



# IMPACT DE L'ACIDE SORBIQUE SUR LA QUALITÉ DES VINS EFFERVESCENTS DE LA LOIRE

Etienne Neethling<sup>1\*</sup>, Ronan Symonneau<sup>1</sup> et Philippe Chretien<sup>2</sup>

<sup>1</sup>ESA, USC 1422 INRA-GRAPPE, Ecole Supérieure d'Agricultures, 55 rue Rabelais, 49007 Angers, France

\*e.neethling@groupe-esa.com

<sup>2</sup>IFV, Institut Français de la Vigne et du Vin, 42 rue Georges Morel, 49071 Beaucozéz, France

Union des  
Maisons de Fines Bulles de Loire

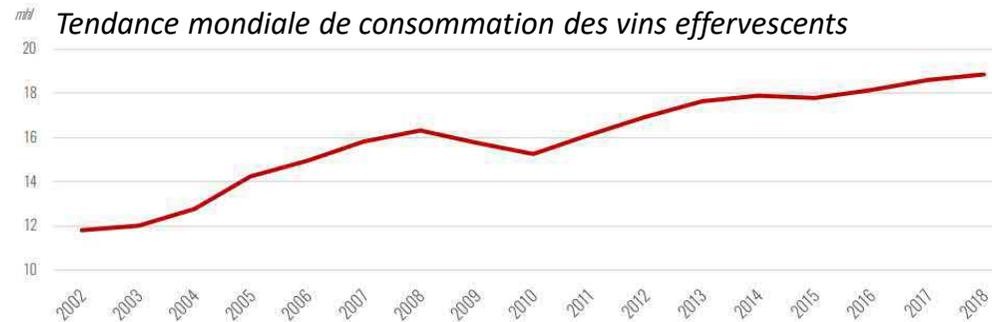


**INTERLOIRE**  
Interprofession des Vins du Val de Loire



# CONTEXTE

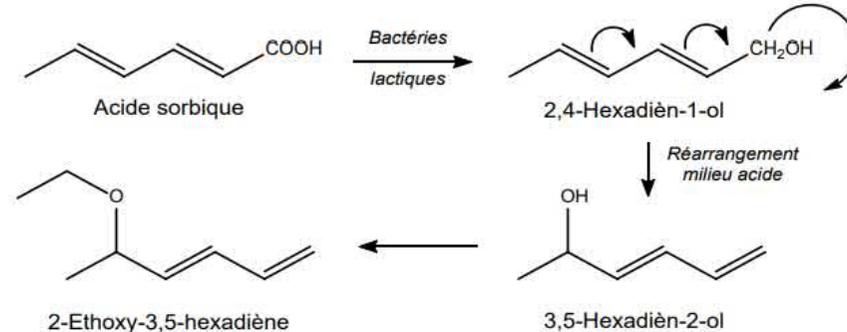
- Marché des vins effervescents se développé sous l'impulsion d'une forte demande mondial
  - ✓ Consommation : 12 mhl en 2002 à 19mhl en 2019 (OIV, 2020)



- Opportunité d'augmenter le volume de production des vins effervescents en Val de Loire
  - ✓ Notamment le cas pour les vins effervescents italiens et espagnols (OIV, 2020)
- Constat en Val de Loire: Certains vins de base destinés à l'élaboration de vins effervescents contiennent des quantités d'acide sorbique
  - ✓ Raison : Contamination croisée / etc..
  - ✓ Acide sorbique : Rôle antifongique et utilisé en association avec SO<sub>2</sub> → réduire les doses de ce dernier

# CONTEXTE

- Problème: Utilisation de l'acide sorbique peut entraîner une déviation organoleptique des vins effervescents
  - ✓ Bactéries peuvent dégrader l'acide sorbique et provoquer la formation de molécules indésirables
  - ✓ Action des bactéries donne lieu à un intermédiaire réactionnel, le 2,4-hexadièn-1-ol, qui subit un réarrangement électronique dans les conditions physico-chimiques du vin (i.e. *milieu acide, présence d'éthanol*) pour former le **2-éthoxy-3,5-hexadiène**, caractéristique de l'odeur « **la feuille de géranium** »
    - Bien que les composés intermédiaires présentent aussi des odeurs/nuances végétales, ils sont nettement moins odorants que le 2-éthoxy-3,5-hexadiène
    - Le 2-éthoxy-3,5-hexadiène : Seuil de détection olfactive dans l'eau estimé à 1 µg/L

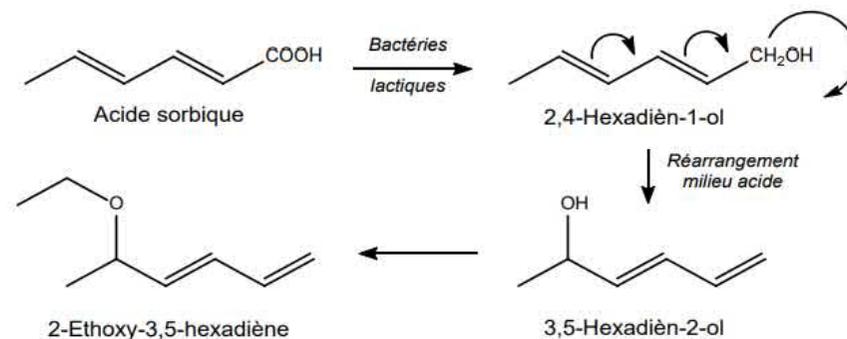


Ribéreau-Gayon et al. 2004

- ✓ Déviations organoleptiques est mentionnée dans le cas de fermentations malolactiques non recherchées

# CONTEXTE

- Lors de cette altération bactérienne de l'acide sorbique vers 2,4-hexadiène-1-ol :
  - ✓ Sorbate d'éthyle se formera également puisqu'il s'agit d'un métabolite naturel dans les vins contenant de l'acide sorbique
    - Retrouvé dans certains vins effervescents, il serait à l'origine d'odeurs de « céleri » ou « ananas » (*De Rosa et al. 1983*) ou encore d'odeurs de « miel » ou « pomme » (*Chisholm et Samuels 1992*)
    - Son odeur peut produire ainsi un arôme plus acceptable que celui du 2-Ethoxy-3,5-hexadiène
  - ✓ Altération bactérienne entre en compétition avec la formation de sorbate d'éthyle



*Ribéreau-Gayon et al. 2004*

# OBJECTIFS

- Financée par l'UMFBL et l'InterLoire et pilotée par l'ESA et l'IFV

## **EVALUER IMPACT DE L'ACIDE SORBIQUE SUR LA QUALITE DES VINS EFFERVESCENTS**

- Dans cet objectif général s'inscrit différentes problématiques
  - 1) A partir de quelle concentration en mg/l d'apport en acide sorbique peut-on sensoriellement percevoir le défaut organoleptique des nuances végétales ?
  - 2) Le temps de repos sur latte d'un vin effervescent peut-il renforcer les nuances végétales ?

# HYPOTHÈSES

- Pour faciliter la réponse à ces problématiques, des hypothèses de travail ont été formulées :

**Hypothèse 1 (H1)** : Une concentration élevée d'acide sorbique conduit à une odeur végétale dans le vin effervescent et ainsi la perception sensorielle de ce défaut

**Hypothèse 2 (H2)** : Aucune odeur végétale ne peut être perçue avec un faible apport en acide sorbique

**Hypothèse 3 (H3)** : Un faible apport en acide sorbique combiné à une durée élevée de repos sur latte entraînera la perception de l'odeur végétale

**Hypothèse 4 (H4)** : Le déclenchement d'une fermentation malolactique spontanée selon les bouteilles de vin effervescent entraîne la perception de l'odeur végétale

# MÉTHODES

Septembre 2017

Février 2018

Obtention de deux vins de base

- Saumur moussoux à pH élevé (SAU)
- Crémant de Loire à pH faible (CRE)

*Site Ackerman, Vaudelnay*

*Ces deux vins de base ont réalisé la fermentation malolactique*

Mise en place de l'essai avec les différents doses d'acide sorbique

*Site Ackerman, Chacé*

Un troisième vin de base a été ajouté  
Ce vin a été sélectionné car il n'y ait pas de FML

Ces vins de base ont été sélectionnés afin de répondre au mieux aux professionnels et pour coller aux cahier des charges des différents vins effervescents produits en Val de Loire.

*Exemple*

Vin de base Saumur  
pH élevé

Vin de base FA en grand volume  
(classique)

Vin de base ensemencement FML  
en petit volume (lot isolé)

Liqueur de Tirage  
Vin de base en début FML

Ajout des doses de  
Sorbate

SAU 0

SAU 1

SAU 2

SAU 5

SAU 10

SAU 20

Les 6 modalités d'acide sorbique ajoutée :

0 mg/L

1 mg/L

2 mg/L

5 mg/L

10 mg/L

20 mg/L

# MÉTHODES

Juin 2018

Décembre 2018

## Dégustation 1

- 4 sessions avec 45 personnes
- Dégustation olfactive en verre noir

*Site Ackerman, Chacé*

## Dégustation 2

- 4 sessions avec 39 personnes
- Dégustation olfactive en verre noir

*Site Ackerman, Chacé*

Juin 2019

Décembre 2019

## Dégustation 3

- 4 sessions avec 45 personnes
- Dégustation olfactive en verre noir

*Site Ackerman, Chacé*

## Dégustation 4

- 5 sessions avec 49 personnes
- Dégustation olfactive en verre noir

*Site Ackerman, Chacé*



425

Absence Très intense  
Géranium Vegetal

*Dégustation olfactive en verre noir avec une échelle de notation allant de 0 « absence d'une nuance végétale feuille de géranium » à 10 « très intense »*

# MÉTHODES

Juin 2018

Décembre 2018

## Dégustation 1

- 4 sessions avec 45 personnes
- Dégustation olfactive en verre noir

*Site Ackerman, Chacé*

## Dégustation 2

- 4 sessions avec 39 personnes
- Dégustation olfactive en verre noir

*Site Ackerman, Chacé*

Juin 2019

Décembre 2019

## Dégustation 3

- 4 sessions avec 48 personnes
- Dégustation olfactive en verre noir

*Site Ackerman, Chacé*

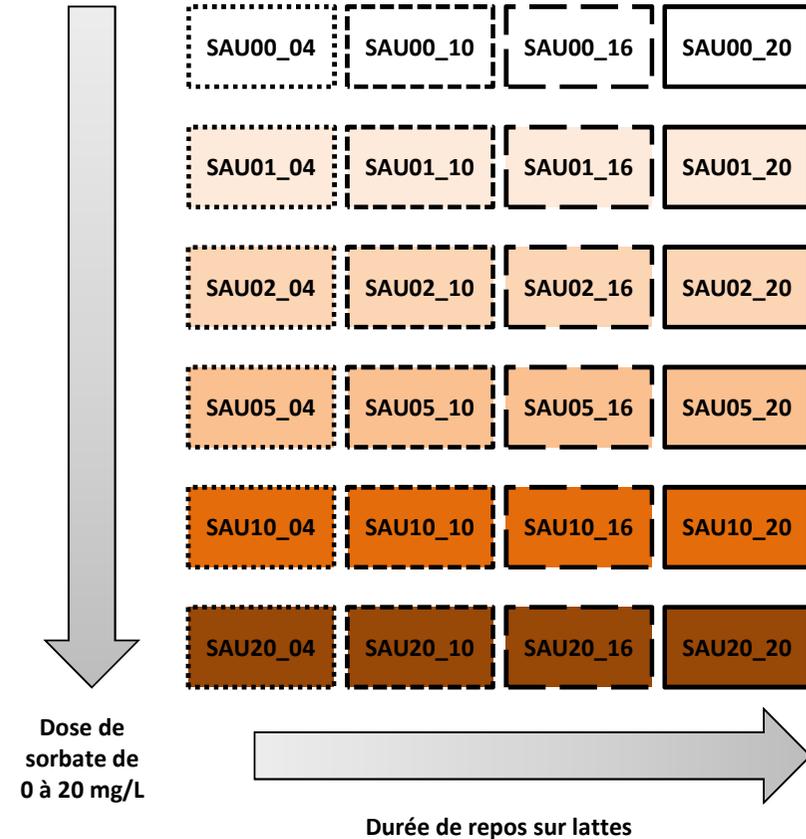
## Dégustation 4

- 5 sessions avec 49 personnes
- Dégustation olfactive en verre noir

*Site Ackerman, Chacé*

*Exemple*

Vin de base Saumur  
pH élevé



Dose de sorbate de  
0 à 20 mg/L

Durée de repos sur lattes

12 bouteilles par  
modalité

# MÉTHODES

Entraînement et calage des juges pour la dégustation olfactive:

- ✓ Utilisation d'un standard d'2-éthoxy-3,5-hexadiène de concentration 140 mg/l
- ✓ Dilutions croissantes dans l'eau, puis dans du vin blanc
- ✓ Dilution 100x pour obtenir une solution mère [M] = 1400 µg/l
- ✓ Solutions réalisées dans des bouteilles en verre de 0,75 l

- A : 10,75 ml de M + 739,25 ml d'eau. [A] = 20 µg/l
- B : 5,375 ml de M + 744 ml d'eau. [B] = 10 µg/l
- C : 2,69 ml de M + 747,31 ml d'eau. [B] = 5 µg/l
- D : 1,075 ml de M + 748,9 ml d'eau. [D] = 2 µg/l
- E : 0,537 ml de M + 749,46 ml d'eau. [E] = 1 µg/l

Lors du premier calage, des solutions plus diluées (0,5 µg/l et 0,1 µg/l) ont été utilisées pour jauger les seuils de perception des juges. Comme l'odeur de « géranium-boîte de sardines » n'a pas été détectées, nous avons déterminé le seuil de perception des juges à 1 µg/l.

- Lors des séances suivantes, nous nous sommes arrêtés à ce seuil.

# MÉTHODES



- Prestation par la laboratoire EXCELL (33)

## **1) Screening pour la détection et l'identification des composés aromatiques**

Méthode: GC-MS, ciblé sur ethyl sorbate, 2,4-hexadièn-1-ol et 3,5-hexadièn-2-ol)

L'échantillon est injecté après extraction SPME sur un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse. L'objectif de cette technique est d'identifier ou de quantifier de nombreuses substances présentes en faible quantité voire en traces.

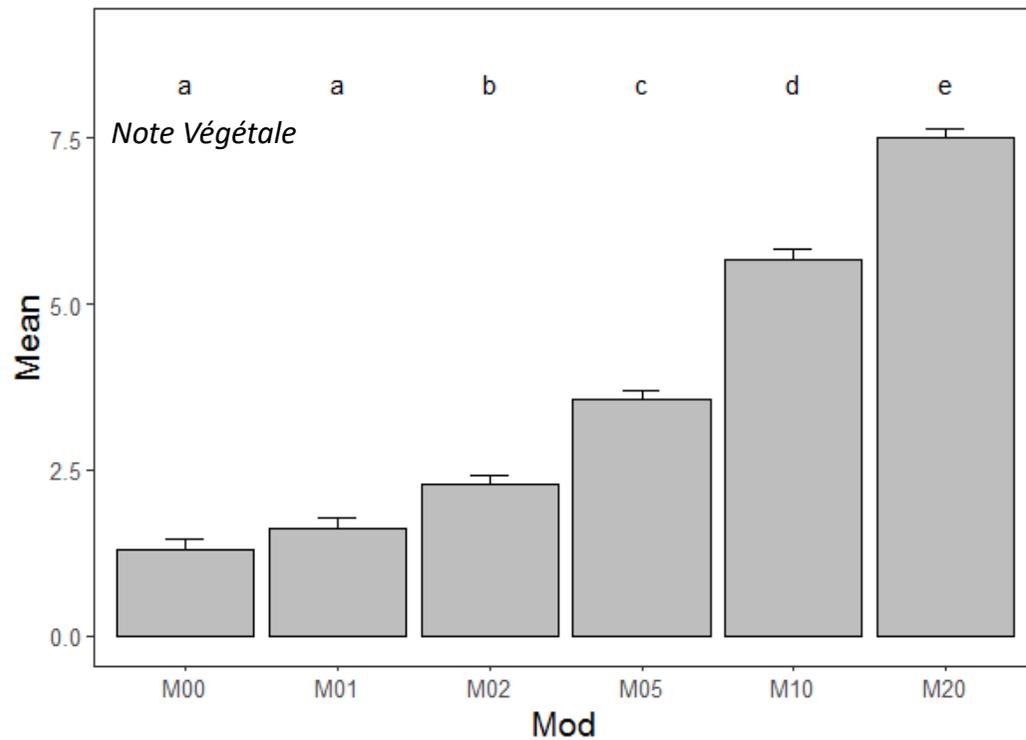
## **2) Analyse de dosages du molécule 2-éthoxy-3,5-hexadiène**

Méthode : PES 251, SPME-HEADSPACE/GC-MS

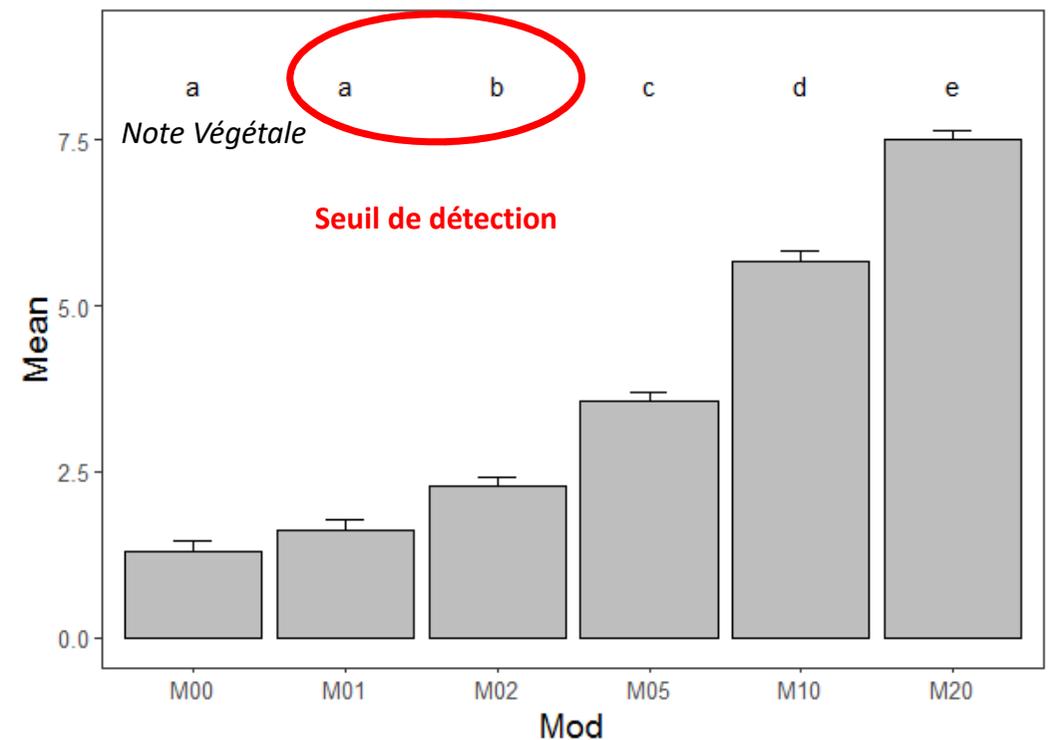
Parmi les produits de dégradation ciblés, une attention toute particulière a été portée sur le 2-éthoxy-3,5-hexadiène.

# RÉSULTATS: EFFET DOSE D'ACIDE SORBIQUE (TOUTES LES DATES COMPRISES)

## Saumur moussoux à pH élevé (SAU)



## Crémant de Loire à pH faible (CRE)

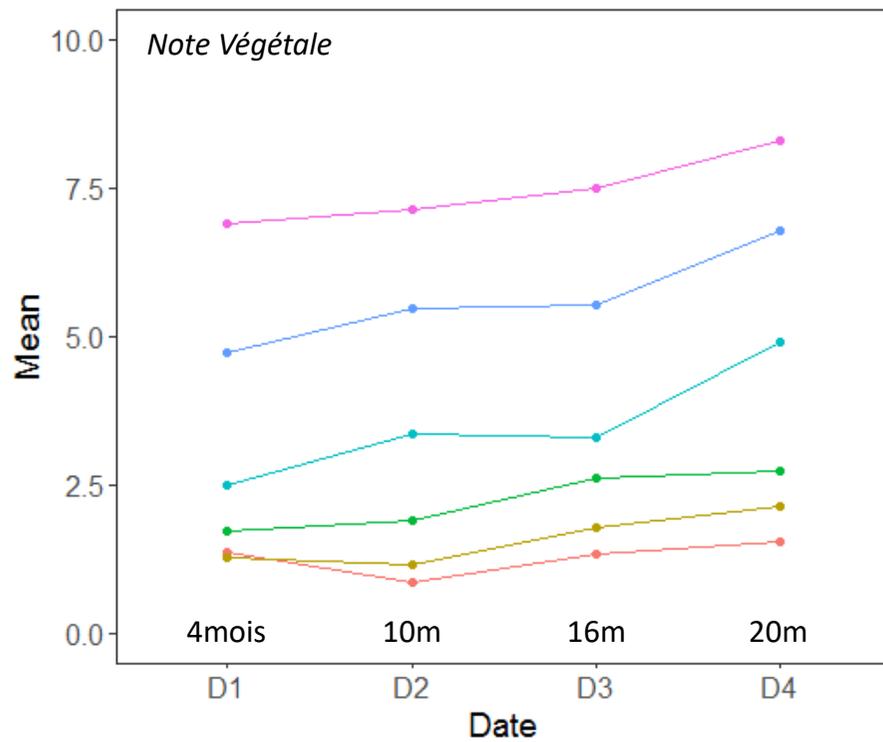


Mod = modalité de dose d'acide sorbique ajoutée

P value : < 0.0001

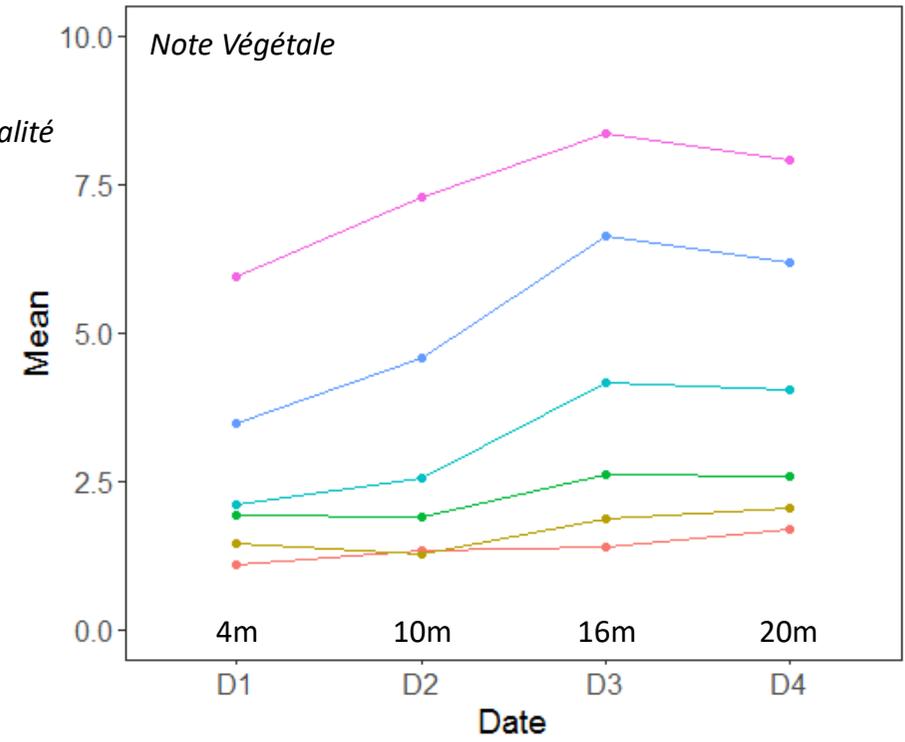
# RÉSULTATS: EFFET DATE D'ACIDE SORBIQUE

## Saumur moussé à pH élevé (SAU)



Durée de repos sur lattes

## Crémant de Loire à pH faible (CRE)

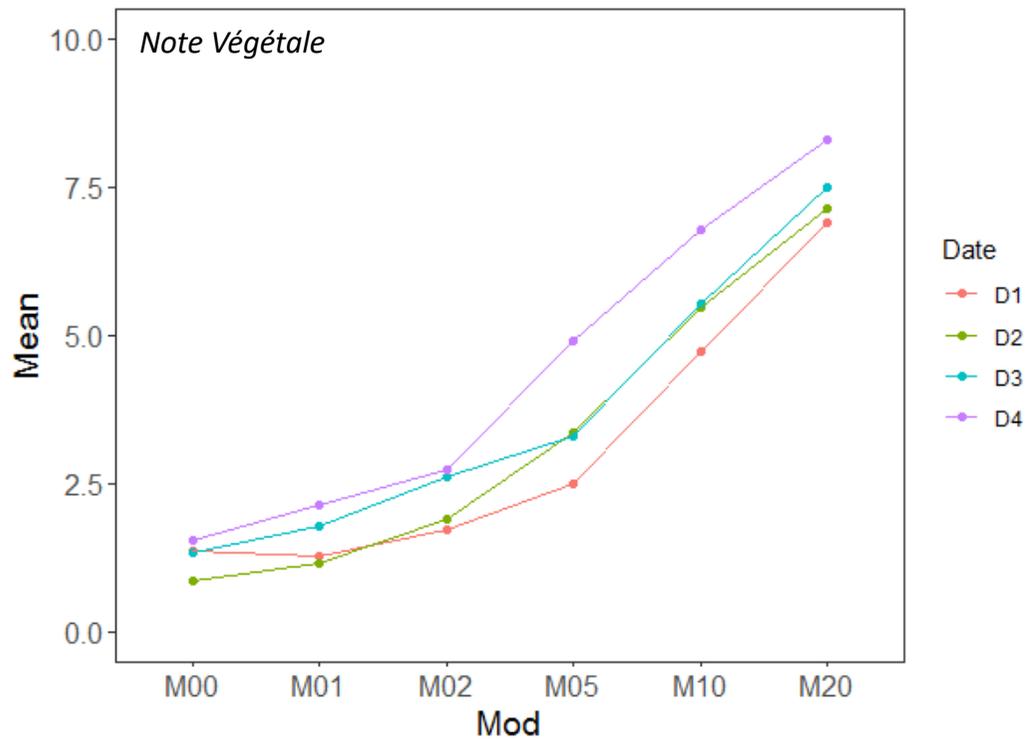


Durée de repos sur lattes

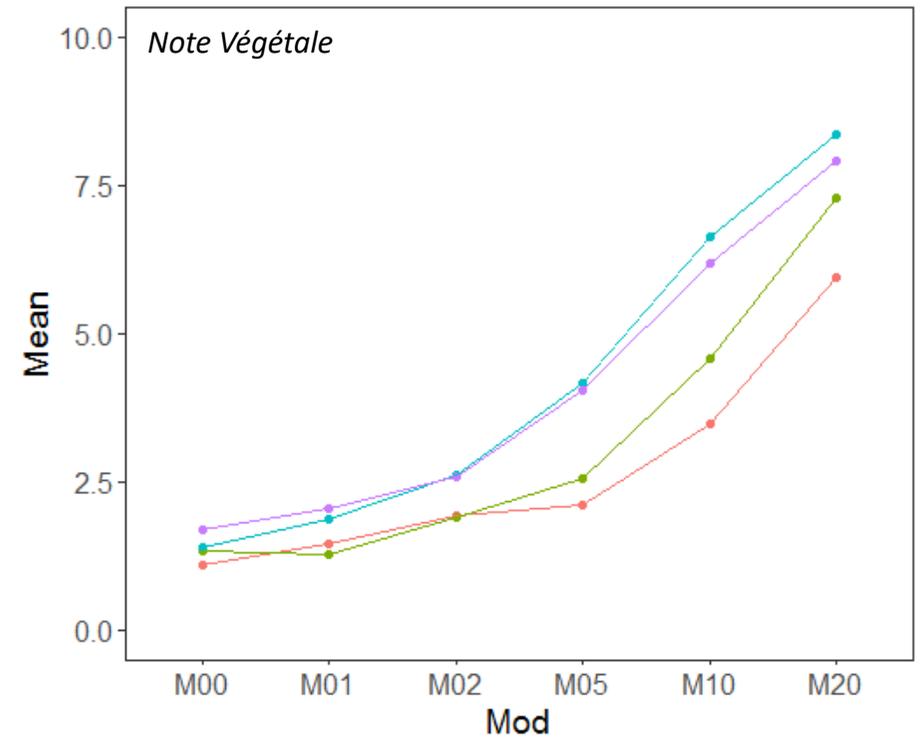
P value : < 0.0001

# RÉSULTATS: EFFET DATE SUR FAIBLE DOSE

## Saumur moussoux à pH élevé (SAU)



## Crémant de Loire à pH faible (CRE)

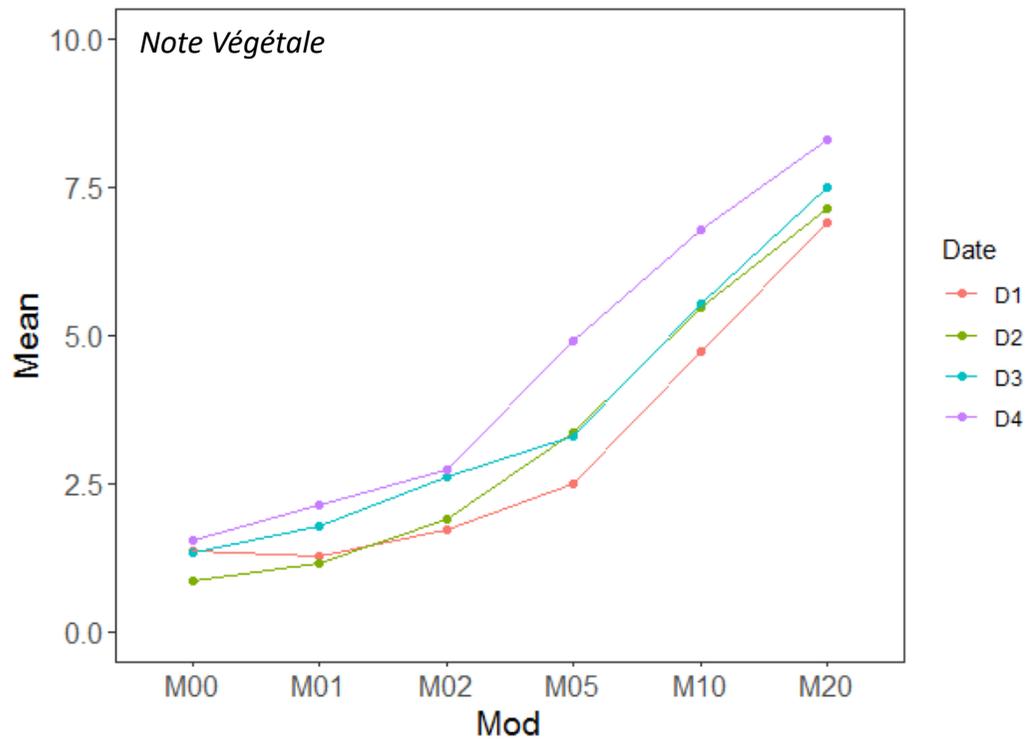


Mod = modalité dose d'acide sorbique

P value : < 0.0001

# RÉSULTATS: EFFET DATE SUR FAIBLE DOSE

## Saumur moussieux à pH élevé (SAU)



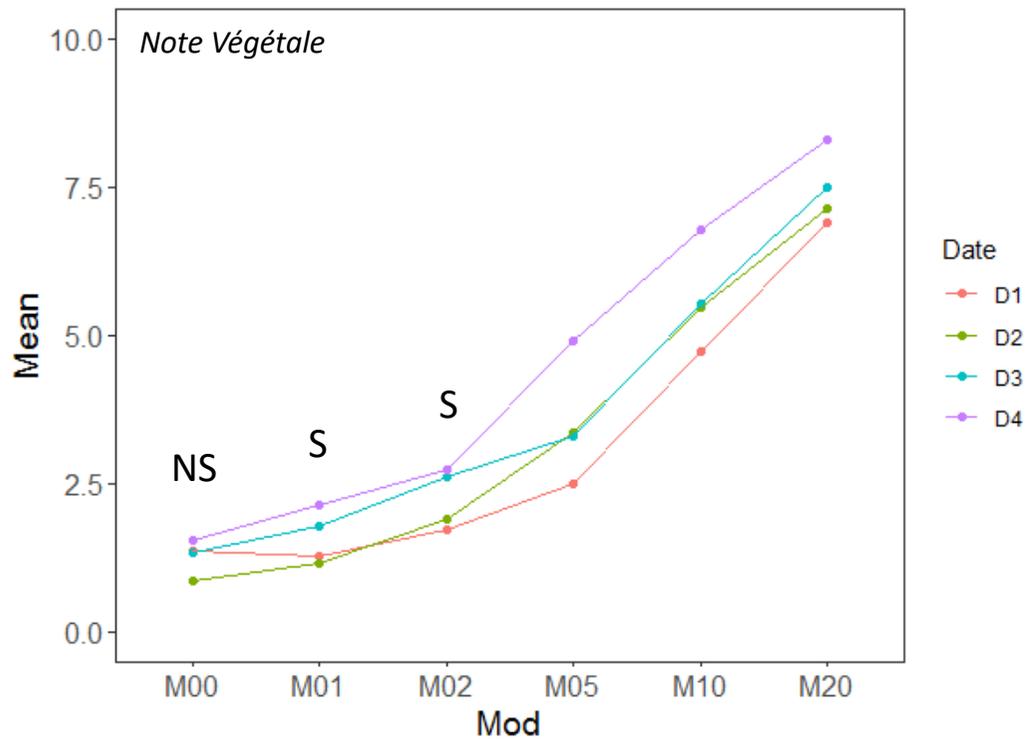
*Mod = modalité dose d'acide sorbique*

*Hypothèse 3 : Un faible apport en acide sorbique combiné à une durée élevée de repos sur latte entraînera la perception de l'odeur végétale*

P value : < 0.0001

# RÉSULTATS: EFFET DATE SUR FAIBLE DOSE

## Saumur moussé à pH élevé (SAU)



*Hypothèse 3 : Un faible apport en acide sorbique combiné à une durée élevée de repos sur latte entraînera la perception de l'odeur végétale*

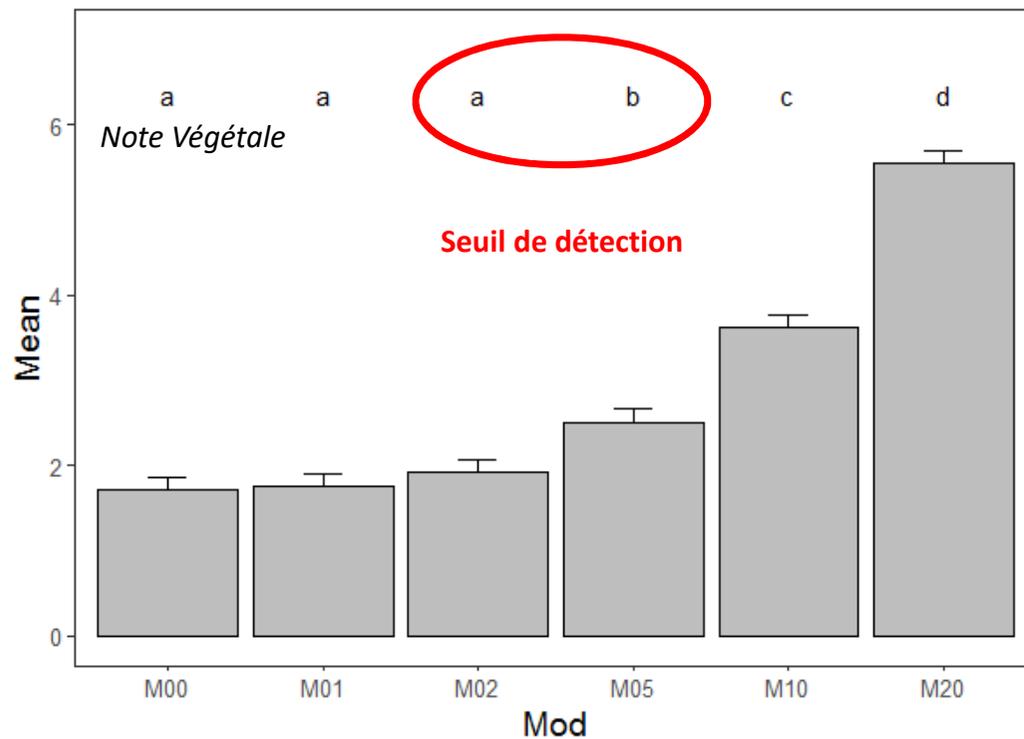
Date	Dose d'Acide Sorbique		
	0mg/L	1 mg/L	2 mg/L
4 mois	abcd	abc	bcd
10 mois	a	ab	cdef
16 mois	abc	bcde	<b>fgh</b>
20 mois	abcd	<b>defg</b>	<b>ghi</b>

Mod = modalité dose d'acide sorbique

P value : < 0.0001

# RÉSULTATS: VIN BASE SANS FML

Effervescent sans FML



Mod = modalité dose d'acide sorbique

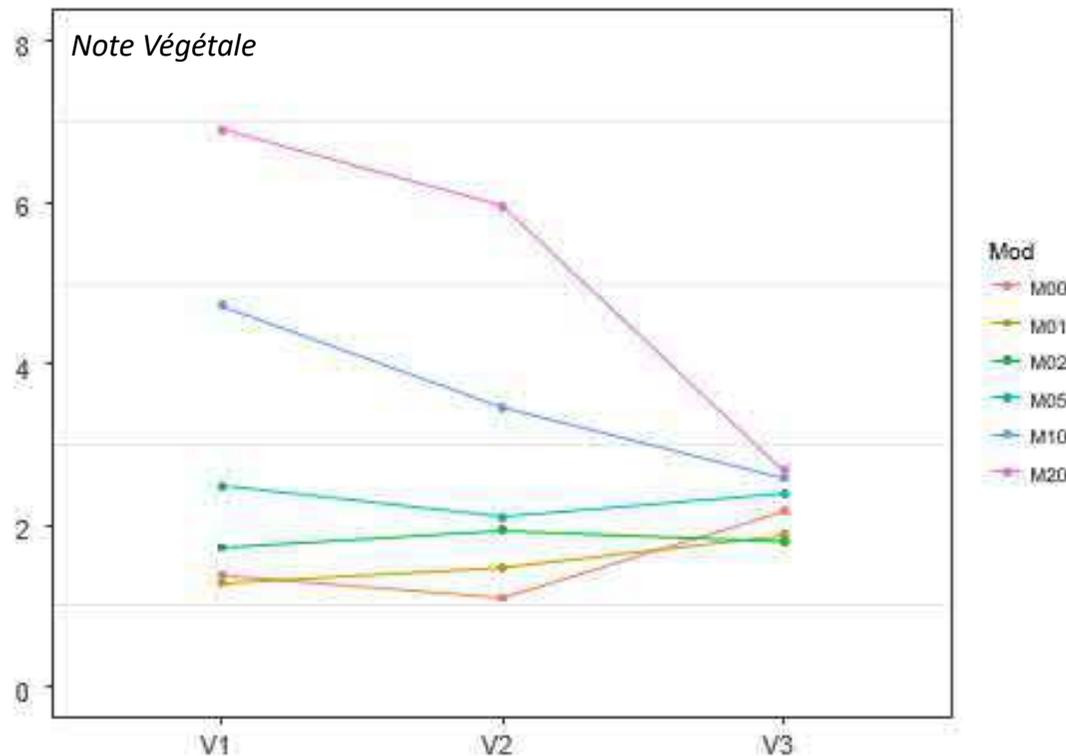
P value : < 0.0001

Dose	Note Moyenne Végétale		
	Vin 1	Vin 2	Vin 3
0 ml/L	1.3	1.4	1.8
1 mg/L	1.6	1.7	1.8
2 mg/L	2.3	2.3	2.0
5 mg/L	3.6	3.3	2.6
10 mg/L	5.7	5.3	3.7
20 mg/L	7.5	7.4	5.6

# RÉSULTATS: VIN BASE 3 SANS FML

*Effet Dose d'Acide Sorbique (toutes les dates comprises)*

## Comparaison Note Végétale Date 1 (4 mois)

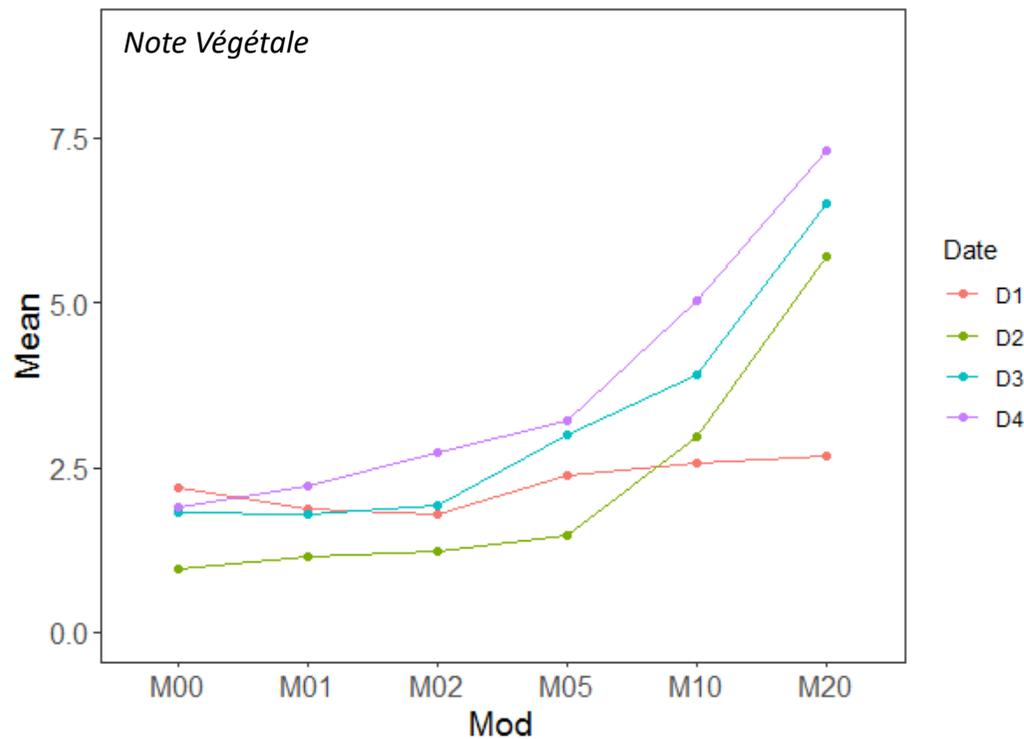


*Mod = modalité dose d'acide sorbique*

Note Moyenne Végétale			
Dose	Vin 1	Vin 2	Vin 3
0 ml/L	1.3	1.4	1.8
1 mg/L	1.6	1.7	1.8
2 mg/L	2.3	2.3	2.0
5 mg/L	3.6	3.3	2.6
10 mg/L	5.7	5.3	3.7
20 mg/L	7.5	7.4	5.6

# RÉSULTATS: VIN BASE 3 SANS FML

## Effervescent sans FML



Mod = modalité dose d'acide sorbique

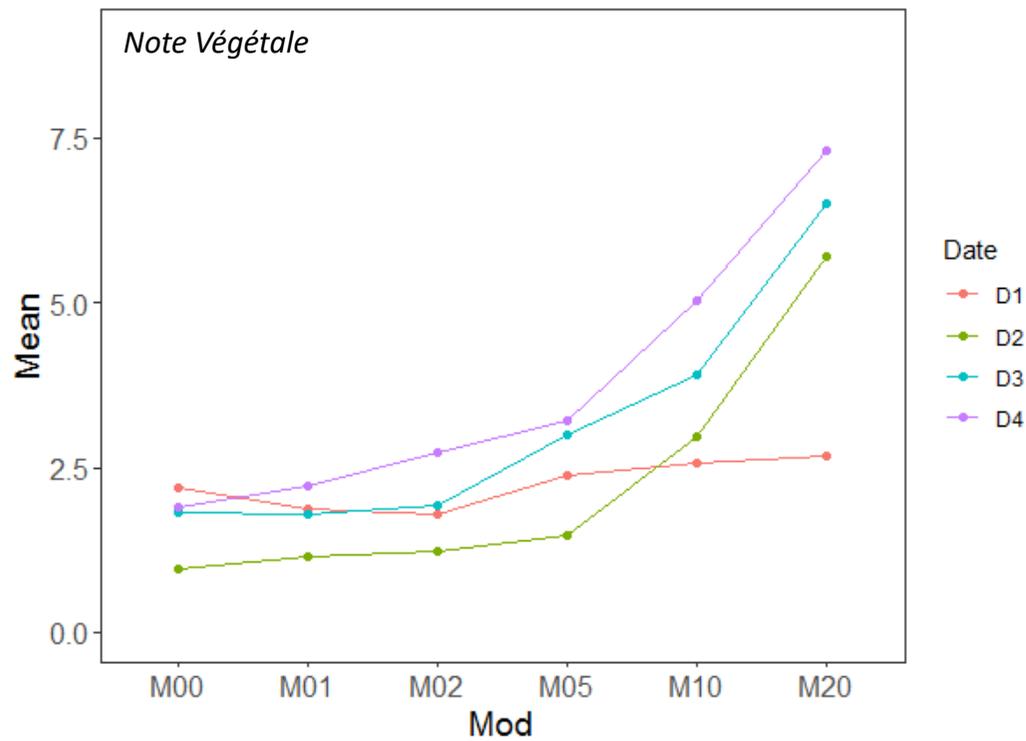
*Effet bouteille non significatif malgré un peu de variabilité*

*Le déclenchement d'une fermentation malolactique spontanée dans des bouteilles entraîne la perception de l'odeur végétale*

P value : < 0.0001

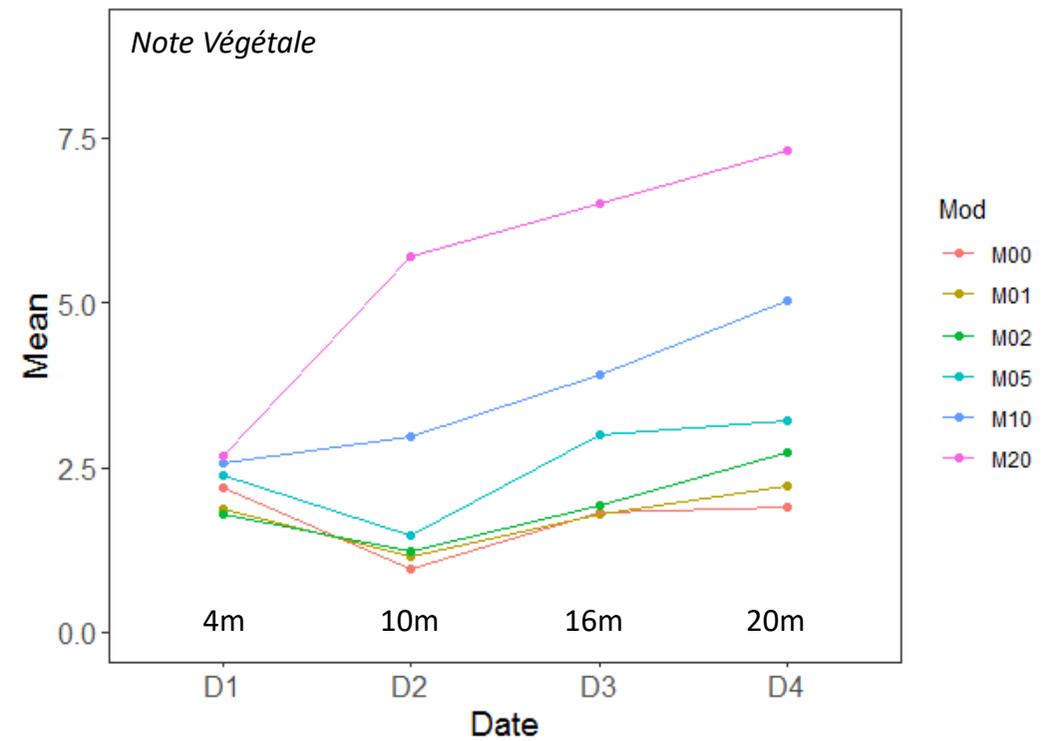
# RÉSULTATS: VIN BASE 3 SANS FML

## Effervescent sans FML



Mod = modalité dose d'acide sorbique

## Effervescent sans FML



P value : < 0.0001

# RÉSULTATS: DOSAGE 2-ÉTHOXY-3,5-HEXADIÈNE

	Dose	Date 1	Date 2	Date 3	Date 4
Saumur	0 mg/l	nd	--	nd	nd
	1mg/l	nd	--	nd	nd
Mousseux	2mg/l	nd	--	nd	nd
	5mg/l	nd	--	nd	0.6 µg/L
(SAU)	10mg/l	nd	--	1.1 µg/L	0.6 µg/L
	20mg/l	nd	--	1.3 µg/L	0.8 µg/L

	Dose	Date 1	Date 2	Date 3	Date 4
Crémant	0 mg/l	nd	nd	nd	nd
	1mg/l	nd	--	nd	nd
de Loire	2mg/l	nd	--	nd	nd
	5mg/l	nd	--	nd	nd
(CRE)	10mg/l	nd	--	0.8 µg/L	0.4 µg/L
	20mg/l	nd	0.9 µg/L	1.8 µg/L	0.6 µg/L

LQ: 0,02 µg/L et LD : 0,06 µg/L

	Dose	Date 1	Date 2	Date 3	Date 4
Vin	0 mg/l	nd	--	nd	nd
	1mg/l	nd	--	nd	nd
Effervescent	2mg/l	nd	--	nd	nd
	5mg/l	nd	--	nd	nd
Sans FML	10mg/l	nd	--	nd	nd
	20mg/l	nd	--	nd	0.4 µg/L

Essais réalisés ont permis de noter la présence éventuelle de **2-Ethoxy-3,5-Hexadiène** dans les vins Saumur Mousseux (modalités 5,10 & 20mg/l), Fines Bulles sans FML (modalité 20mg/l) et Crémants de Loire (modalités 10 & 20mg/l)

**2-Ethoxy-3,5-Hexadiène** a été identifié avec un seuil de perception estimé à ~0.8 µg/L

# CONCLUSION

## Principaux résultats démontrent :

- ✓ Dès la première série de séances d'évaluation sensorielle, les modalités ayant reçu les doses les plus importantes de sorbate de potassium, l'odeur de « géranium » a été perçue sans ambiguïté
  - Une concentration élevée d'acide sorbique conduit à la perception sensorielle des nuances végétales
  
- ✓ Bien que les composés intermédiaires présentent aussi des nuances végétales, la présence de 2-Ethoxy-3,5-Hexadiène n'est détecté qu'à partir de 16 et 20 mois sur les modalités fortes doses
  - Ils sont moins odorants que le 2-éthoxy-3,5-hexadiène
  
- ✓ Il ressort que le seuil de perception du défaut organoleptique des nuances végétales est situé entre 1mg/L et 2mg/L
  - Un faible dose d'acide sorbique combiné à une durée élevée de repos sur latte entraîne la perception de l'odeur végétale
  - Si l'acide sorbique est présent dans le vin de base, il est impératif d'éviter l'altération bactérienne (ce qui paraît impossible) → ainsi un vin de base contaminé avec l'acide sorbique doit être exclu

# QUESTIONS