



UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE FES



Projet de Fin d'Etudes

Licence Sciences & Techniques
« Bioprocédés, Hygiène & sécurité alimentaires »

Production du vin aux celliers de Meknès

Présenté par :

-Kaoutar Bougadra

Encadré par :

-Pr Omar El Farricha (FSTF)

-Mr Abdelatif El Khater (Société)

Soutenu le : 12 juin 2019

devant le jury composé de :

- **Mr Abdelatif El Khater : Encadrant externe**
- **Mr Pr Omar El Farricha : Encadrant Interne**
- **Mr Pr Boukir Abdellatif : Examineur**

Année universitaire : 2018/2019

Dédicaces

A mes chers parents que Dieu vous protège :

A mon cher frère Imad, à ma chère sœur Hanane

A toute ma Famille.

A tous mes amis (es) en témoignage de ma profonde affection. Qu'ils sachent que ce travail est en partie le fruit de leur soutien ; je leur suis très reconnaissante. Leur fierté à mon égard aujourd'hui est pour moi la meilleure des récompenses.

A tous les miens :

Je vous dédie ce modeste travail

Remerciements

Je profite de ces quelques lignes pour remercier très sincèrement toutes les personnes qui, d'une façon ou d'une autre, m'ont aidé dans la conception de ce travail.

Je tiens à remercier Mr le Directeur H. Belghiti pour avoir accepté de m'accueillir dans la société et de mettre à ma disposition tous les moyens nécessaires à l'aboutissement de ce travail.

Je tiens tout d'abord à adresser mes plus vifs remerciements à Mr Abdelatif Al Khater, Chef de service du laboratoire de contrôle de la qualité du vin, pour m'avoir donné l'accord de travailler sur ce sujet et pour m'avoir encadré tout au long de mon projet de fin d'étude. Je vous remercie sincèrement pour votre écoute permanente et votre patience, ainsi que pour votre simplicité et vos qualités professionnelles et humaines qui font de vous des personnes respectées et appréciées de tous.

Je remercie le Pr EL FARRICHA pour son encadrement.

Je tiens à remercier vivement le Pr BOUKIR pour ses conseils et les informations qu'il nous a fourni. Qu'il trouve ici l'expression de notre gratitude et reconnaissance.

Au terme de ce projet, je tiens à exprimer mes vifs remerciements et ma profonde gratitude à toute l'équipe du laboratoire, notamment, Omar, Adil, Nourdin et Fatima Zahra pour leur suivi, leurs explications, leurs conseils qui ont fait de mon stage une expérience enrichissante et pleine d'intérêt.

Liste des abréviations

AV : Acidité volatile

AT : Acidité Totale

BLC : Blanc

CBL : terre rosée fine

CBL3 : terre rosée plus fine

CDC : cahier des charges

DCIB : Terre blanche grosse

DTF 20 : Della Tofla 20

DIT : Degré d'instabilité tartrique

ED : Eau distillée

FA : fermentation alcoolique

FML : Fermentation malolactique

IST : Indice de stabilité tartrique

IC : Indice de colmatage

MFT : Microfiltration Tangentielle

RG : rouge

SO₂ L : SO₂ libre

SO₂T : SO₂ Totale

SP : Stabilité protéique

Liste des tableaux

- Tableau 1 : Comparaison entre les plaques filtrantes et les cartouches de filtration	19
- Tableau 2 : Variation de la quantité en fer des échantillons de rouge.....	25
- Tableau 3 : Acidité volatile du vin dans l'étuve de 30 °c.....	26
- Tableau 4 : Acidité volatile du vin à Température ambiante.....	26
- Tableau 5 : Mesure de turbidité et d'O2 des vins rouges destiné au tirage.....	28
- Tableau 6 : Mesure de turbidité après filtration de rouge "Ksar Bahia ".....	28
- Tableau 7 : Avant filtration de l'échantillon "Ksar EL Bahia' 'Traité non filtré "	29
- Tableau 8 : Après filtration de l'échantillon "Ksar EL Bahia' '.....	29
-Tableau 9 : Variation de turbidité du vin rosé au cours du temps pour la filtration sur terre...	30
- Tableau 10 : Normes marocaines et UE de SO2 L ; SO2T ; Acidité volatile	5

Liste des figures

Figure 1 : Organigramme de la société les celliers de Meknès	3
Figure 2 : Raisins blanc, noir et rouge	4
Figure3 : Fabrication du vin.....	4
Figure 4 : Bouteilles du vin.....	4
Figure 5 : Marcottage.....	7
Figure 6 : Greffage.....	7
Figure 7 : Bouturage.....	7
Figure 8 : Macération carbonique.....	9
Figure 9 : Cave IQDAR.....	12
Figure 10 : Dela Tofla 15.....	14
Figure 11 : Dela Tofla 20.....	14
Figure 12 : Gâteau.....	15
Figure 13 : Filtre tangentiel.....	16
Figure 14 : Filtre Tangentiel et les produits du rinçage.....	16
Figure 15 : Différence entre la filtration Tangentielle et la filtration Frontal.....	17
Figure 16 : Palette.....	18
Figure 17 : Cartouche de filtration.....	18
Figure 18 : Test de la stabilité de la matière colorante.....	22
Figure 19 : Test tanin	23
Figure 20 : Test de stabilité ferrique	24
Figure 21 : Mise en bouteille.....	32
Figure 22 : Etiquettes du vin rouge "ksar Bahia "	32
Figure 23 : Bouchons du vin rouge.....	32
Figure 24 : Usine de la mise en bouteille.....	33
Figure 25 : Vola 2000.....	3
Figure 26 : OENO 20.....	3
Figure 27 : Test deSO ₂ Libre.....	3
Figure 28 : Ebulliomètre.....	5
Figure 29 : Disque du degré d'alcool.....	6

Figure 30 : pH mètre.....	6
Figure 31 : Test d'indice de sucre.....	8
Figure 32 : Spectrophotomètre UV.....	8

Sommaire

I. Introduction	1
 Chapitre 1 : <i>Présentation de la société : Les celliers de Meknès</i>	
I. Présentation du Château Roslane	3
1) Historique	3
2) Organigramme de la société.....	3
 Chapitre2 : <i>Aperçu bibliographique</i>	
I- Raisin	4
i. Compositions du raisin	5
II- Différentes étapes de la fabrication du vin Rouge (ksar Bahia)	7
1) Cépages	7
2) Etapes de fabrication du vin rouge (Ksar Bahia)	8
 Chapitre 3 : <i>Partie expérimentale</i>	
I. Présentation du laboratoire et de la cave IQDAR	12
a. Cave IQDAR.....	12
b. Laboratoire du contrôle de la qualité du vin	12
II. Différents Types de filtration.....	12
1) Définition.....	12
2) Matériel.....	14
2-a - Filtre sur terre diatomée (DTF20 –F15-F15)	14
2-b- Filtration tangentielle(MFT).....	16
2-c - Filtration par cartouche (les palettes)	18

3) Méthodes.....	19
a. Indice de colmatage.....	19
b. Mesure d'O ₂ dans les cuves.....	20
c. Turbidité.....	21
d. Conductivité.....	21
III. Stabilité du vin	22
1. Stabilité de la matière colorante.....	22
2. Stabilité protéique.....	23
3. Stabilité Ferrique.....	24
4. Stabilité microbiologique et le test tenu.....	25
5. Précipitation tartrique.....	27
IV. Résultats et discussion.....	28

Chapitre 4 : *Différents paramètres du contrôle de qualité du vin (voir annexes)*

I. Mise en bouteille	32
II. Stockage.....	34
1) Contrôle d'Humidité.....	34
III. Conclusion	35
IV. Références bibliographiques /webliographiques.....	36

Annexes

1. Différents paramètres réaliser au sein du laboratoire.....	2
a. Paramètres physicochimiques	2
b. Paramètres microbiologiques	9

Introduction

Le raisin est un fruit éclatant de saveur. C'est un grand allié de la santé cardiovasculaire. Il est aussi une source de plusieurs vitamines et minéraux essentiels au bon fonctionnement de l'organisme. Le terme « raisin » est apparu dans la langue française en 1200 sous la forme première de « resin ». Il dérive du latin populaire racimus, qui signifie « grappe de baies ». Le raisin est le fruit de la vigne. Il pousse en grappe de plusieurs grains qui sont de petite taille et dont la couleur peut varier du vert au noir. Une grappe peut peser entre 150 et 500 g. Parmi les caractéristiques du raisin : source de fibres ; riche en vitamine du groupe B, source de manganèse, riche en antioxydants, réduit les risques d'apparition de cancers. Le jus de raisin est une excellente source de manganèse pour la femme, mais une bonne source pour l'homme. Les raisins secs sont, quant à eux, une source de manganèse. Le manganèse agit comme cofacteur de plusieurs enzymes qui facilitent une douzaine de différents processus métaboliques.

Mon stage a été effectué au sein de la société des celliers de Meknès, précisément au niveau du laboratoire du contrôle de qualité afin de suivre les étapes de traitement du vin ainsi que les analyses physico-chimiques et microbiologiques.

Ce rapport contient deux parties :

- La première est une introduction bibliographique sur les étapes de fabrication du vin et quelques techniques de traitement du vin.
- La deuxième partie présente une description expérimentale des analyses physicochimiques et microbiologiques effectuées au sein du laboratoire de contrôle de qualité du vin pour s'assurer de sa stabilité et de sa conformité ainsi qu'au niveau des techniques de filtration et de mise en bouteille du vin.

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre 1 : Présentation de la société : Les celliers de Meknès

1) Historique

Le château Roslane est un domaine viticole de Meknès, qui appartient à Brahim Zniber, propriétaire des Celliers de Meknès. C'est la première cave d'Afrique du Nord à obtenir la classification en « Château » et à être protégée par une AOC premier cru dans le cadre de son l'appellation d'origine coteaux-de-l-atlas1. Le domaine sis dans le vignoble des Coteaux de l'Atlas1, s'étend sur 1 300 hectares dont 700 plantées en vignes. Sa réalisation a duré trois ans et a demandé près de 10 millions d'euros d'investissement. On a utilisé la structure initiale, mise en place par les français au temps du protectorat. Les celliers de Meknès l'ont modernisé afin de produire des vins de grande qualité. Mais les caves historiques datant du protectorat ont été conservées et portent toujours les noms de leurs constructeurs. Elles servent aujourd'hui au stockage des vins.

2) Organigramme

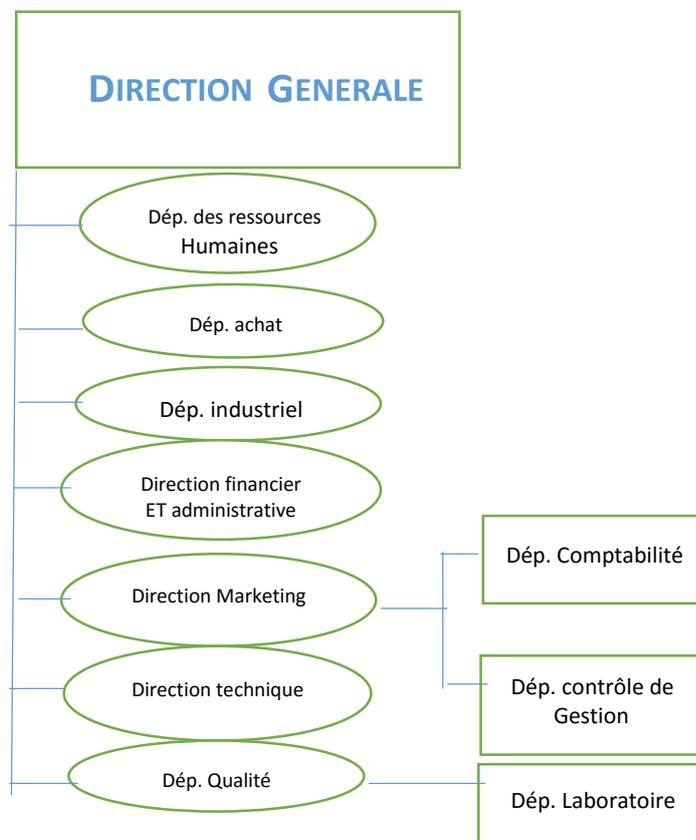


Figure 1 : Organigramme de la société les celliers de Meknès

Chapitre 2 : Aperçu bibliographique

I. Raisin



Figure 2 : Raisins blanc, noir et rouge

Le raisin, fruit de la vigne est un des fruits les plus cultivés au monde. Il est très populaire et se décline en quantité de variétés : vert, rouge, mauve, à petits ou gros grains, très sucrés ou acidulés, avec ou sans pépins, frais ou séchés. Ils sont l'un des grands favoris des enfants et s'apprêtent d'une multitude de manières.

Saison : on trouve des raisins d'importation toute l'année, mais ils sont particulièrement délicieux et bons marché à la période des vendanges, c'est-à-dire en septembre et octobre (parfois même novembre, selon les régions).

Du raisin au vin...



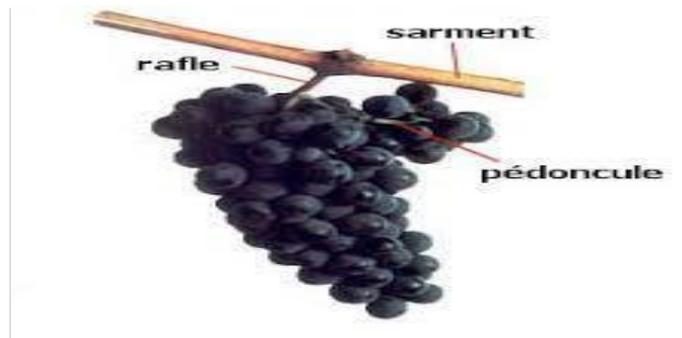
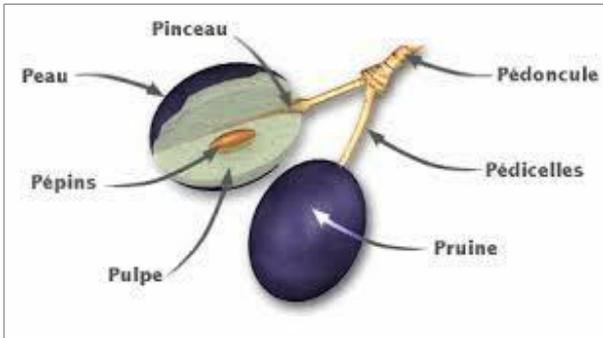
Figure 4 : Bouteilles du vin

Figure 3 : Fabrication du vin

Il arrive parfois, dans certains cas que les raisins noirs servent à faire des vins blancs (champagne par exemple qui sont alors des blancs de noir). Les vins rosés tous sont issus de raisin noir ou gris (raisins qui sont ni complètement blancs ni complètement noirs CQFD) (grenache gris, pinot gris) (gris de Toul, gris de sables en Camargue,). Nous noterons cependant que dans la plupart des cas, les raisins noirs sont utilisés pour faire du vin rouge. Le principe d'acquisition de la couleur est le principe de la macération avec la seule partie colorée

du grain de raisin qui est la peau. Mais, à l'inverse, moins il macère avec sa peau, moins il va être coloré (rosé) et s'il ne macère pas du tout alors le vin reste Blanc ! Dans ce cas, la machine à vendanger est interdite afin d'éviter que les raisins éclatent par des manipulations trop brusques de la machine à vendanger et commencent à colorer.

i. Compositions du raisin



Le grain de raisin appelé également baie :

Le grain : La peau du grain de raisin est d'abord un organe classique végétal avec une fonction chlorophyllienne c'est-à-dire qu'elle possède la capacité de synthétiser les sucres et toute la matière vivante à partir du Carbone et de photons qui vont apporter l'énergie suffisante pour briser les liens entre Carbone et oxygène prélevé dans l'atmosphère et la lumière.

Au moment de la véraison (c'est-à-dire le changement de couleur du grain de raisin de vert au rose puis de plus en plus noir) la peau se colore, perd sa fonction chlorophyllienne, et en toute fin de maturité, elle se couvre d'une poussière blanche (que vous vous astreignez à laver, ce n'est pas un produit de traitement mais de maturation du raisin). Cette poussière blanche s'appelle **la Pruine** qui est un revêtement cireux qui a la fonction de protéger la peau en fin de maturité et de lui éviter d'être trop facilement parasité par les champignons ou les rostrés des insectes piqueurs. Dans une moindre mesure, elle permet aussi au grain de ne pas être trop affecté par les pluies de fin de maturation que l'on retrouve à l'automne. Elle renferme dans sa constitution cireuse les micro-organismes environnants comme les levures, les bactéries, spores de champignons et grains de pollen dont certains vont être indispensables pour transformer le jus de raisin en vin, c'est ce que l'on va appeler les levures indigènes, ou autochtones et qui font partie de la notion de terroir. Logiquement, s'il pleut avant la vendange, une partie de ces levures vont être lessivées et donc inopérante pour

transformer macérer plus le liquide va être le jus de raisin en vin. On va palier à ce défaut en rajoutant des levures dans le jus.

Cette opération s'appelle le levurage.

La pellicule : qui enveloppe le fruit : elle est recouverte d'une poussière cireuse, la pruine, qui rend la pellicule non mouillable et retient notamment les levures intervenant lors de la fermentation (voir la rubrique vinification). La pellicule contient des matières odorantes et colorantes mais également des tanins plus fins que ceux de la rafle.

La grappe de raisin est constituée par la rafle, partie ligneuse ramifiée, supportant les grains. La rafle est essentiellement constituée d'eau, de fibres, de tanins et de matières minérales.

La rafle : n'est à proprement parlé que le support du grain, le cordon ombilical du grain à sa plante, elle est chargée en antioxydants (polyphénols), et dans une moindre mesure en sucre. Comme tout végétal elle est constituée de la tige, le pédoncule et du pédicelle.

Le pédoncule : c'est la partie qui relie la rafle aux pédicelles et distribue les sèves (brutes et élaborées quand le raisin est en capacité d'assumer la fonction chlorophyllienne)

Le Pédicelle : Partie qui relie le grain de raisin à la rafle et donc à la plante. Elle a la particularité de pénétrer dans le grain par le **pinceau** qui distribue les éléments nutritifs et l'eau.

La peau : La peau se trouve en dessous de la pruine. Elle a pour fonction de contenir les éléments liquides et solides du grain et notamment les éléments les plus importants pour la plante, ses bébés : les pépins. Elle est extrêmement importante pour le vin car elle contient la future couleur du vin, mais aussi des petits tannins très fins qui servent, eux, à protéger le vin de sa détérioration due à l'oxygène, elle contient aussi des molécules particulières qui vont permettre aux vins de prendre des arômes de fruits, de fleurs, etc. ...

La pulpe : la pulpe, dont les cellules renferment le moût ou jus de raisin, est constituée essentiellement d'eau, de sucres et d'acides.

Les pépins : Les pépins sont issus de la reproduction sexuée de la fleur et représente l'espoir pour la plante de voir se disséminer son espèce. Les pépins, 1 à 2 en général, renferment des tanins et des huiles non recherchées pour l'élaboration du vin.

II. Différentes étapes de la fabrication du vin Rouge (ksar Bahia)

1) Cépages :

Avant de décrire la production du vin, on a une étape essentielle : c'est le cépage

Il existe plus de 6000 cépages à travers le monde, dont les raisins diffèrent par :

Leur goût : certains sont plus ou moins acides, plus ou moins sucrés, et développent diverses saveurs.

Leur couleur : la pellicule peut être blanche ou colorée, de même pour la pulpe.

Leur grosseur : en général, les baies de raisins de table sont plus grosses et plus charnues que les baies de raisins de cuve, destinées à l'élaboration du vin. Toutes les vignes à raisins de table ou raisins de cuve appartiennent au genre *Vitis* dans lequel on dénombre près de 40 espèces.

Les plus importantes sont : *Vitis vinifera*, ou espèce européenne, *Vitis rupestris*, *Vitis riparia*, *Vitis berlandieri*, *Vitis labrusca* ..., espèces d'origine américaine.

A l'intérieur de chaque espèce, il existe des variétés différentes, ou cépages (Merlot, Chardonnay, Gamay, Carignan...). Un cépage est donc une variété de vigne, qui produit soit du raisin de table (Italia, Alphonse Lavallée, Chasselas, Muscat...) soit du raisin de cuve (Merlot, Cabernet-Sauvignon, Chardonnay, Sauvignon...). L'identification des cépages est basée sur l'observation de caractères morphologiques comme la couleur des bourgeons ou des baies, la forme des feuilles ou des rameaux, la dimension des grappes. Cette étude s'appelle l'ampélographie. Afin d'obtenir des cépages identiques à eux-mêmes, la seule voie de reproduction est la multiplication végétative : bouturage (Figure 7), marcottage (Figure 5) ou greffage (Figure 6). La multiplication par semis, ou multiplication sexuée, ne permet pas de conserver les caractères de la plante.

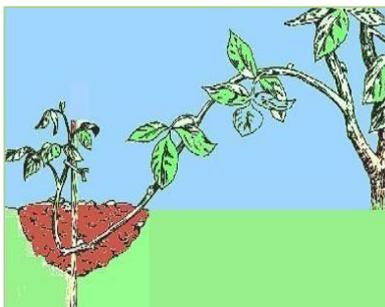


Figure 5 : Marcottage



Figure 6 : Greffage

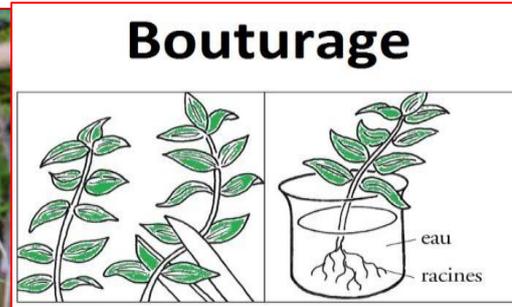
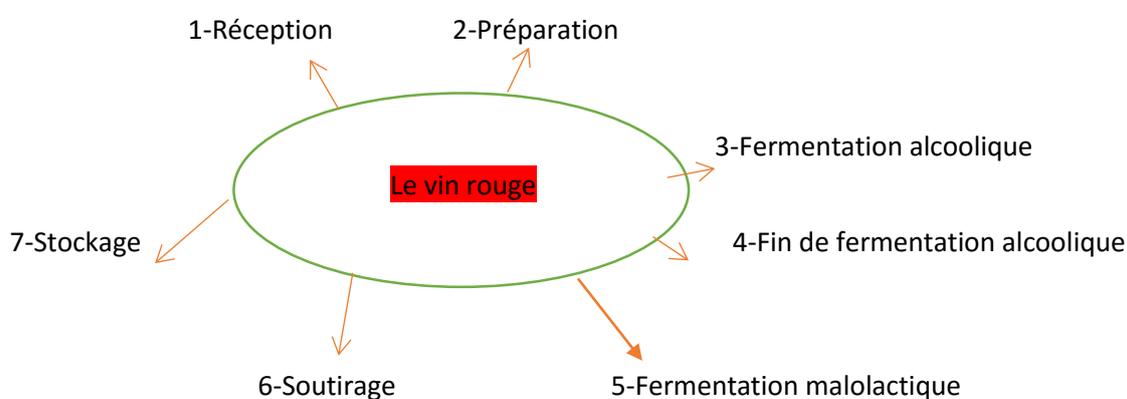


Figure 7 : Bouturage

2) Etapes de fabrication du vin rouge (Ksar Bahia)

Pour la fabrication du vin il passe par 7 étapes cités dans la figure ci-dessous :



1-Réception :

- Au niveau de la réception on a le contrôle des raisins c'est-à-dire le CDC si on a la présence des pesticides dans le raisin le refus comme mesure corrective ou on accepte
- Le contrôle des bouteilles et des bouchons se fait : s'il y a les fuites d'emballage ou des trous on refuse.
- Pesage de la quantité de raisin dans le camion et on pèse le camion vide pour avoir le poids des raisins seulement.
- Pour le vin blanc et rosé la récolte des raisins se fait la nuit car la température est basse

2-Préparation :

- Triage manuelle (élimination des corps étrangers (feuilles, cailloux ...))
- Erraflage : elle a pour but de séparer les grains des rafles qui donne un goût amer au vin
- Sulfitage : à cette étape on a l'enzymage (l'ajout de pectinase avant la fermentation alcoolique a pour but d'accélérer la réaction) et l'ajout de SO₂ qui est un antiseptique.

- Le foulage consiste à faire éclater les baies de raisin pour en extraire le moût sans écraser les pépins. Le foulage peut intervenir avant la vinification proprement dite ou bien après.
- Une macération carbonique (Figure 8) ou une macération pré fermentaire à froid, ou bien encore avant une macération pelliculaire.

3-Fermentation Alcoolique :

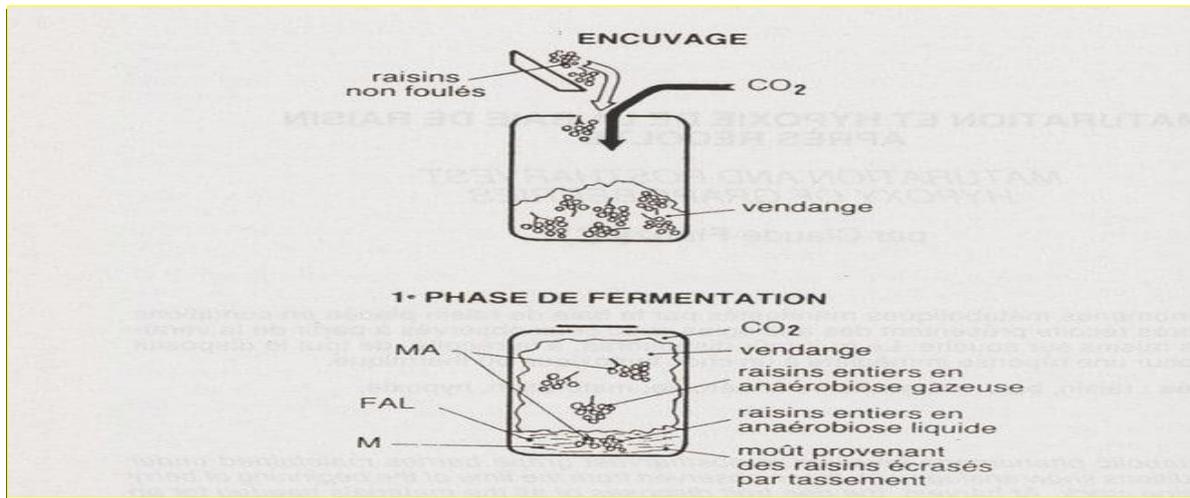


Figure 8 : Macération carbonique

- Cuvage : à cette étape on met les raisins dans les cuves pour avoir leurs fermentations avec l'ajout des levures (qui transforment le sucre en alcool)
- Fermentation : on ajoute l'acide tartrique en fonction de pH (l'acide tartrique pour assurer l'acidité du vin). Au laboratoire, on a la mesure d'acidité totale +tanisage +activateur (thiazotes)
- Remontage /Refroidissement : aération par O₂ pour retirer le jus de la cuve et le remettre dans la même cuve après avoir subi une aération
- Un suivi journalier de température et de densité et dégustations si nécessaire si sucres <2g /l
- Pour la macération carbonique : c'est d'éliminer le CO₂ au niveau de la production à cause de ses effets sur la santé du consommateur (CO₂ nocif)

4- Fin de la Fermentation Alcoolique /Pressurage :

Le pressurage ou pressage est une opération mécanique consistant à presser le raisin ou tout autre. La vinification en rouge, après la fin de la macération : la cuve est égouttée, les matières solides, le marc (pellicules, pépins, rafles) sont pressurées pour donner un liquide partiellement ou entièrement fermenté, le vin de presse.

- A cette étape on assiste au décuvage et on a comme résultats un jus de gouttes et Marc qui va subir soit un pressurage pneumatique (1 ou 2 passages), soit un pressurage continu pour avoir un jus de presse et les déchets vont vers compostage

5-Fermentation Malolactique :

- On met le jus de gouttes dans une cuve d'achèvement et aussi le jus de presse
- La fermentation malolactique : a pour but de diminuer l'acidité du vin. Pendant la FML on assiste à la transformation de l'acide malique en acide lactique : elle permet une stabilisation et un assouplissement du vin
- Suivi de densité, sucres, FML par CCM ; AV, AT, SO₂ libre et total, pH

6-Soutirage :

Le soutirage a pour but de séparer le vin de ses lies lors de son élevage. Par cette opération d'une importance capitale, le vigneron élimine les dépôts devenus indésirables, constitués des résidus de fermentation, de tartre précipité qui s'accumulent au fond de la barrique ou de la cuve.

- On aura comme résultats vin de gouttes qui va subir un collage, soutirage, centrifugation puis filtration
- Pour le vin de presse on a un collage suivi de soutirage mais aussi une centrifugation et une filtration. A cette étape on a stockage et destruction des lies

7-Stockage : Stockage en cuve et / ou élevage en barrique, assemblage, collage, centrifugation

PARTIE EXPERIMENTALE

Chapitres 3 : **Partie expérimentale**

I. **Présentation du laboratoire et de la cave IQDAR**

1. **Cave IQDAR :**

Cave IQDAR : c'est la cave où se fait la filtration des vins traité au Château. Le Maître au chai (spécialiste de la filtration) prémière dispose d'une capacité de 20 000hl de cuverie revêtue de résine époxydique, avec une centrale d'inertage à l'azote, 4 filtres (DTF20 ; DTF15 ; DTF 15 ; MFT) dont 2 sont destinés à la filtration sur terre, un pour la microfiltration tangentielle et le dernier pour la filtration sur cartouche. On y trouve aussi l'électrodialyse qui sert à la stabilité tartrique des vins rosés et blancs, CIP qui contient la soude et l'acide pour le nettoyage des cuves.



Figure 9 : Cave IQDAR

2. **Laboratoire du contrôle de la qualité du vin :**

Au niveau du laboratoire de contrôle de qualité du vin, on a plusieurs paramètres à contrôler : à la réception, après collage, avant collage et aussi avant et après filtration, même après la mise en bouteille. On fait des analyses pour donner des doses exactes de bentonites ; de gélatines ; Ovocol Il y a des analyses microbiologiques pour avoir à la fin Un vin stable, limpide qui ne subit aucune altération même après stockage pendant une longue durée.

II. **Différents types de filtration**

1. **La filtration** : est la technique qui consiste à clarifier un vin, à le stabiliser et à lui conférer sa brillance. La filtration est une étape essentielle qui consiste à faire passer un liquide trouble à travers une couche filtrante. Cette couche filtrante doit évidemment être autorisée. Elle est constituée aujourd'hui de filtres multicouches faits d'un mélange compressé de fibres de cellulose et de terre diatomée.

La filtration s'opère après un collage, un traitement au froid ou avant la mise en bouteille.

- Historique : Au cours des siècles, les moyens de filtration ont régulièrement évolué : tissus divers, premiers filtres industriels au XVIIIe siècle puis filtres par Alluvionnage, plaques et membrane de filtration.
- Principe : La filtration des vins remonte à l'origine du vin. La présence d'un trouble ou d'un dépôt au fond de la bouteille est perçue par la majorité des consommateurs comme un défaut et une altération du produit.
- Définition : Clarification par filtration - Procédé physique sans intrant - Rapide - Efficace pour réduire les populations microbiennes - Pas d'action de stabilisation

2. Matériel :

Pour le matériel de filtration on a :

- + 1DTF15 (on filtre à l'aide de la terre fine (CBL))
- + 1DTF15 (on filtre à l'aide de la terre plus fine (CBL 3))
- + 1DTF20 (on filtre à l'aide de la terre grosse (DCIB))
- + MFT
- + L'électrodialyse (stabilité Tartrique)
- + Des cuves
- + Des cuves de champagnes
- + Les palettes (P1. P2. P3) (la filtration par cartouche)

Les produits de stabilité

- + CMC (assure la stabilité tartrique)
- + V40 (E353) acide metartrique (assure la stabilité tartrique)
- + La Gomme Arabique (assure la stabilité de la matière colorante)
- + Bentonite (assure la stabilité protéique)

✚ La gélatine (assure la stabilité de la matière colorante)

✚ L'Ovocol (assure la stabilité de la matière colorante)

2-a-Filtration classique :



Figure 10 : Dela Tofla 15



Figure 11 : Dela Tofla 20

Le liquide à filtrer à une trajectoire perpendiculaire à la surface filtrante. Cette filtration transversale entraîne l'accumulation des particules du trouble et des microorganismes : formation d'un gâteau(Figure12) (pouvant lui-même participer à la clarification) et augmente la résistance hydraulique à la filtration. Il faut un renouvellement du milieu filtrant lorsque la résistance est trop élevée.

La terre diatomée (DTF20 ; DTF15 ; DTF15) : terre d'infusoires ou diatomée utilisée dans les filtres à terre (alluvionnage continu). C'est une algue microscopique unicellulaire fossile.

Les diatomées sont ensuite concassées, puis calcinées à haute température 950 à 1100°C, avant d'être utilisées en œnologie pour la filtration. Il existe des terres blanches(DCIB) pour les filtrations grossières des vins, et des terres roses (CBL ; CBL3) pour les filtrations plus fines.

Mécanisme : Les filtres à alluvionnage continu : filtration par tamisage : il s'agit de faire passer le vin au contact d'un adjuvant de filtration appelé « terre ». Il y a 3 phases : le circuit tourne en boucle fermé : en 1er l'encollage (les terres sont déposées sur le support rigide de filtration) puis il y a fixation de la terre filtrante et enfin l'alluvionnage (circuit ouvert pour filtrer le vin, le renouvellement de terre se fait alors régulièrement). Ce filtre comprend une enceinte fermée que l'on appelle la cloche des assiettes en inox. Le débit est théoriquement constant et la filtration ne s'arrête qu'après colmatage ou remplissage des cuves. Les matières filtrantes employées sont souvent des diatomites (ou kieselguhr), des perlites (roche siliceuse) ou des adjuvants à base de cellulose.

- On initie la filtration à l'aide de terre diatomée, rosé, blanc. Si le vin est trop chargé on utilise une couche de terre grosse (blanche) et une couche de terre fine (rosé) pour diminuer la turbidité du vin.
- Vin trop chargé => passage sur DTF20 (Figure 11) où on a la terre grosse (mesure de turbidité) => passage sur la terre fine DTF15 (Figure 10) (mesure de turbidité) => passage sur terre plus fine DTF15 (mesure de turbidité) => MFT (mesure de turbidité) => pour les vins clairs fassent un passage à l'électrodialyse mais les vins rouges ne contiennent pas des cristaux donc ils vont pas passer sur l'électrodialyse
- On dit que le filtre est colmaté quand la pression atteinte plus que 5bars ; donc on est besoin de lavage et l'ajoute d'une nouvelle couche de la terre diatomée.
- La filtration sur terre diatomée comparée à la microfiltration tangentielle correspond aux explications ci-dessous : L'élimination de la terre diatomée est un facteur de coût élevé. De plus, elle provoque une charge importante des eaux usées.
- Le principal inconvénient de cette filtration c'est le rejet de diatomées qui pollue l'environnement, c'est un problème écologique, en Europe ils passent directement au MFT.



Figure 12 : [Gâteau](#)

2- b Microfiltration Tangentielle.



Figure 13 : Filtre tangential

Figure 14 : Filtre Tangential et les produits du rinçage

Principe : Micro filtrer consiste à séparer 2 phases par passage au travers d'un milieu poreux sous l'action d'un gradient de pression afin d'obtenir la limpidité et/ou la stabilité microbiologique. Le produit à traiter circule parallèlement le long d'une barrière poreuse à vitesse suffisante afin d'éliminer, stabiliser ou ralentir la formation d'un dépôt. Une seule partie du liquide traverse la membrane à chaque passage.

Mécanisme : La filtration ou microfiltration tangentielle consiste à faire circuler le liquide à filtrer parallèlement à une membrane poreuse. Sous l'action d'un gradient de pression, le liquide passe au travers de la membrane et se clarifie. Le flux tangential crée des turbulences, des contraintes de cisaillement qui limitent l'accumulation de particules à la surface de la membrane, et retarde son colmatage. Malgré le flux tangential, il se produit un colmatage progressif des membranes. Pour limiter ce phénomène, des rétro-filtrations ou inversions de flux doivent être réalisées à intervalles réguliers, en général toutes les 2 ou 3 minutes.

On distingue trois fluides distincts :

Le perméat : le vin filtré

Le rétentat : les constituants grossiers de dimensions supérieurs au diamètre des pores de

La membrane et le vin brut

Le rejet : les lies

-La densité de flux de perméat est le volume traversant une unité de surface par unité de temps ($L/h/m^2$).

- la présence de la pompe d'alimentation où de transfert qui sert à accélérer la circulation du carburant à travers les filtres. Elle est autorégulatrice et génère un débit et non une pression.
- La rétro filtration : la membrane se rince automatiquement par le vin au long du processus de filtration et si elle se colmate il se rince avec l'eau
- À la fin de la filtration un rinçage se fait par l'eau chaude, l'acide citrique, Peroxyde d'hydrogène, Hydroxyde de sodium

-Objectif de la MFT : Obtention en une seule opération un vin parfaitement limpide brillant et pauvre en germes tout en respectant les qualités Physico-chimique et organoleptique du vin

-à partir d'un vin brut, obtention en une seule opération d'un vin prêt à la mise en bouteille

-Obtention d'un vin limpide et brillant : turbidité $<1NTU$

-Indice de colmatage correct : éviter le colmatage des cartouches de filtration finale avant la mise en bouteille

-Obtention d'un produit pauvre en germes : pour la stabilité microbologique des vins filtrés grâce à une membrane qui retient les levures et les bactéries

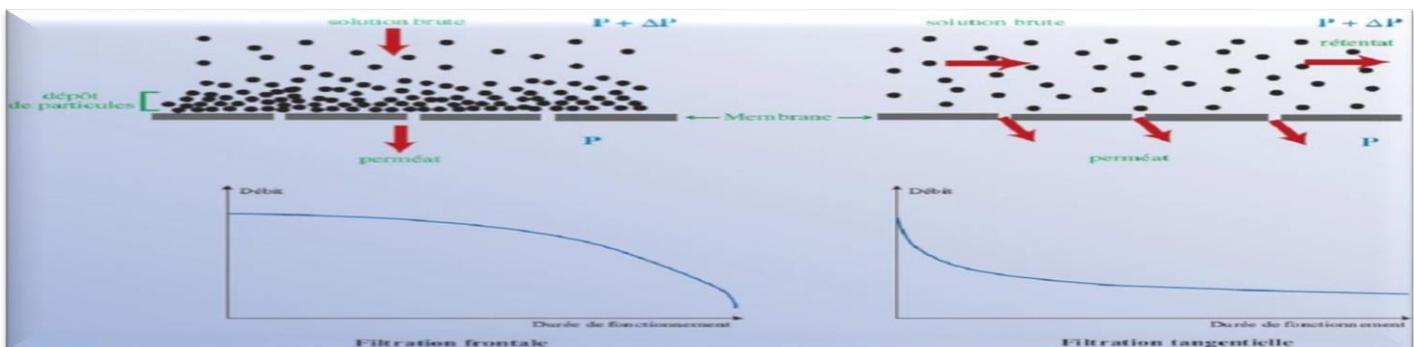


Figure 15 : Différence entre la filtration Tangentielle et la filtration Frontale

2-c filtration par cartouche (les palettes P1 ; P2 ; P3)



Figure 16 : Palette



Figure 17 : Cartouche de filtration

La filtration des vins sur cartouches (Fig. 17) est un procédé qui vise essentiellement à obtenir la stabilisation microbiologique des vins pour lesquels il existe un risque de déviation en bouteille (sucres résiduels, acide malique, brettanomyces, etc.). Cette sécurité est obtenue par l'utilisation de cartouches membranes absolues, dont le seuil de filtration (0,45 μ m, 0,65 μ m, 1 μ m) est testable en intégrité. Ces cartouches présentent une très forte efficacité de rétention, mais une faible capacité de filtration, ce qui oblige à utiliser des cartouches préfiltres à seuil nominal en amont. L'utilisation de cartouches préfiltres associant différents matériaux, et notamment de la fibre de verre, permet d'optimiser les durées de vies des membranes et d'augmenter la brillance des vins.

Cette filtration n'est pas nécessaire, c'est seulement pour être sûr que le vin ne va pas subir une altération ou changement de coloration avec le temps. En d'autre terme, elle assure la stabilité du vin qui doit avoir la plus grande durée sans être altérée.

- 1 cartouche de filtration, hauteur (env. 750mm) nécessite environ 150 litres d'eau par rinçage. Généralement, on effectue un rinçage par jour de filtration. Capacité de filtrage : de 25'000 à 40'000 l par cartouche (selon la qualité de la préfiltration).
- Les cartouches de filtration à membrane ont une structure permettant une rétention de 100%, donc un seuil de rétention absolu. Le matériel de la membrane a une structure poreuse (similaire à une éponge). Par conséquent, au lieu du seuil de rétention, on parle de porosité.

- Les cartouches de filtration sont disposées dans un carter en acier inoxydable par conséquent la filtration est effectuée dans un système fermé, donc sans absorption d'oxygène
- Pour les professionnels de ce domaine la filtration par cartouche de 0,65µm est très serrée, surtout pour le vin rouge car il perd puisque la totalité des composants nécessaires qui lui donnent le bon goût mais pour le vin rosé et le blanc ce passage est essentiel pour assurer la limpidité du vin.

Tableau 1 : Comparaison entre les plaques filtrantes et les cartouches de filtration

Bref aperçu	Plaques filtrantes	Cartouche de filtration
Vin microbiologiquement stable	Bien	très bien et très sûr, parce que testable
Vins de faible teneur en oxygène (O2)	Défavorable	aucune absorption d'O2
		lors du filtrage
Limpidité des vins	Très bien	très bien
Frais de filtration	Bas	Inférieur aux plaques filtrantes
Charges sur l'environnement (filtrage)	Haute	faible et à effet durable

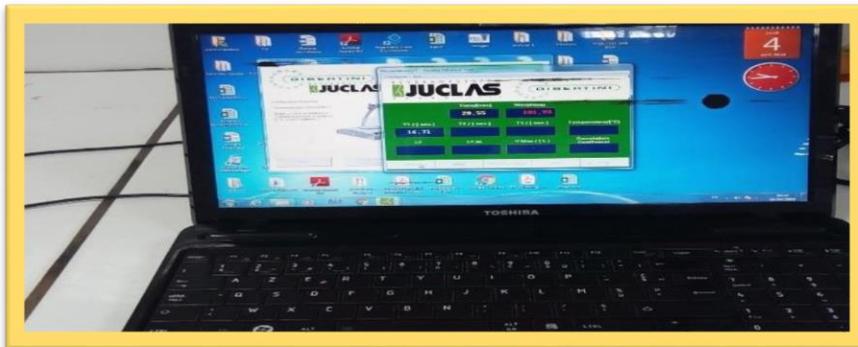
3-Méthodes :

- L'indice de colmatage** : L'indice de colmatage (ou indice de filtrabilité) des vins est une mesure permettant d'apprécier la filtrabilité d'un vin à un instant donné vis-à-vis d'une membrane. Cette mesure permet de déterminer si la filtration de clarification du chai en amont est suffisante. Dans la positive, le vin peut être embouteillé et filtré sur membrane. Dans la négative, il est recommandé de reclarifier le vin. Les technologies de clarification

(filtre à terre, tangential) peuvent agir de manière très différente sur la quantité de matières comatantes. Ces particules ont une incidence directe sur l'indice de colmatage.

- L'objectif est de s'assurer que le vin a été suffisamment clarifié afin de maîtriser les couts de filtration sur la ligne d'embouteillage. Il est important de réaliser l'indice de colmatage juste avant la mise en bouteille en prenant un échantillon en partie basse de la cuve de stockage.

Matériel : Logiciel Juclas pour le contrôle de la filtration



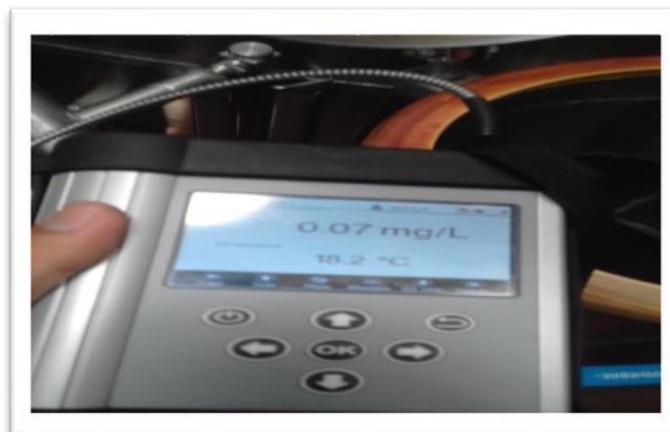
Résultats :

Pour l'échantillon "Ksar EL Bahia" le logiciel Juclas a donné comme résultat que ce vin est stable et prêt à la mise en bouteille.

b. Mesure d'O₂ dans les cuves avant tirage :

-But : mesure rapide de la concentration de l'oxygène moléculaire dans le vin.

-Principe : Mesurer de l'O₂ dans le vin par le principe optique de luminescence (LDO)



c. Turbidité

+ Principe : Mesure de la turbidité par le principe néphélométrique selon un système optique.

+ Matériel et méthodes

Matériel :

-Turbidimètre portatif, Cuvette, Papier absorbant.

Méthode :

-On prélève un échantillon représentatif dans un récipient propre, après on remplit une cuvette jusqu'au trait de jauge puis on bouche la cuvette, on rince abondamment à l'eau l'extérieur de la cuvette et on essuie à l'aide d'un papier absorbant, on place la cuvette dans le puits de mesure de l'appareil, on ferme le capot, on choisit turb et on clique sur Read.

+ Lecture des résultats :

-Après filtration, la turbidité doit être <1NTU

d. Mesure de conductivité /t(-4.1°C) où la stabilité tartrique

-On mesure DIT (degré d'instabilité tartrique) et IST (indice de stabilité tartrique).

+ Matériel et méthode :

Matériel : Stabi Lab, Bain marie.

Méthode :

-On introduit un volume de 50ml du vin, puis on rajoute le 0.075 g de bi tartrate, après on laisse dans le bain marie de Stab ilab jusqu'à une température de 26°C, enfin on le met dans le trou de stab ilab.

+ Lecture des résultats :

-Pour le DIT mesuré pendant 4h à l'aide de Stabi Lab :

-DIT : $(X0-X00/X0) * 100=23\%$

-Ce pourcentage de DIT (23%) va subir l'électrolyse pour diminuer et on cherche après cette étape IST (duré 2h) pour assurer que le vin est stable.

III. Stabilité du vin :

On dit qu'un vin est stable quand on a la stabilité de la matière colorante, la stabilité tartrique, la stabilité protéique, stabilité microbiologique et la stabilité ferrique. Cette stabilité sert à avoir un vin limpide après sa mise dans le réfrigérant sans avoir des altérations. Les vins limpides et brillants sont, pour tous les dégustateurs (connaisseurs ou simples consommateurs) plus faciles à apprécier. Un vin trouble est souvent le signe d'un défaut de la conservation (casse chimique, altération microbienne...).

1. Stabilité de la matière colorante



Figure 18 : Test de la stabilité de la matière colorante

La couleur rouge des vins est principalement constituée par les anthocyanes qui sont des pigments hydrosolubles, des molécules chargées positivement, ils sont présents dans la nature uniquement sous forme d'hétérosides (anthocyanosides) et leurs génines (anthocyanidols) sont des dérivés du cation 2-phénylbenzopyrylium ou cation flavylum. Ils sont doués de propriétés vitaminiques P. La stabilité de la couleur est le résultat d'une combinaison complexe entre les molécules d'anthocyanes et les tanins. Comme toute réaction d'équilibre, celle-ci est modifiable en fonction d'éléments externes (froid, aération). Plusieurs procédés permettent de stabiliser plus ou moins durablement les matières colorantes.

La stabilisation par le froid : L'excès de matière colorante précipite par le froid

La stabilisation par collage : Les diverses colles à base de protéines (gélatine Extra) se complexent avec la matière colorante et les tanins pour former des colloïdes qui flocculent et précipitent

-Pour le collage, on utilise soit de la gélatine soit de l'ovocol (Blanc d'œuf) qui sert à la clarification et l'affinage.

-La bentonite donne également de bons résultats par absorption directe de la matière colorante sans passer par les tanins (cette stabilisation est très efficace et se pratique surtout sur les vins jeunes ou très riches en anthocyanes)

-On a aussi l'utilisation de la gomme arabique après filtration et juste avant la mise en bouteille car c'est un colloïde protecteur qui permet le maintien total de la couleur.

O Mode opératoire :

-Au niveau du laboratoire de contrôle de qualité du vin pour la stabilité par collage, on fait un essai de collage :

-Plusieurs échantillons de la même cuve avec des doses différentes de gélatine extra ou l'ovocol ou les deux ;

-On prépare la gélatine extra et aussi l'ovocol et on met 1L du vin sur l'agitateur et on rajoute la gélatine et /ou l'Ovocol pour trouver la quantité exacte des colles qui assure la stabilité de la matière colorante pour chaque cuve.

2. Stabilisation protéique : Les protéines du vin proviennent essentiellement du raisin et leur quantité varie en fonction du millésime. Elles peuvent provoquer un dépôt blanchâtre dans les bouteilles de vins blancs et rosés uniquement. La présence de tanins dans les vins rouges élimine tout risque de précipitation ultérieure en bouteille.



Figure 19 : Test tannin

O Mode opératoire : On a 2 tests qui se font au même temps :

(1) Test tanin avec chaleur :

On met dans une fiole jaugée : 1g de tanin Subliwhite, on complète jusqu'au 100 ml avec de l'eau distillé => Solution 1, on met dans chaque tube une quantité du vin on rajoute des doses de 2, 6, 10 gouttes de La solution (1) dans chaque tube.

(2) Test sans tanins avec chaleur :

On mesure la turbidité avant du vin et on le met dans un tube puis on l'introduit dans le bain marie et on mesure la turbidité.

O Lecture des résultats :

-Pour (1) : après l'avoir mis dans le bain marie, on attend 5 min et on surveille ; si on observe des tubes troubles on dit qu'on a le facteur favorisant la précipitation des protéines en bouteilles qui est la température.

-Pour (2) : on mesure la turbidité du vin après sa mise dans le bain marie, il faut qu'elle soit < 2NTU

O Interprétation : Pour assurer la stabilité protéique le laboratoire de contrôle de qualité du vin donne des doses de bentonites (Microcole Alpha) aux personnes travaillant à IQDAR et après on fait l'analyse de test tanins avec chaleur et un test sans tanins avec chaleur pour contrôler la stabilité du vin après l'utilisation de la bentonite. Ce traitement peut intervenir avant, pendant, ou après la fermentation alcoolique.

3. Stabilité Ferrique : d'où vient le fer au vin ?



Figure 20 : Test de stabilité ferrique

De la récolte jusqu'au la mise en bouteille, on a le passage de la matière première par plusieurs étapes et par plusieurs matériaux et machines qui va causer la présence des métaux décelables (ciseaux, camion ...)

o **Mode opératoire :**

-On filtre 50 ml du vin sur un filtre de 1.2 µm, On ajoute 10 gouttes de Thio cyanure ferrique de potassium (0.5%), On laisse pendant 12h.

o **Résultats :**

Tableau 2 : Variation de la quantité en fer des échantillons de rouge

<u>Echantillons</u>	<u>Fer en mg /l</u>
RG cuve 140	4
RG cuve 139	1
RG cuve 127	1
RG cuve 106	4
RG cuve 93	2
RG cuve 35	1
RG cuve 33	6
RG cuve B1	2

-Norme Iso26000 : **fer en mg/l \leq 6mg /l**

O Interprétation des résultats :

- On observe que le rouge contient beaucoup de fer et ça provient de la matière première.
- On peut conclure que ces échantillons sont stables de point de vue quantité en fer.

4. Stabilité microbiologique et test tenu

On teste la stabilité microbiologique du vin (altération par des microorganismes, odeur, troubles ...). On fait ce test pour mesurer la stabilité du vin par rapport à la température.

O Mode opératoire :

On met un volume aléatoire du vin dans :

- Des tasses en verre on laisse sur paillasse (Température ambiante), des bouteilles dans l'étuve (30°C), des tubes dans le réfrigérant, on laisse pendant 3 jours et on mesure l'acidité volatile(AV).
- Pour les analyses microbiologiques, on cherche les microorganismes d'altération (les bactéries acétiques, lactique, levures, les germes totaux) par filtration sur membrane.

O Résultats :

Tableau 3 : Acidité volatile du vin dans l'étuve de 30°C

Cuve	106	127	139	140	35	93	33	B1
Acidité volatile en g H ₂ SO ₄ /l	0.43	0.51	0.41	0.51	1.69	0.68	3.28	0.46

Tableau 4 : Acidité volatile du vin à Température ambiante

Cuve	106	127	139	140	35	93	33	B1
Acidité volatile en g H ₂ SO ₄ /l	0.40	0.49	0.37	0.44	0.54	0.48	0.60	0.44

-Après 3 jours, on fait l'observation des tubes (4°C) (odeur, troubles, aspect), on a des dépôts mais l'odeur reste normale.

-pour les tasses on fait les mêmes étapes précédentes : pas de changement d'odeur et de coloration, après on mesure l'acidité volatile.

o **Interprétation :**

- Pour la comparaison entre L'AV mesurée avant et après le test tenu :

L'acidité volatile est presque la même, mesurée avant le test tenu, et pour l'observation on a seulement un peu de dépôt pour les tubes (réfrigérant) on peut dire que cela est dû aux précipitations.

=>On dit que ces échantillons sont stables pour les tasses à température ambiante et aussi pour les bouteilles qui sont déjà mises à 25°C mais pour les tubes (réfrigérant) on assiste à une mesure corrective : le collage.

5. Stabilité tartrique ou précipitation tartrique

Ce sont les sels de l'acide tartrique qui précipitent. Trois sels sont identifiés dont principalement le bi tartrate de potassium, compte tenu de la richesse naturelle en potassium du raisin. Les deux autres sels sont le bi tartrate neutre de calcium et enfin le très rare mucate de calcium.

Deux techniques sont utilisées pour le contrôle de la précipitation tartrique :

⇒ Le froid,

⇒ L'électrodialyse : le contrôle de la stabilité tartrique par STABI LAB.

O Mode opératoire :

-On introduit un volume de 50ml du vin, puis on rajoute le 0.075 g de bi tartrate, après on laisse dans le bain marie de Stab ilab jusqu'à une température de 26°C, enfin on le met dans le trou de stab ilab, enfin on mesure la conductivité/t(-4.1°C).

O Résultats :

Pour la mesure de la conductivité, on a 2 étapes :

- (1) DIT : si on trouve que la stabilité supérieure à 5 %, l'électrodialyse est exigée pour diminuer ce pourcentage.

- (2) IST : on va vérifier si l'électrodialyse a diminué le % de DIT de l'échantillon

-STABILAB montre que l'échantillon est stable.

IV. Résultats et discussions

Résultats :

-Après et avant la filtration on mesure la turbidité et la concentration massique en oxygène [O₂] dans les cuves même après la mise en bouteilles.

Tableau 5 : Mesure de turbidité et de la [O₂] des vins rouges destiné au tirage

Cuve de réception	Titrage turbidité (NTU)	[O₂] (mg /l)
M2 Rouge Guerouane	0.49	0.44
H7 Rouge Guerouane	0.51	0.31
E8 Rouge Ordinaire	0.50	0.30
E9 Rouge Ordinaire	0.45	0.34

-D'après ces résultats, on a la turbidité <1NTU et aussi pour les concentrations massiques en oxygène sont basses.

=>Le rouge Guerouane et le rouge ordinaire sont prêts à la mise en bouteille.

Tableau 6 : Mesure de turbidité après filtration du rouge "Ksar el Bahia"

Cuve de réception	réception	DTF15	MFT
Rouge ksar El Bahia	30NTU (turbidité)	8NTU(turbidité)	0.37NTU (turbidité)

=>un vin limpide et stable passé de 30 NTU au 8NTU et après MFT on trouve 0.37NTU

-Les résultats de l'échantillon à partir de Stab IIab ont montré une stabilité.

Tableau 7 : Avant filtration de l'échantillon "Ksar EL Bahia' 'Traité non filtré "

Echantillon	Turbidité (NTU)	Degré D'alcool(°)	PH	SO2Libre mg/l	SO2Totale mg /l	Acidité volatile g/l	Acidité totale g/l	Indice colmatage
Rouge Ksar El Bahia	30NTU	13.5	3.72	32	54	0.42	2.95	Indéterminé

Tableau 8 : Après filtration de l'échantillon "ksar L Bahia "

Echantillon	Turbidité (NTU)	Degré D'alcool(°)	PH	SO2Libre mg/l	SO2Totale mg /l	Acidité Volatile g/l	Acidité Totale g/l	Indice colmatage
Rouge ksar El Bahia	0.37NTU	13.5	3.71	37	54	0.42	3.69	Filtré

Discussion et interprétation des résultats :

-D'après ces deux tableaux on voit que plusieurs paramètres sont réalisés avant et après filtration.

-D'après les résultats de ces deux tableaux du même échantillon avant et après filtration on peut dire que :

- ✓ Avant filtration on a l'indice de colmatage est indéterminé, et la turbidité reste élevée quant aux autres paramètres ils ne dépassent pas les normes.
- ✓ Après filtration l'indice de colmatage à donner comme résultats que cette échantillon est filtré pour la turbidité est aussi diminuer donc notre échantillon est prête à la mise en bouteille.
- ✓ Aussi pour les analyses de stabilité protéique et ferrique ; de la matière colorante et tartrique cette échantillon est stable.

- ✓ Pour la dégustation les spécialistes de dégustation disent que ce vin est “fruité, présente une saveur ”

Tableau 9 : Variation de turbidité du vin rosé au cours du temps pour la filtration sur terre

Temps (min) / Paramètres	30	60	90
Turbidité (NTU)	0 .46	0.42	0.4

-En comparant les deux filtrations du vin rouge et du vin rosé, plusieurs différences ont été décelées :

- ✓ On observe une diminution de la turbidité de 0 .46NTU jusqu’au 0 .40 NTU pour le vin rosé,
- ✓ Le vin rosé passe par une filtration sur terre =>MFT=>l’électrodialyse =>Filtration par cartouche
- ✓ Pour le vin rouge, la turbidité atteint 8NTU après filtration sur terre.

Chapitre 4 :

**Les différents paramètres du contrôle
de qualité du vin (voir annexes)**

I. Mise en bouteille :

-Quinze jours avant l'embouteillage, le directeur technique, envoi des échantillons de vins en cuve depuis deux à trois mois au laboratoire de contrôle de qualité du vin.

- « Un test de turbidité est réalisé pour savoir si le vin doit être filtré pour obtenir un vin propre et brillant. Si la présence de gaz carbonique est analysée, un dégazage est effectué pour enlever le côté pétillant. »



Figure 21 : Mise en bouteille

a. Matériel et méthodes :

Matériel : Rinceuse ; Tireuse ; Souffleuse ; boucheuse ; Formeuse ; Encaisseuse ; l'étiqueteuse

Méthodes : Lors de la mise en bouteille, dans la première machine, les bouteilles sont rincées (par l'eau traitée) et on y injecte de l'azote (pour les 3 lignes) pour éviter l'air (pour éviter l'oxydation du vin, ndlr). « Le rinçage n'est pas encore obligatoire mais c'est rassurant et sécurisant pour nous et après le rinçage on a le séchage. Le vin, tiré des cuves en inox, passe par un premier filtre à plaques puis dans des cartouches, « pour enlever toutes les impuretés, le tartre, et éviter le dépôt ».

Les bouteilles remplies et bouchées /le contrôle de remplissage :



Figure 22 : Etiquettes du vin rouge "ksar Bahia "



Figure 23 : Bouchons du vin rouge

Les bouteilles passent ensuite dans la “cloche” où elles sont captées pour y remplir de vin. Puis, dans la “boucheuse”, les bouchons sont très comprimés pour rentrer dans les goulots et les bouteilles suivent un circuit « pour laisser le temps au bouchon de reprendre naturellement sa forme d’origine, ce qui évite que le vin coule ». Pour glisser les bouteilles, on utilise la mousse.

Pour les bouteilles en plastique, elles passent par la souffleuse des petits tubes de 45 à 52mm qui vont être des grandes bouteilles de 1L grâce à la température suivi d’un allongement puis refroidissement puis rincées par une rinceuse suivie par un remplissage dans une zone fermée pour éviter la contamination ;

Tout au long de la mise en bouteille, il y a un contrôle du niveau de remplissage des bouteilles : le niveau de celles de 75 cl doit être à 63 millimètres du haut du goulot.

On vérifie également la traçabilité : « Sur chaque bouteille est gravé un identifiant avec le numéro de la cuve, le nom du vin, l’année et l’heure de la mise en bouteille et un numéro spécifique à chaque contenant. »

Par sécurité, le responsable récupère, chaque jour, des échantillons de vins dans la cuve et pendant l’embouteillage : < Ces témoins sont une sécurité pour nous en cas notamment d’un mauvais goût du vin contesté > d’après un vigneron.

-L’étiquetage : on a une étiquette essentielle de la D’iwan et les autres étiquettes changent d’un vin à l’autre. On a des vins de haute gamme où on met 3 étiquettes. Pour d’autres vins on met 2 étiquettes, Les étiquettes sont soit collées par colle à froid soit elles contiennent déjà leurs propres colles.

-On met les bouteilles du vin dans des cartons par la formeuse, l’encaisseuse met 12 bouteilles dans chaque cartonne avant le stockage.



Figure 24 : Usine de la mise en bouteille

b. Contrôle au sein du laboratoire après la mise en bouteille

- 1) Le contrôle d'O₂,
- 2) L'état de la bouteille (bonne, mauvaise),
- 3) La distance entre le bouchon et le liquide (le vin),
- 4) Le dégazage,
- 5) Le pH

II. Stockage

- 1) **Contrôle d'humidité** : Le stockage se fait dans une zone sèche et propre, il y a au niveau de cette zone un contrôleur d'humidité.



III. Conclusion

Le château, IQDAR et l'usine de la mise en bouteille sont des emplacements complémentaires où se respectant les conditions d'hygiène (portes rigides ,porte d'entrée de la matière première est différente de celle de sortie du produit finit , WC est loin de la zone de production , la présence d'eau chaude pour le lavage des mains) , et se réalisent les contrôles tout au long du processus du traitement avant et après filtration jusqu'au la mise en bouteille où le contrôle de l'état des bouteilles et du dégazage ont eu lieu.

Les analyses effectués et le suivi du contrôle du qualité du vin ont été effectués : des analyses physicochimiques et microbiologiques de l'eau de rinçage et de la step (chloration, conductivité, pH ,dureté)ont été suivies et sont conformes ,des tests de l'acidité volatile et d'acidité totale, les tests du degré alcool, les tests de SO2libre et totale , le test tanins, les tests de polyphénols par spectrométrie UV, indice du sucre , mesure de coloration et le test de Fe et ont prouvé que le vin est limpide , brillant et stable pour une longue durée de stockage sans subir d'altération .

IV-Références Bibliographiques :

Références bibliographiques :

- 1-Manuel HACCP les celliers de Meknès
- 2-Registre de préparation des produits et de traitement
- 3-Procédure de traitement et stabilisation du vin
- 4-Manuel de principe de fonctionnement des filtres Flavy FX1-6
- 5- Fiche des normes marocaines et de l'United Européenne (UE)

Références webographiques :

- www.Keller.ch
- www.Sulfate.ch/sulfite/preparation%20mise%20btlles.htm
- http://wine-note.com/encyclopedie_du_vin/fiches/Les-Differents-type-dehttp://wine-note.com/encyclopedie_du_vin/fiches/Les-Differents-type-de-Cepages.php?id=14Cepages.php?id=14
- <file:///F:/oiv-ma-as2-02.pdf>
- <file:///F:/recueil-2019-volume2-fr.pdf>
- <file:///F:/Cours%20d'oenologie%20dédié%20aux%20vins%20rouges.html>
- www.Vignevin-occitanie.com/fichespratiques/
- <file:///F:/microbiologie/Formation%20à%20la%20microscopie.pdf>
- <file:///F:/microbiologie/Formation%20à%20l'Epifluorescence.pdf>
- <file:///F:/microbiologie/Formation%20MICROBIOLOGIE%20th%C3%A9orique%20et%20Opratique.pdf>
- <file:///F:/microbiologie/Formation%20MICROBIOLOGIE%20th%C3%A9orique.pdf>
- <file:///F:/microbiologie/Microbio%20générale.pdf>

ANNEXES

1. Différents paramètres réalisés au sein du laboratoire

a. Paramètres physicochimiques

- **L'acidité totale du vin :**

- ✚ Principe :

- L'acidité totale est la somme des acides titrables lorsqu'on amène le vin au pH=7, par addition d'une liqueur alcaline titrée. L'acide carbonique et l'anhydride sulfureux libre et combiné ne sont pas compris dans l'acidité totale. Les résultats sont exprimés en milliéquivalents par litre, soit 0.49 g de H₂SO₄/l.
 - L'acidité et le degré alcoolique sont des facteurs importants de typicité des vins. C'est l'équilibre entre les deux qui sera déterminant dans la nature et la capacité de vieillissement du vin.

- ✚ Mode opératoire : On met dans un bêcher 10ml du vin, 20ml ED (dilution), 1ml bleu de bromothymol, et enfin la titration avec NaOH (0.1N).

- ✚ Lecture des Résultats :

Après la titration avec NaOH on a apparition d'une coloration verte.

Point de virage X 0.49 = résultat en g/l H₂SO₄

- **Acidité volatile du vin**

- ✚ Principe : L'acidité volatile est constituée par la partie des acides gras appartenant à la série acétique, qui se trouvent dans les vins à l'état libre, et à l'état salifié. Elle est formée essentiellement par l'acide acétique, accompagné de petites quantités d'acides propénoïque et butyrique. Sont exclus de l'acidité volatile le CO₂ et le SO₂. A l'état des traces dans le jus de raisin frais, ces acides se forment naturellement en très faible quantité pendant les fermentations, alcoolique et malolactique. Ils peuvent aussi se former accidentellement à la suite de développement bactérien. La détermination de l'acidité volatile d'un vin permet de connaître son état sanitaire.



Figure 25 : Vola 2000

✚ Mode opératoire : On va mettre Dans un vola de 2000, on ajoute 20ml du vin, une pastille d'acide tartrique. On récupère 25ml des acides volatiles avec d'autres composés dans une fiole jaugée, puis on ajoute quelques gouttes de phénophtaléine. On titre avec NaOH (0.1N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rosée. On ajoute presque 1ml de HCL concentré et d'amidon, puis on titre avec L'iode (0.5N) jusqu'au l'apparition d'une coloration bleue.

✚ Lecture des résultats :

- L : Tamber de burette (Apparition de coloration rosée)
- L2 : Tamber de burette 2(Apparition de coloration bleue)

$$(0.245 \times (L - (L2/10) - 0.1)) + 0.03$$

AN :

$$\underline{((0.245 \times (2.4 - 0.32 - 0.1)) + 0.03 = 0.51g \text{ H}_2\text{SO}_4/l}$$

• So2libre et so2 totale :



Figure 26 : OENO 20



Figure 27 : Test de SO2Libre

✚ Principe : Le SO₂ est un antiseptique rajouté aux moûts de la vendange et au vin pendant l'élevage afin de contrôler le développement des micro-organismes dans ces

milieux, en vue d'un bon déroulement de la vinification et d'une parfaite conservation du vin.

SO₂ Libre :

i- Matériel :

- OENO 20 : Titrateur

ii- Solutions

- H₂SO₄

- KI

SO₂ Totale :

i-Matériel :

- OENO 20 : Titrateur

ii-Solutions

-H₂SO₄

-KI

-NaOH (5N)

Mode opératoire :

-On met dans des béchers :

SO₂ Libre :

-Dans un bêcher on introduit 20ml du vin, 2ml de H₂SO₄, et enfin on titre avec KI .20ml du vin avec une pipette graduée

SO₂ Totale :

-Dans un bêcher on introduit 2ml de NaOH (5N), après 5min on ajoute 4ml H₂SO₄, et enfin on titre avec KI.

Lecture des résultats :

Le résultat lu sur la burette est exprimé en gramme de SO₂ total/l de vin.

-on trouve parfois des vins qui ont des teneurs élevés en SO₂ caractéristiques de certains vins.

✚ Normes Marocaines et UE

Tableau 10 : Normes marocaines et d'UE de SO₂ Libre, SO₂Totale, Acidité volatile

	Normes Marocaines	Normes UE
SO ₂ Lmax	100mg/l	-
SO ₂ Tmax	Vin rouge et Rosé :250mg/l Vin blanc :300mg/l	Vin rouge : 150mg/l Vin blanc et rosé :200mg/l
Acidité volatile Max	0.91g/l d'acide sulfurique avec une tolérance de 5% pour les vins vieux et les vins d'appellation d'origine	0.98g/l d'acide sulfurique

- Degré d'alcool :



Figure 28 : Ebulliomètre

✚ Principe :

L'alcool est le résultat de la transformation du sucre contenu dans le raisin lors de la fermentation, donc à la base plus le raisin est sucré et plus le degré d'alcool est élevé.

✚ Matériel : Ebulliomètre

✚ Mode opératoire :

On remplit avec une quantité du vin jusqu'au trait, on allume l'ébulliomètre et on le laisse jusqu'à la stabilisation du degré d'alcool.

+ Lecture des résultats :

On utilise un disque, on fixe le degré d'eau faite en premier et après celle du témoin et on cherche dans ce disque celle du vin.



Figure 29 : Disque du degré d'alcool

- pH :

+ Principe :

Le pH permet de mesurer l'activité des ions hydronium dans une solution. Cette mesure est liée à celle de l'acidité totale car le pH caractérise la force de l'acidité du moût ou du vin.

+ Matériel : pH mètre



Figure 30 : pH mètre

+ Méthode :

-On met le vin dans des petits béchers et on mesure le pH par le pH mètre

Lecture des résultats :

-pour les vins clairs, on trouve presque toujours un pH compris entre 3.12 et 3.26 ;

-pour les vins rouges le pH se stabilise entre 3.51 et 3.70 ;

-pour les lies et le débouchage, on trouve un pH supérieur à 3.

- **Indice de sucres :**

Principe :

Le dosage des sucres

La richesse en sucres des moûts permet d'estimer le degré probable de la récolte. Après fermentation complète, la concentration en sucres représente la teneur en sucres résiduels du vin. Dans le premier cas, on utilisera des méthodes de mesure physiques : densimétrie, réfractométrie, polarimétrie. Dans le deuxième, on choisira des méthodes chimiques : méthode de Fehling, de Bertrand, de Luffa. La teneur en sucres résiduels est limitée à 2 g/l pour les vins secs et explique le goût sucré des vins moelleux et liquoreux.

Matériel et méthode :

Matériel :

-bain marie

Méthode :

-2ml, 1ml, 1.5ml, 3ml de Réactif de Fehling : solutions A et B, puis on ajoute 5ml du vin décoloré, 10ml d'eau distillée, et enfin on met les tubes dans le bain marie.

Lecture des résultats

Après 5min, on observe une coloration bleue donc on a 3g/l du sucre



Figure 31 : Test d'indice de sucre

- Mesure de coloration :

- + Principe :

-Mesurer la coloration du vin

- + Matériel et Méthode :

- Matériel : Spectrophotomètre UV

- Méthode -on prend un échantillon du vin et on le dilue 50fois

- on initie la mesure par le blanc, on règle le spectrophotomètre sur 0 après la mesure du DO du blanc.

- on mesure l'absorbance à des longueurs d'ondes de 280nm (pour les polyphénols), 520nm 620nm et 420nm.

- + Lecture des résultats

On met le vin dilué dans la cuvette et on fixe la longueur d'onde puis les résultats sont affichés sur spectrophotomètre UV.



Figure 32 : Spectrophotomètre UV

- Chromatographie sur papier :

- + Principe : La technique la plus utilisée pour suivre la fermentation malolactique est la chromatographie sur papier. C'est une technique qui permet de séparer plusieurs acides contenus dans un mélange.
- + Méthode : A l'extrémité d'une bande de papier absorbant, on dépose une tache du vin à analyser. Sous l'effet d'un solvant migrant par capillarité, la tache se déplace et se partage en ses différents constituants. Les acides tartriques, maliques, lactiques et succiniques sont repérés par des taches jaunes, si au préalable le solvant a été additionné d'un réactif, le bleu de bromophénol. En réalisant sur le même papier, en une même opération, la migration des vins et des solutions étalons acides, on peut soit repérer l'évolution de la fermentation malolactique, soit estimer la teneur de ces différents acides dans les vins.

b. Les analyses Microbiologiques

- + Matériel et méthode :

-Boite de pétri, Entonnoirs en aluminium, Appareillage de filtration, étuves 25°C ; 44°C ; 36°C, Appareillage de dénombrement, Filtre de 0.45UM.

- + Milieux de culture : PCA ; Milieux spécifiques des levures et des bactéries lactiques aussi pour les Bactéries acétiques.
- + Méthodes : Filtration sur membrane de 10ml du vin pour la recherche des indices d'altération (Les bactéries acétiques ; les levures ; les Bactéries lactiques), La recherche des germes totaux : on prélève 1ml du vin par une pipette stérile et on étale sur la surface du PCA, Incubation.
- + Lecture des résultats : On étale une colonie sur l'eau stérile sur la lame et on met la lamelle et l'observation par Microscope ; l'identification par la forme des bactéries, le dénombrement des germes totaux, pour les normes ISO 26000 il ne faut pas dépasser 10 bactéries pour les indices d'altérations.