à la teneur en SO_2 de l'atmosphère et donnera une indication utile sur la résistance à la fermentation du moût ou du vin sulfité.



Les concentrés n^{os} 3, 4, 5 contiennent une dose de SO² total supérieure à la limite autorisée par l'arrêté du 12 novembre 1940 et ne sont pas marchands.

2. — Concentration sous vide

Cette concentration fut réalisée sous un vide de 70 à 72 cm. de mercure, à une température de 50 à 48° C et la réduction de volume fut également de 4,5 à 1 pour tous les échantillons. Les doses de SO² contenues dans ces concentrés sont mentionnées sur le tableau 3.

TABLEAU III

	Concentré à 36° Bé correspondant au moût muté témoin non désacidifié	Concentrés à 36° Bé correspondant aux moûts mutés désacidifiés				
		1	2	3	4	5
SO ² total ...	0,352	0,416	0,704	2,04	3,90	4,22
SO ² libre ...	0,032	0,048	0,096	0,448	1,12	1,27
Pourcentage d'élimination de SO ²	93 %	91 %	86 %	60 %	24 %	18 %

Dans cet essai de concentration sous vide, *les taux d'élimination de SO² sont bien inférieurs à ceux obtenus par simple ébullition à l'air libre*, ce qui est normal, attendu que la température d'ébullition est dans ce cas de 48 à 50° au lieu de 101 à 103°.

Les concentrés n^{os} 2, 3, 4, 5 contiennent un excès de SO² et ne sont pas marchands.

De ces deux essais, confirmés d'ailleurs par plusieurs autres effectués sur des moûts mutés de diverses origines, on peut conclure :

1. — *Le désulfitage des moûts mutés au cours de leur concentration est d'autant plus difficile à réaliser que la désacidification préalable de ces moûts a été plus poussée.*

2. — *Toutes conditions restant égales, le désulfitage réalisé par concentration sous vide est toujours moins prononcé que celui obtenu avec des appareils fonctionnant à la pression ordinaire.*

— Comment donc faut-il opérer pour préparer des concentrés très peu acides et contenant des doses minimales d'anhydride sulfureux ? Il suffit pour cela de pratiquer la concentration en deux fois, à savoir :

1. — Concentrer le moût muté non désacidifié jusqu' à 20 ou 22° Bé, de façon à éliminer la majeure partie de l'anhydride sulfureux qu'il contient.

2. — Désacidifier ce mi-concentré par une addition convenable de carbonate de chaux pur et ajouter une certaine quantité de décolorant s'il y a lieu.

3. — Décanter, filtrer et concentrer à nouveau jusqu'au degré désirable.

Voici le résultat obtenu en appliquant ce mode opératoire au moût muté utilisé dans nos essais précédents (tableau 4).

TABLEAU IV

		<i>1^{re} concentra- tion à l'air libre (réduction de volume de 2 à 1)</i>	<i>Désacidifi- cation du mi-concentré par addition de 6 gr. de CO₃ Ca par litre</i>	<i>2^e Concentra- tion sous vide du mi-concentré désacidifié</i>
	Moût muté initial	Mi-concentré à 20° Bé	Mi-concentré à 20° Bé désacidifié	Concentré à 36° Bé
Acidité totale sulfurique.	5,7	8,2	2,5	5,0
SO ₂ total	1,170	0,200	0,200	0,400
Sucres	201	400	400	850

Les résultats analytiques sont exprimés en grammes par litre.

Ce procédé est déjà utilisé en Algérie par quelques industriels concentrateurs et les résultats obtenus sont excellents.

A titre d'exemple nous donnons ci-dessous l'analyse d'un moût concentré blanc obtenu selon la technique exposée plus haut, à l'aide d'un appareil industriel à gros débit fonctionnant à la pression ordinaire :

— 40 —

Densité à 15° C : 1.357,5 — 38 Bé.

Sucres par litre : 906.

Acidité totale sulfurique : 4,1.

SO² total : 0,080.

SO² libre : traces.

pH : 4,77.

Aspect et goût : limpide, jaune ambré, franc de goût, excellent.