### COMPARAISONS D'OBTURATEURS POUR LES VINS DE CHARDONNAY ET DE PINOT NOIR

### PAR VINCENT GERBAUX ET JÉRÔME THOMAS

IFV, Unité de Beaune 6, rue du 16ème chasseurs - 21200 Beaune

**Résumé**: Le marché des obturateurs se diversifie régulièrement et le choix pour l'utilisateur devient de plus en plus complexe. Ce travail compare 42 obturateurs pour des vins de chardonnay et de pinot noir de Bourgogne. Les obturateurs testés ont été regroupés en quatre catégories: Synthétique, Technique (à base de liège), Capsules et Liège. Les conditions expérimentales retenues, utilisation de demi-bouteilles et conservation à 20° C, accentuent volontairement les effets du temps. Le suivi analytique a été réalisé sur une période de deux années.

Les obturateurs "techniques" sont comparables aux "liège" en ce qui concerne le maintien du  $\mathrm{SO}_2$  au cours du temps. Les obturateurs "Synthétiques" maintiennent moins bien le  $\mathrm{SO}_2$ , et les "Capsules", mieux. L'importance du fabricant est parallèlement constatée. Les performances des obturateurs "Liège" sont moins constantes que celles des obturateurs alternatifs.

Les résultats précisent également la neutralité aromatique des obturateurs ; l'enrichissement en oxygène lié à la mise en bouteilles ; la force d'extraction des obturateurs ; l'efficience de différentes perméabilités d'obturateurs ; l'incidence de la position de conservation, couchée ou debout.

#### **INTRODUCTION**

L'embouteillage est la dernière étape de la chaîne de production et doit donc faire l'objet d'attentions particulières. Cette constatation est d'autant plus importante dans un contexte de gestion raisonnée du sulfitage, répondant à la demande de vins de qualités hygiéniques et sensorielles irréprochables. L'obturateur joue alors un rôle majeur pour préserver cette qualité au cours du temps. Cette barrière doit, autant que faire se peut, être stable, présenter des caractéristiques bien établies, et être neutre du point de vue sensoriel. Le problème du goût de bouchon est bien sûr rédhibitoire. Il a largement contribué à l'essor des bouchages alternatifs. Aujourd'hui, ce défaut a nettement diminué. Parallèlement, la durabilité des obturateurs est devenue une question déterminante, notamment pour les vins de garde. Ce banc d'essais prend en compte 42 obturateurs susceptibles d'être utilisés pour des vins de chardonnay et de pinot noir de Bourgogne.

Ces obturateurs ont été étudiés vis-à-vis de leur impact sensoriel et de leur incidence sur la conservation du  $\mathrm{SO}_2$  en bouteilles. Pour accélérer les phénomènes de vieillissement, des demi-bouteilles ont été considérées, ainsi qu'une température constante de 20° C. Ainsi, les 24 mois de conservation, retenus dans le cadre de cette étude, correspondent à une durée assurément plus élevée pour des bouteilles de 75 cl conservées dans de meilleures conditions de température.

### MATÉRIEL ET MÉTHODES

Les obturateurs considérés pour cette étude ont été proposés par les fabricants et les distributeurs opérant en Bourgogne (*Tableau 1*). Ceux classés dans la catégorie "Synthétique" n'ont pas de liège dans leur composition. Ils sont extrudés, co-extrudés ou moulés. Les bouchons de la catégorie "Technique" comportent du liège dans leur composition (généralement des granulats) ainsi qu'un liant. Les "Capsules" sont des obturateurs à vis en aluminium, dotés d'un joint. La catégorie "Liège" prend en compte uniquement les obturateurs traditionnels en liège massif. Tous ont été livrés dans les semaines précédant la mise en bouteilles et stockés dans un local approprié.

Les vins expérimentaux, chardonnay et pinot noir du millésime 2009, ont été vinifiés en cuverie expérimentale (*Tableau 2*). 350 litres de chaque vin ont été nécessaires pour la réalisation des travaux. La mise en bouteilles a été réalisée en juillet 2010 après une phase d'élevage usuelle. Les vins ont été préalablement filtrés à 1µm et réajustés en SO<sub>2</sub>. Les demi-bouteilles (375 ml), type bourguignonne, sont remplies au niveau de référence, soit à 55 mm du col pour une température de 20° C. La mise en bouteilles est standardisée pour l'expérimentation. Le circuit de tirage est inerté, mais pas la bouteille vide. L'obturateur est mis en place avec des équipements mono-têtes de dernière génération (boucheuse et capsuleuse). Les bouteilles sont placées dans un local à 20° C, une partie étant stockée en position debout et une autre partie en position couchée. Le suivi analytique est réalisé après 24 heures, ainsi que 1, 3, 6, 12, 24 mois après la mise en bouteilles. Les bouteilles debout ne sont suivies que pendant 3 mois. Les analyses réalisées sont : le SO<sub>2</sub> libre et le SO<sub>2</sub> total ainsi que la colorimétrie et l'absorbance à 420 nm

Catégories	Références	Fabricants	
« Synthétique »	10	5	
« Technique »	13	7	
« Capsule »	4	2	
« Liège »	15 *	4	
Total	42	18	

<sup>\* 14</sup> pour l'expérimentation sur Pinot noir

Tableau 1: Obturateurs testés

Analyses		Chardonnay	Pinot noir	
SO <sub>2</sub>	total (mg/l)	98	85	
	libre (mg/l)	42	32	
acidité	pН	3.25	3.47	
	totale (g/I H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	4.1	3.8	
	volatile (g/I H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	0.26	0.39	
alcool	degré (% v/v)	12.8	12.9	

Tableau 2 : Analyses des vins à la mise en bouteilles

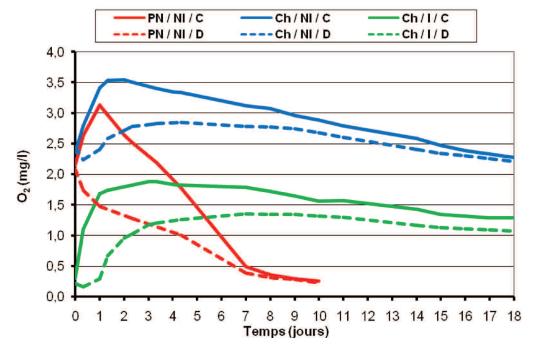
(pour le chardonnay uniquement). La force d'extraction est analysée après 12 et 18 mois de conservation. Toutes les déterminations sont réalisées en double (deux bouteilles attribuées par lot pour chaque temps du suivi analytique).

Un suivi de l'oxygène dissous, après la mise en bouteilles, a également été réalisé pour deux obturateurs (un "Synthétique" et un "Technique") en utilisant des bouteilles blanches et le système PreSens® (Pastilles PSt<sub>3</sub>). Ce suivi est réalisé pour les vins de chardonnay et de pinot noir et des bouteilles en positions debout et couchée. Les résultats présentés concernent des pastilles immergées dans le vin. Des tests de macération en solution hydro-alcoolique (8 % d'éthanol dans de l'eau d'Evian additionnés de 0,5 g/l d'acide tartrique) sont mis en place en parallèle. Un obturateur est alors totalement immergé dans un flacon de 250 ml, lui-même fermé avec un bouchon en bakélite. La macération dure 14 jours à 20° C. Une évaluation sensorielle uniquement olfactive est réalisée avec un panel de 7 juges. L'intensité de la différence est appréciée par rapport à une solution vierge ainsi qu'une description aromatique libre de la différence. Les descripteurs sont ensuite catégorisés en trois groupes : bois et dérivés, empyreumatique, chimique et assimilés.

### RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

### Evolution de l'oxygène après embouteillage (Figure 1)

Le suivi de l'oxygène dissous montre un apport de l'ordre de 2 mg/l lors de la mise en bouteilles, lorsque celles-ci ne sont pas inertées. Avec des bouteilles préalablement inertées (résultat sur chardonnay uniquement), l'apport d'oxygène est inférieur à 0,5 mg/l. Dans les 24 heures suivant l'obturation, la teneur en oxygène dissous augmente de 1 à 1,5 mg/l lorsque la bouteille est couchée (mise en position couchée 10 à 15 mn après le bouchage). Cette augmentation est notamment liée à un relargage du bouchon comprimé. Lorsque la bouteille est stockée debout, sans contact direct entre le vin et l'obturateur, l'augmentation d'oxygène dissous après embouteillage est nettement atténuée pour le chardonnay et non observée pour le pinot noir. Une diminution régulière de la teneur en oxygène dissous est ensuite constatée au cours du temps, diminution nettement plus rapide pour le pinot noir que pour le chardonnay. Pour le pinot noir, l'oxygène est pratiquement absorbé en 7 jours alors que pour le chardonnay, la teneur en oxygène est encore supérieure à 2 mg/l, plus de deux semaines après embouteillage, lorsque celui-ci est réalisé sans inertage de la bouteille.



**Figure 1** : Suivi de l'oxygène dissous après mise en bouteilles. (PN : pinot noir ; Ch : chardonnay ; NI : non inerté ; I : inertage ; C : position couchée ; D : positionn debout)

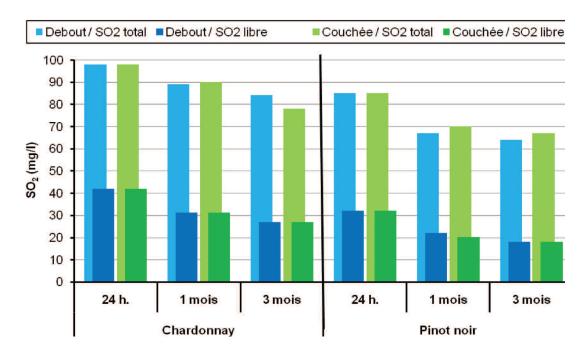


Figure 2 : Évolution du SO, en fonction de la position de la bouteille

### Position de stockage des bouteilles (Figure 2)

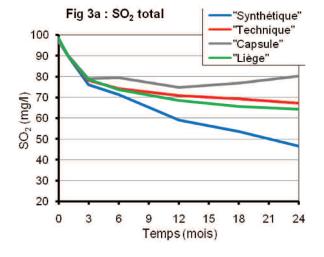
Z

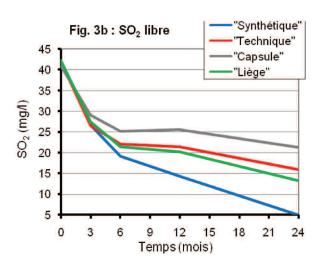
Ι

La teneur des vins en  $SO_2$  diminue après la mise en bouteilles. Le non-inertage de la bouteille au moment de son remplissage accentue la perte de  $SO_2$  dans le premier mois de conservation. La position de la bouteille n'a alors pas d'incidence notable sur la diminution du  $SO_2$ . Pour le chardonnay, aussi bien que pour le pinot noir, les valeurs sont très proches pour les deux positions de stockage et les petites différences constatées sont nettement inférieures à celles de l'effet du temps, tout au moins pour une durée de trois mois.

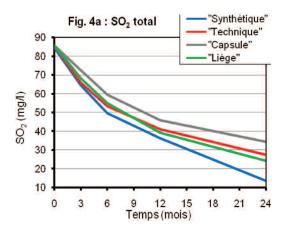
**Évolution du SO<sub>2</sub> en fonction des obturateurs (Figures 3 et 4)** Des différences notables d'évolution des teneurs en SO<sub>2</sub> libre et total sont observées en fonction des obturateurs classés par catégories, les bouteilles étant alors conservées en position couchée. Les obturateurs "Liège" et "Technique" présentent des résultats

très proches dans leur globalité. Les "Capsule" préservent mieux les teneurs en SO<sub>2</sub>. Inversement, les obturateurs "Synthétique" gardent moins le SO<sub>2</sub>. Les différences s'accentuent avec le temps, notamment pour le chardonnay. Les conditions expérimentales, demi-bouteilles et température de stockage de 20° C, favorisent cette baisse de SO, et maximisent les différences entre les catégories d'obturateurs. Un tri décroissant des teneurs cumulées en SO<sub>2</sub> total, pour les lots de chardonnay et de pinot noir, après 24 mois de conservation en bouteilles, a été réalisé en considérant l'ensemble des obturateurs testés (Figure 5). Les obturateurs "Capsules" et les obturateurs "Synthétique" sont positionnés à chaque extrémité du classement. Les obturateurs "Technique" et surtout les obturateurs "Liège" sont répartis sur l'ensemble du tri, sans atteindre les deux extrémités. L'incidence de la catégorie d'obturateur vis-à-vis du maintien  $\mbox{du SO}_{2}$  est ainsi précisée, de même que l'importance du couple référence / fabricant.





**Figure 3** : Évolution de la teneur en  $SO_2$  en cours de conservation du chardonnay en bouteilles



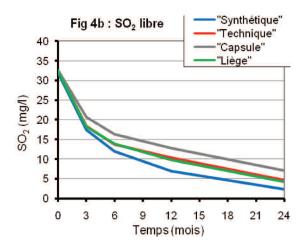


Figure 4 : Évolution de la teneur en SO, en cours de conservation du pinot noir en bouteilles

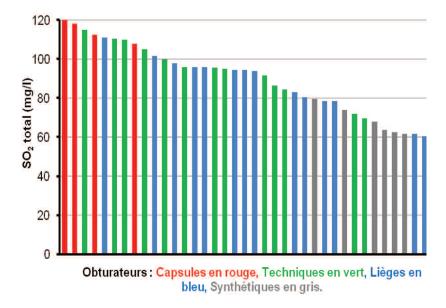


Figure 5 : Tri décroissant des teneurs cumulées en SO2 total (chardonnay et pinot noir) après 24 mois en bouteilles

### Homogénéité des lots d'obturateurs (Tableau 3)

Après 24 mois de conservation en bouteilles, la teneur en  $SO_2$  est du simple au double en fonction de la catégorie d'obturateur utilisée. Les valeurs d'écart-type plus ou moins importantes (jusqu'à 11 mg/l) confirment que ces résultats doivent être modulés en fonction des références. Pour une même référence d'obturateur, les écart-types calculés à partir des analyses de  $SO_2$ , réalisées en double, montrent des valeurs nettement plus faibles pour les obturateurs alternatifs que pour le liège. Pour ce dernier, un écart-type moyen de  $10.3 \, \text{mg/l}$ 

est constaté après 24 mois de conservation pour les lots de chardonnay. L'impact des obturateurs sur l'évolution de la couleur des vins peut être constaté en parallèle. La nuance jaune du chardonnay (DO 420 nm) est d'autant plus élevée que la chute de  $\mathrm{SO}_2$  est forte. L'indice de clarté du pinot noir (obtenue par colorimétrie) est plus élevé pour les teneurs en  $\mathrm{SO}_2$  les plus élevées. La perte de  $\mathrm{SO}_2$  tend à renforcer l'intensité colorante du vin rouge. Ces différences de couleur après 24 mois de conservation restent limitées et visuellement peu importantes.

Vins	Obturateurs (références testées)	SO <sub>2</sub> total (mg/l)	SO <sub>2</sub> total : écart-type moyen entre doubles *	Couleur **
Chardonnay	« Synthétique » (10)	47 +/- 7.7	3.7	0.097 +/- 0.007
	« Technique »(13)	67 +/- 8.7	4.2	0.089 +/- 0.005
	« Capsule » (4)	80 +/- 2.6	1.4	0.085 +/- 0.003
	« Liège » (15)	64 +/- 11.3	10.3	0.093 +/- 0.007
Pinot noir	« Synthétique » (10)	14 +/- 6.2	1.6	29.9 +/- 2.4
	« Technique » (13)	28 +/- 6.4	3.2	31.9 +/- 0.9
	« Capsule » (4)	34 +/- 3.1	1.6	32.8 +/- 0.3
	« Liège » (14)	24 +/- 5.9	4.6	31.3 +/- 0.8

<sup>\*</sup> Deux bouteilles analysées pour chaque référence d'obturateur à chaque date.

Tableau 3 : Analyses après 24 mois de conservation (valeurs moyennes +/- écart-type)

<sup>\*\*</sup> DO420 sous 1 cm pour le chardonnay ; Clarté L\* (colorimétrie) pour le pinot noir.

Vins	Obturateurs (références de	SO <sub>2</sub> libi	re (mg/l)	SO <sub>2</sub> total (mg/l)		
	perméabilités)	12 mois	24 mois	12 mois	24 mois	
Chardonnay	« Synthétique » (4)	17.3 +/- 1.8	7.4 +/- 2.2	63.8 +/- 2.0	53.0 +/- 4.6	
	« Technique »(4)	24.7 +/- 2.7	20.1 +/- 2.5	75.1 +/- 4.5	72.4 +/- 4.5	
Pinot noir	« Synthétique » (4)	7.5 +/- 1.1	< 5	44.0 +/- 3.3	33.8 +/- 3.6	
	« Technique » (4)	11.9 +/- 1.1	6.3 +/- 1.6	44.1 +/- 1.7	33.4 +/- 3.5	

Tableau 4 : Évolution du SO₂ pour deux gammes d'obturateurs de perméabilité différente (valeurs moyennes +/- écart-type)

### Comparaisons de deux gammes de perméabilité d'obturateurs (*Tableau 4*)

Quatre références de perméabilités différentes ont été considérées pour deux fabricants d'obturateurs, l'un de "Synthétique", l'autre de « Technique ». Comme observés précédemment, les obturateurs "Technique" préservent mieux le  $SO_2$  que les obturateurs "Synthétique". Les faibles valeurs d'écart-type (inférieures à 5 mg/l) indiquent que, pour une gamme donnée, les différences de perméabilité entre les références d'obturateurs sont peu mises en évidence. Des résultats similaires sont alors constatés aussi bien pour le chardonnay que pour le pinot noir. L'effet de la perméabilité de l'obturateur apparaît inférieur à celui de la catégorie, "Technique" ou "Synthétique", si l'on excepte les résultats concernant le  $SO_2$  total sur pinot noir.

### Extraction des obturateurs (Tableau 5)

La force d'extraction des obturateurs a été analysée après 12 et 18 mois de stockage (sauf pour la catégorie "Capsule"). Cette force est liée au retour élastique de l'obturateur, exercé sur le col de la bouteille. Elle est aussi liée au traitement de surface appliqué à l'obturateur. Cette force évolue dans le temps avec les caractéristiques mécaniques du bouchon. D'une manière globale, les résultats montrent, que la force d'extraction est de 20 % supérieure pour la catégorie "Synthétique" que pour la catégorie "Liège". Inversement, la force d'extraction est de 29 % inférieure pour la catégorie "Technique" que pour la catégorie "Liège".

Catégories d'Obturateurs (nombres testés)	Force d'extraction (dal	
« Synthétique » (10)	43.6 +/- 11.7	
« Technique » (13)	25.9 +/- 5.6	
« Liège » (15)	36 4 +/- 8 6	

**Tableau 5**: Analyse de la force d'extraction des obturateurs (valeurs moyennes +/- écart-type pour 4 bouteilles conservées 12 à 18 mois)

#### Impact olfactif des obturateurs (Tableau 6)

L'objectif est de définir les dominantes aromatiques des obturateurs testés, en sachant que le test de macération en solution hydro-alcoolique considéré donne des résultats très surévalués. Le rapport surface/volume est, en effet, 50 fois supérieur à celui d'un obturateur dans une bouteille de 75 cl. De plus, la solution de macération est, par nature, très neutre, par rapport à du vin. Les résultats montrent que les obturateurs les plus neutres appartiennent à la catégorie "Capsule" ainsi que, dans une moindre mesure, à la catégorie "Synthétique". Les principaux descripteurs aromatiques utilisés pour les obturateurs de la catégorie "Synthétique" sont rassemblés dans un groupe "Chimique et assimilés". Ce groupe inclut les termes : plastique, chimique, synthétique, pétrole, caoutchouc, encre, colle, etc.

Les obturateurs "Technique" et "Liège" modifient plus nettement la solution hydro-alcoolique. Les obturateurs "Liège" et "Technique", non marqués, présentent des caractéristiques aromatiques dominantes regroupées sous les termes "Bois et dérivés": bois, liège, vanille, carton, poussière, papier mouillé, champignon, moisi, etc. Le marquage des obturateurs "Technique" par pyro-gravage masque les notes "bois et dérivés" par des notes dominantes "empyreumatiques": brulé, bois brulé, suie, goudron, fumée, etc.

#### CONCLUSIONS

Les résultats montrent l'importance d'une bonne maîtrise de la mise en bouteilles. Outre le choix de l'obturateur, un inertage complet de la chaîne de tirage est un objectif à atteindre. En effet, tout apport d'oxygène à ce stade élimine rapidement et inutilement une partie du SO<sub>2</sub> présent dans le vin. La position de la bouteille, debout ou couchée, dans les trois mois suivant le conditionnement, n'a pas d'incidence notable sur la teneur en SO<sub>2</sub>. Il a même été constaté une teneur moindre en oxygène dissous, suite à la mise en bouteilles, pour une bouteille debout plutôt que couchée. Les obturateurs "Technique" (à base de liège) présentent des résultats, proches de ceux obtenus avec le liège massif, en ce qui concerne le maintien du SO<sub>2</sub> au cours du temps. Les obturateurs "Synthétique" sont, dans leur globalité, moins performants à ce niveau. À l'inverse, les "Capsules" préservent mieux les teneurs en SO<sub>2</sub>. Les résultats montrent aussi que les obturateurs "Liège" sont moins constants que les obturateurs alternatifs, manufacturés selon un procédé standardisé. Le choix du fabricant prend une importance particulière, notamment pour les vins de garde. La notion de perméabilité au sein d'une gamme d'obturateur doit être mieux définie et caractérisée par des méthodes standardisées. La force d'extraction de l'obturateur est un point sensible. Les obturateurs "Technique" sont, globalement, plus facilement extraits que les obturateurs "Liège", et l'inverse est constaté pour les obturateurs "Synthétique". Enfin, les tests de macération en solution hydro-alcoolique montrent que les obturateurs "Capsule" mais aussi "Synthétique" sont les plus neutres. Les obturateurs "Liège" et "Technique" développent des notes liées au bois. Il a également été constaté que le marquage par pyro-gravure développe des notes empyreumatiques caractéristiques.

#### REMERCIEMENTS

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du programme régional "Au Cœur du Vignoble". Les auteurs remercient le BIVB pour le financement de ce programme. Les auteurs remercient également les distributeurs et producteurs qui ont fourni gracieusement les obturateurs utilisés pour ces travaux.

Catégories d'obturateurs Marquage	Intensité de la différence (note sur 2)		Description (% pourcentage des juges)				
	Moyenne	Ecart-type	Bois et dérivés	Empyreu- matique	Chimique et assimilés	Non réponses	
"Synthétique"	Encre	1.0	0.6	25%	6%	42%	28%
"Technique"	Pyro-gravé	1.6	0.5	16%	77%	3%	3%
	Non	1.4	0.5	75%	3%	14%	8%
"Capsule"	Non	0.6	0.5	29%	0%	25%	47%
"Liège"	Non	1.5	0.6	67%	3%	23%	7%

Tableau 6: Impacts olfactifs des obturateurs après macération dans une solution hydro-alcoolique (7 juges, 2 répétitions)