



NEWSLETTER ABOUT THE DEMPTOS RESEARCH PROGRAM

RECHERCHES

LETTRE D'INFORMATION SUR LE PROGRAMME DE RECHERCHES DEMPTOS

Un mot pour vous dire...

Cette lettre de la recherche a été fortement influencée par les interrogations de bon nombre de nos clients concernant les aspects liés à la microbiologie de l'élevage et des risques de contamination. C'est la raison pour laquelle cette fois tous les thèmes traités sont en relation directe avec ce sujet d'importance. Nous espérons d'ailleurs que, dans l'avenir, nous renouvellerons l'expérience et que, par vos commentaires, vous initierez le choix du sommaire de ce petit document que nous faisons pour vous être utile.

Nous avons choisi de faire paraître le point de vue éclairé d'un spécialiste en la matière, qui nous a fait le plaisir de se joindre aux chercheurs de la tonnellerie Demptos pour la rédaction de cette lettre. Vincent Millet est docteur en œnologie ; on lui doit des travaux très originaux et vraiment novateurs sur la microbiologie de l'élevage en barriques. La lecture de son texte souligne la nécessité d'un suivi microbiologique sérieux des vins élevés au même titre que les analyses chimiques plus classiques.

Souhaitant que le contenu de ce numéro répondra à vos attentes; et qu'il donnera à l'ensemble de la profession des éléments de réflexion.

Jérôme FRANÇOIS
PDG Tonnellerie Demptos

Just a word to say...

This edition of Research News takes a closer look at microbiological aspects of maturing wines and related contamination risks, a concern expressed by a number of our customers. This is why this Research News focuses essentially on this important issue. We hope to renew this experience in the future and that, by your comments and observations, you will determine the subject matter of this modest newsletter which is meant to be useful to you.

We also decided to publish the enlightened point of view of an expert in the matter, an expert who kindly worked with the research team of the Demptos Cooperage on this newsletter. Vincent Millet has a doctorate in oenology and we owe him some original and very innovative work in the field of microbiology and maturing wine in barrels. Reading his article helps us realise how essential it is to closely monitor the microbiology of wines maturing in the wood just as we do with the more standard chemical analyses.

We hope that the contents will provide answers to your questions and will give rise to some fresh thinking for the profession as a whole.

Jérôme FRANÇOIS
Chairman and CEO Tonnellerie Demptos



Les acquisitions de la recherche au service de la profession

1 - Le pH dans l'œnologie des vins rouges

Le pH ou potentiel hydrogène est une bien vieille notion dont la mesure est à peu près courante depuis les années 30. La mesure qui se fait rapidement et à peu de frais, est tellement banale qu'on ne lui accorde plus aujourd'hui le moindre intérêt. Pourtant c'est cette valeur qui conditionne probablement le plus la qualité du vin et son devenir. Rappelons brièvement que depuis 1900 le pH des vins a marqué trois grandes étapes : d'abord de 1900 à 1950 une quasi stabilité autour de 3.3 à 3.5. Puis entre 50 et 60 une légère augmentation de 0.1 à 0.2 liée à la généralisation progressive de la fermentation malolactique a porté le pH des vins rouges au dessus de 3.5. Enfin après les années 1960, se renforçant en 80-90 la valeur du pH a connu une augmentation lente mais ininterrompue, frôlant actuellement 4.0 dans bon nombre de vins. Les raisons en sont multiples : des raisins plus mûrs, des macérations plus longues et surtout une fumure potassique largement excédentaire causant des enrichissements très importants en potassium cause de l'élévation inexorable des pH. Or, on ne fait pas et on ne traite pas un vin à pH élevé de la même manière qu'un vin à pH bas. C'est donc le challenge du début des années 2000 ; conduire une œnologie en condition de pH élevés (pH > 3.8).

a) le pH et l'oxydabilité du vin

Nous avons clairement démontré qu'une élévation de 0.2 unité de pH provoque une augmentation d'un facteur 2 pour des vins riches à un facteur 4 pour les vins les plus légers. Ainsi on devine les effets

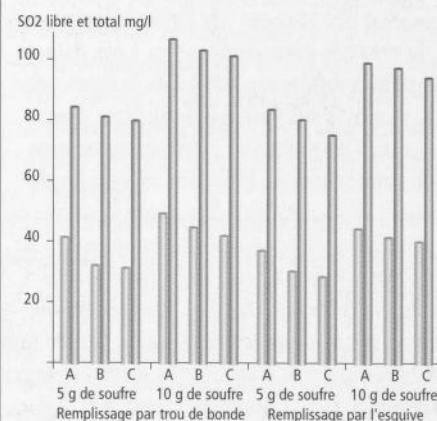
de variation de pH plus élevés, par exemple de 0.4 voire 0.5 dans des cas extrêmes, mais bien réels. Ainsi le vin est à la fois plus sensible à l'oxygène et évolue plus vite pour une même quantité d'oxygène. Sur le plan pratique cela implique une adaptation du mode d'élevage, des fréquences d'aération et de la durée de l'élevage. Il s'agit bien de repenser totalement le travail oxydatif du vin. C'est pour cette raison, que des températures d'élevage plus raisonnables (13 à 17°C) et le maintien prolongé sur lie fine (source de réduction compensant la plus grande oxydabilité des vins) sont recommandés.

b) le pH et l'efficacité du SO₂

Il faut savoir que la fraction de SO₂ active sur les micro-organismes correspond au SO₂ moléculaire. Nous savons que plus le pH augmente, moins il y a de SO₂ moléculaire. Pour avoir quelques ordres d'idées à pH 3 nous avons environ 6% de SO₂ moléculaire, à pH 3.5 plus que 2%, à pH 3.8 1% et à pH 3.9 environ 0.5%. D'autre part, on sait que pour maintenir la microflore (bactéries, levures de contamination) du vin dans des conditions de sécurité optimale il convient de maintenir 0.6 mg/L de SO₂ moléculaire.

Variations de l'apport de SO₂ au cours du soutirage

Influence du mode de séchage des fûts usagés (2 vins), du mode de remplissage et de la quantité de soufre brûlé sur la teneur en SO₂ libre et total dans un même vin rouge 24 heures après l'opération. Traitements avant méchage et entonnage : A : fûts secs (dix jours à l'égout) ; B : fûts séchés (par injection d'air comprimé durant 15 mn après rinçage à l'eau) ; C : fûts égoutés (abandon à l'égout pendant 30 mn).



Les acquisitions de la recherche au service de la profession (suite)

Pour obtenir ce niveau de protection à pH 3.5, 30 mg/L de SO₂ libre est suffisant ; il en faut 47 mg/L à pH 3.7 et beaucoup plus de 60 mg/L à pH 4. Dans ces conditions les risques de déviation olfactive (acide acétique, ethyl-phénols) ne sont pas systématiques mais sont très probables.

c) le pH et la microbiologie du vin

Pour des pH de 4.0 voire supérieur, le vin devient un milieu biologique tout à fait convenable pour le développement d'un grand nombre de micro-organismes, qui à des pH plus bas sont normalement inhibés par les conditions acides du milieu ou détruits par un niveau de SO₂ moléculaire suffisant. Dans le vin on retrouve donc des populations résiduelles de bactéries et de levures à des niveaux dont une grande partie est apte à se développer et posséder un métabolisme suffisamment actif pour causer des altérations du vin. En outre, les pH élevés favorisent la diversité microbienne des milieux, où l'on retrouve de nombreuses espèces différentes de levures et de bactéries lactiques et acétiques. La température semble le moyen le plus efficace, pour des conditions élevées de pH, de maintien de l'activité métabolique à des niveaux de risques les plus bas.

2) Pratique du sulfitage des barriques

Le sulfitage lors des élevages en barriques doit comporter deux phases distinctes, d'abord le sulfitage des fûts permettant une diminution des populations de microorganismes et le sulfitage du vin. Pour sulfiter les fûts il est vivement recommandé d'utiliser des mèches ou des pastilles de soufre à brûler. Dans ce cas, c'est la molécule de SO₂ qui agit comme gaz très réac-

tif et pénétrant. Mais l'étape de combustion est peu reproductible et largement influencée par les conditions environnementales. Pour préciser les meilleures conditions de sulfitage par méchage, nous avons réalisé un certain nombre d'expérimentations.

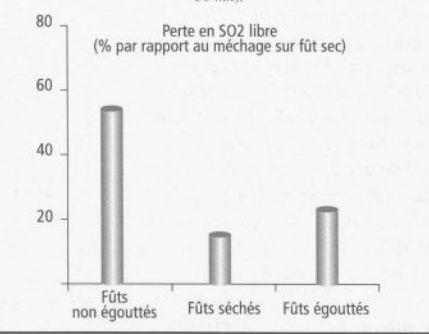
D'abord concernant le fût, l'efficacité stérilisante du méchage est maximale lorsque la combustion du soufre se pratique sur fûts égouttés et parfaitement secs. Le temps minimum est de 12 heures d'égouttage (fûts retournés, bonde en bas) et dans des locaux humides et froids il faut parfois attendre plusieurs jours. Dans ce cas on peut recommander de placer les fûts bonde dessous, dans une pièce légèrement chauffée pour permettre un séchage rapide. L'intérêt de l'opération est de permettre l'action dans la masse du bois du SO₂. En présence d'eau, au contraire le SO₂ donne H₂SO₃ (en fait HSO₃-) moins pénétrant et moins agressif vis-à-vis des micro-organismes et H₂SO₄ totalement inactif. Les résultats sont moins complets et l'on note fréquemment sur des fûts non convenablement méchés des augmentations significatives de la volatile des vins (> + 0.2 g H₂SO₄/L).

Quant au sulfitage des vins lors de l'entonnage après méchage, les figures ci-dessous en illustrent les principaux résultats. Il est à noter que la combustion de 5 à 10 g de soufre par fût n'augmente pas de manière proportionnelle le niveau de SO₂ libre dans les vins (c'est-à-dire

deux fois plus entre 5 et 10 g). Le résultat du sulfitage est très aléatoire. Donc le ré ajustage du sulfitage des vins 48 heures après entonnage dans un fût méché est impératif. Dans toutes nos conditions expérimentales c'est sur fûts secs que le niveau de SO₂ libre obtenu sur vin est le plus élevé. Les fûts séchés donnent des résultats peu différents de ceux égouttés. Ainsi lors d'un méchage sur fûts humides le rendement de sulfitage des vins est nettement diminué, il convient d'en tenir compte pour le niveau de protection des vins. Le mode de remplissage du fût (trou de bonde, esquivé) modifie aussi le résultat de sulfitage des vins. Généralement, le remplissage à l'esquive chasse une plus grande quantité de vapeur de SO₂ et diminue le niveau de sulfitage des vins. Ce mode d'entonnage a tendance à diminuer les écarts des résultats de sulfitage entre fûts séchés et fûts égouttés. ■

Perte en SO₂ libre selon le mode de séchage de la barrique

Incidence du soin apporté à l'élimination de l'eau résiduelle après rinçage des fûts usagés (2 vins) sur la perte en SO₂ libre 24 heures après l'entonnage. Traitement avant méchage et entonnage : fûts non égouttés (fûts méchés immédiatement après lavage à l'eau et passage rapide à l'égout (<5 mn)) ; fûts séchés (par injection d'air comprimé durant 15 mn après rinçage à l'eau) ; fûts égouttés (par simple abandon à l'égout pendant 30 mn).



The achievements of our research as a service to the profession

1 - The role of pH in red wine

The notion of pH or hydrogen potential is an old one and its measurement has become a routine operation since the 1930s, being easy and inexpensive, and so commonplace in fact that no one pays any attention to it nowadays. And yet this value is probably what most determines the future quality of wine. Let's remember that since 1900, the pH value has gone through three stages: first from 1900 to 1950, pH was practically stable at 3.3 to 3.5. Then from 1950 to 1960, it increased slightly by 0.1 to 0.2, owing to the gradual generalization of malolactic fermentation resulting in an average pH value above 3.5. Lastly, after the 60s, and more significantly in the 80s and 90s the pH value slowly but steadily increased to stand today at close to 4.0 in a number of wines. There are many reasons for this: riper grapes, longer maceration, and particularly excessive potassic manuring leading to a high potassium uptake which inexorably elevates the pH. Now, a wine with a high pH is not treated or made in the same way as one with a low pH. This is thus the challenges of this new century: managing oenological operations in a high pH environment (pH > 3.8).

a) pH and the oxidability of wine

We have clearly shown that an 0.2 increase in pH increases oxidability by a factor of 2 in rich wines and by a factor of 4 in lighter wines. One can therefore predict the effects of even higher pH values like 0.4 or 0.5 that occur in extreme but very real cases. The wine becomes more sensitive to oxygen and develops faster for a same amount of oxygen. From the practical point of view, this means adapting the ageing process, aeration frequency and length of maturing. In fact the whole oxidation process has to be rethought. For this reason, more reasonable maturing temperatures (13 to 17°C) and a prolonged stay on fine lees, a source of reduction that compensates the greater oxidability of wine, are recommended.

b) pH and SO₂ efficacy

It is important to know that the active SO₂ fraction on micro-organisms is molecular SO₂. The higher the pH, the less molecular SO₂ there is. To give you a rough idea: at a pH of 0.3, there is about 6% of molecular SO₂, at a

pH of 3.5, 2%, at a pH of 3.8 1% and at a pH of 3.9 about 0.5%. Moreover, we know that to protect the microbial population in the wine, bacteria and contamination yeasts, it is important to maintain 0.6mg/L of molecular SO₂. To achieve this level of protection with a pH at 3.5, 30mg/L of free SO₂ is sufficient, but 47 mg/L will be needed when the pH is at 3.7 and well over 60 mg/L when it is above 4. In such conditions there is a high though not inevitable risk of olfactory deviation from acetic acids or ethyl phenols.

c) pH and wine microbiology

When it reaches a pH of 4.0 or more, wine becomes a favourable biological environment for the development of a number of micro-organisms which, at a lower pH, would normally be inhibited by the acidic nature of the medium or destroyed thanks to a sufficient amount of molecular SO₂. In consequence, the wine contains residual populations of bacteria and yeasts a large proportion of which are able to develop and whose metabolism is sufficiently active to spoil the wine. Furthermore, a high pH promotes greater bacterial diversity, with many different species of yeasts and lactic and acetic bacteria occurring in the medium. When the pH value is high, temperature appears to be the most effective method to control and contain metabolic activity, to ensure it presents the lowest level of risk.

2) The Sulphiting (addition of SO₂) of Barrels

Sulphiting barrels intended for maturing wines must be performed in two distinct steps: sulphiting the barrels to reduce the number of micro-organisms and sulphiting the wine. To add SO₂ to the barrels, wicks or sulphur rings burnt in the barrels are strongly recommended. In this case, the SO₂ molecules act as a highly reactive and penetrating gas. But it is difficult to reproduce the combustion stage which is highly influenced by environmental conditions. To clarify the required conditions for adding SO₂ to barrels with sulphur wicks, we carried out a series of experiments. Maximum sulphuring efficacy is achieved when the sulphur is burnt in well drained and per-

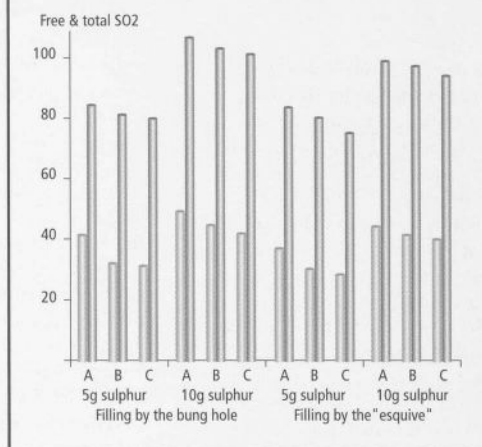
fectly dry barrels. Minimum draining time is 12 hours (barrels upside down, bung hole at the bottom) but may be several days if the premises are cold and damp. In this case, to speed up drying, the barrels should be placed, bung hole underneath, in a lightly heated room. The advantage of this operation is that the SO₂ penetrates the wood in depth. On the other hand, if there is any water present, SO₂ produces H₂SO₃ (HSO₃ in fact), less penetrating and less aggressive against micro-organisms, as well as H₂SO₄ which is totally inactive. The outcome is not so good and it has often been noted that inadequately fumigated barrels lead to a significant increase in the volatile fraction of wine (> + 0.2 g H₂SO₄/L).

The figures below show the main results of sulphiting the wine when it is put into fumigated barrels. It should be noted that burning 5 to 10g of sulphur in each barrel does not lead to a proportional increase in the amount of free SO₂ in the wine (i.e. twice as much between 5 and 10g). The outcome of sulphiting being very unpredictable, it is essential to adjust the level of SO₂ in the wine 48 hours after barrelling in fumigated barrels. In all our experiments, the highest level of free SO₂ in the wine was obtained with dry barrels. The results for dry barrels are similar to those for drained ones. For instance, sulphuring damp barrels resulted in a significantly poorer sulphiting outcome in the wine; it is important to take this into account in order to protect the wine adequately. The barrelling

method used (filling through the bung hole or the "esquive" – the small hole at the bottom of the barrel) also affects the outcome of sulphiting the wine. As a rule, filling the barrel through the "esquive" dispels a greater amount of SO₂ vapour, thus reducing the amount of SO₂ in the wine. This barrelling method tends to reduce the gap between sulphiting results for dry barrels and drained barrels. ■

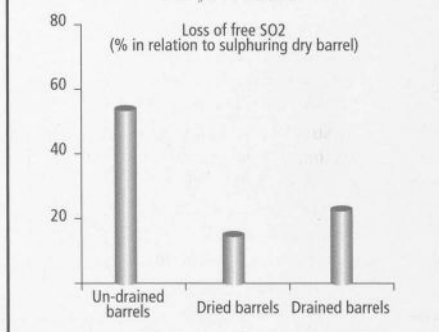
SO₂ level variations during racking

Influence of drying method used for old barrels (2 wines), of filling method and amount of sulphur burnt on free and total SO₂ content in a same red wine 24 hours after the operation. Treatment before sulphuring and barrelling: A: Dry barrels → barrels left to drain for 10 days after being rinsed with water. B: Dried barrels → dried by compressed air injected for 15 mn after being rinsed with water. C: Dried barrels → dried by compressed air injected for 15 mn after being rinsed with water



Loss of free SO₂ in relations to drying method of the barrel

Incidence of care taken to eliminate all traces of water after rinsing used barrels (2 wines) on the loss of free SO₂, 24 hours after barrelling: Un-drained barrels: barrels cleaned with sulphur wick immediately after rinsing with water and left to drain for a short time (<5 minutes). Dried barrels: barrels dried with compressed air injected for 15 minutes after being rinsed with water. Drained barrels: barrels dried simply by being left to drain for 30 minutes.



Brettanomyces et bois neuf ?

On nous questionne souvent sur les risques de contamination des vins par des Brettanomyces provenant du bois des barriques neuves. Lors de nos investigations à différentes étapes de la fabrication (grumes, merrains sur parc à bois et fûts), nous n'avons jamais pu mettre en évidence ce type de levure de contamination. Plusieurs raisons à cela : les barriques sont chauffées dans toute la masse du bois (à l'extérieur de la coque, une température de 65 à 70°C est atteinte, ce qui suffit pour stériliser toute la masse du bois). De plus, Brettanomyces n'est pas un micro-organisme adapté au milieu bois ; pour s'y implanter et y stagner sous forme de population résiduelle il faut impérativement que le bois

soit imprégné de vin. C'est donc dans des fûts très usagés et qui ne sont pas correctement entretenus que peuvent se présenter de graves altérations liées à des Brettanomyces en cours d'élevage. Dans ce cas on peut fréquemment mettre en cause la qualité du méchage des fûts entre deux périodes de conservation vide.

Il reste à préciser que Brettanomyces est une levure que l'on retrouve normalement parmi la microflore vinique ; elle est abondante sur les murs et les charpentes des chais, plus ou moins représentée sur les matériaux en contact avec le vin et on la retrouve même sur le raisin. ■

Brettanomyces and new barrels ?

We are often asked about the risk of wine being contaminated by Brettanomyces from the wood of new barrels. When we investigated the issue at every stage of barrel making (logs, stave wood in the timber yard, barrels), we found no evidence of the presence of this kind of contaminating yeast, and this for several reasons: when barrels are heated, the heat spreads throughout the wood (the temperature reaches 65 to 70°C on the outside of the barrel which is enough to sterilize the whole of the wood). Furthermore, Brettanomyces is not a species that adapts well to wood; in order to develop and maintain a residual population in wood, the wood must

imperatively be impregnated with wine. Thus, it is only in very old, inadequately cared for barrels that Brettanomyces can cause serious damage to wine during ageing. Frequently a lack of sufficient care taken when disinfecting barrels with sulphur wicks or rings between two periods of use is to blame. However it should be pointed out that Brettanomyces is a yeast commonly found in wine microflora: large amounts can be found on the walls and roof frames of cellars, as well as varying amounts on materials in contact with wine and even sometimes on the grapes themselves. ■