

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①1 N° de publication :

3 133 620

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national :

22 02356

⑤1 Int Cl⁸ : C 12 G 1/12 (2022.01), C 12 H 1/10, C 08 B 37/00

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑫2 Date de dépôt : 17.03.22.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 22.09.23 Bulletin 23/38.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : BIOLAFFORT (SAS) — FR, ALLAND
ET ROBERT (SA) — FR, Institut national de recherche
pour l'agriculture, l'alimentation et l'environnement
(EPA) — FR, UNIVERSITE DE MONTPELLIER
(EPSCP) — FR et INSTITUT NATIONAL D'ENSEIGNE-
MENT SUPERIEUR POUR L'AGRICULTURE, L'ALI-
MENTATION ET L'ENVIRONNEMENT (EPSCP) — FR.

⑦2 Inventeur(s) : NIGEN Michaël, ANAYA CASTRO
Maria Antonieta, DOCO Thierry, SANCHEZ Christian,
MOINE Virginie, LOUAZIL Philippe, MASSOT Arnaud,
JAUEN Isabelle, WILLIAMS Pascale et CHARBON-
NEL Céline.

⑦3 Titulaire(s) : BIOLAFFORT (SAS), ALLAND ET ROBERT
(SA), Institut national de recherche pour l'agriculture, l'alimen-
tation et l'environnement (EPA), UNIVERSITE DE MONTPEL-
LIER (EPSCP), INSTITUT NATIONAL D'ENSEIGNEMENT
SUPERIEUR POUR L'AGRICULTURE, L'ALIMENTATION ET
L'ENVIRONNEMENT (EPSCP).

⑦4 Mandataire(s) : IPSIDE.

⑤4 PROCÉDÉ DE TRAITEMENT D'UN VIN EN VUE D'EN AMÉLIORER LA STABILITÉ COLLOIDALE ET
PRÉPARATION POUR UN TEL TRAITEMENT.

⑤7 L'invention concerne un procédé de traitement d'un
vin en vue d'en améliorer la stabilité colloïdale, notamment
vis-à-vis de la matière colorante. Ce procédé comprend l'in-
corporation de gomme ghatti dans le vin lors de son élabo-
ration. Une préparation particulièrement adaptée pour
réaliser un tel traitement contient de la gomme ghatti en mé-
lange avec du dioxyde de soufre dans une solution
aqueuse.

FR 3 133 620 - A1



Description

Titre de l'invention : PROCÉDÉ DE TRAITEMENT D'UN VIN EN VUE D'EN AMÉLIORER LA STABILITÉ COLLOÏDALE ET PRÉPARATION POUR UN TEL TRAITEMENT

- [0001] La présente invention relève du domaine de l'élaboration des vins, notamment des vins rouges ou rosés.
- [0002] Plus particulièrement, la présente invention concerne un procédé de traitement d'un vin en vue d'en améliorer la stabilité colloïdale, s'inscrivant au sein d'un processus plus global d'élaboration dudit vin. L'invention concerne également une préparation à base de gomme ghatti destinée à un tel traitement, ainsi que l'utilisation de gomme ghatti ou d'une telle préparation pour le traitement d'un vin en vue d'en améliorer la stabilité colloïdale. L'invention concerne également un kit pour un tel traitement.
- [0003] Les vins sont un mélange complexe de molécules en constante évolution au cours du vieillissement et à l'origine de leurs propriétés organoleptiques. Parmi ces propriétés, la couleur tout comme l'absence de sédiments dans les bouteilles sont des gages de qualité requis par les consommateurs. Les vins, en particulier les vins rouges ou rosés, doivent ainsi conserver leur couleur et rester limpides non seulement au moment de l'embouteillage, mais aussi pendant leur stockage / vieillissement, jusqu'à leur consommation. A cet effet, il est nécessaire de les traiter afin d'améliorer leur stabilité colloïdale, et plus particulièrement de prévenir ou limiter la précipitation / cristallisation d'une part de la matière minérale, notamment des cations et de l'acide tartrique, et d'autre part de la matière colorante, polyphénols principalement, qui y sont contenues. Différents traitements technologiques ont été proposés par l'art antérieur à cet effet, ces traitements allant des procédés physiques jusqu'à l'ajout d'additifs, en passant par l'utilisation d'auxiliaires technologiques, tels que des produits de collage, et étant mis en œuvre en fin du processus d'élaboration des vins, à un stade proche de l'étape finale d'embouteillage.
- [0004] La supplémentation des vins par des additifs contribue à leurs propriétés organoleptiques en répondant à plusieurs objectifs technico-fonctionnels tels que la stabilisation colloïdale de la matière minérale et de la matière colorante, la modification des propriétés sensorielles et l'amélioration des propriétés antioxydantes.
- [0005] La stabilisation tartrique des vins avant leur mise en bouteille est effectuée afin d'y prévenir la précipitation des sels d'acide tartrique. La prévention de cette instabilité est notamment réalisée par l'ajout d'additifs comme la carboxyméthylcellulose, les mannoprotéines, le polyaspartate de potassium ou l'acide métatartrique. Cependant, l'utilisation de molécules telles que la carboxyméthylcellulose ou le polyaspartate de

potassium peut être accompagnée de contraintes car elles peuvent interagir avec la matière colorante contenue dans le vin, ce qui induit une réduction de leur efficacité vis-à-vis des phénomènes d'instabilité minérale.

- [0006] La stabilisation de la matière colorante des vins rouges ou rosés avant leur mise en bouteille est quant à elle notamment assurée par l'ajout de protéoglycannes comme les mannoprotéines ou les arabinogalactane-protéines (AGPs) de la gomme d'Acacia de la variété *senegal* (Ribéreau-Gayon et al., *Handbook of Enology, Volume 2: The Chemistry of Wine-Stabilization and Treatments*. 2006, John Wiley & Sons). L'utilisation de mannoprotéines peut cependant s'accompagner d'effets indésirables éventuels comme le risque d'augmentation de la turbidité du vin en cas de surdosage. De plus, leur coût d'utilisation est relativement élevé. La gomme d'Acacia *senegal* est un additif naturel efficace contre ces phénomènes d'instabilité de la matière colorante (Nigen et al., *Food Hydrocolloids*, 2019: 105176). Cependant, aux doses mises en œuvre, typiquement entre 10 et 30 g/hl, elle peut être à l'origine de problèmes de filtrabilité, et plus particulièrement provoquer un colmatage des membranes de filtration.
- [0007] Dans une perspective globale de limitation et de réduction des additifs dans le domaine de l'œnologie, des objectifs de la filière viticole sont actuellement de réduire l'utilisation des additifs dans les vins, de par leur nombre et/ou leur quantité, ainsi que de favoriser l'utilisation d'additifs d'origine naturelle tout en préservant les qualités organoleptiques et sensorielles des vins.
- [0008] La présente invention vise à s'inscrire dans ce cadre, et à proposer un additif pour le traitement des vins, en particulier des vins rouges ou rosés, préférentiellement en fin de l'étape d'élevage dans le processus d'élaboration du vin, ou en fin de l'étape de fermentation alcoolique pour les vins dont l'élaboration ne comporte pas d'étape d'élevage. L'invention vise à ce que cet additif présente des propriétés fonctionnelles permettant d'améliorer efficacement, à de faibles doses, la stabilité colloïdale de ces vins, en particulier concernant la matière colorante, tout en étant d'origine naturelle et en répondant aux exigences sensorielles et techniques requises pour l'élaboration des vins. En particulier, des objectifs de l'invention sont que cet additif ne pénalise pas la filtrabilité du vin traité, et qu'il n'en modifie pas les propriétés sensorielles.
- [0009] Des objectifs supplémentaires de l'invention sont que cet additif soit facile à utiliser, de faible coût, et bien entendu qu'il réponde aux exigences de sécurité en vigueur dans le domaine des additifs alimentaires.
- [0010] A cet effet, les présents inventeurs se sont intéressés aux biopolymères naturels issus d'exsudats végétaux. Ils ont découvert qu'un tel biopolymère spécifique, la gomme ghatti, incorporée dans un vin rouge ou rosé, notamment en fin d'élevage, présente un effet protecteur qui s'oppose de manière particulièrement efficace à la précipitation des particules de matière colorante, et permet de maintenir une bonne stabilité colloïdale

de la matière colorante de ce vin, durable dans le temps, si bien qu'on n'observe pas de formation de trouble dans le vin lors de sa conservation, y compris à basse température. Un tel résultat est avantageusement obtenu à de très faibles doses ne modifiant de manière significative ni les qualités sensorielles du vin, ni ses caractéristiques de filtrabilité en présence de dioxyde de soufre. La gomme ghatti utilisée à de telles doses ne génère ainsi pas de colmatage des filtres lors de la filtration du vin dans lequel elle est incorporée, ce qui permet de satisfaire aux contraintes liées aux procédés d'élaboration des vins, telles que la nécessité de mettre en œuvre une étape de filtration du vin avant la mise en bouteille.

- [0011] Ainsi, selon un premier aspect, la présente invention concerne un procédé de traitement d'un vin, en particulier d'un vin rouge ou rosé, en vue d'en améliorer la stabilité colloïdale, notamment vis-à-vis de la matière colorante qui y est contenue. Ce procédé comprend l'incorporation de gomme ghatti dans le vin lors de son élaboration.
- [0012] On entend dans la présente description, par le terme vin, aussi bien les vins en eux-mêmes, y compris les vins spéciaux tels que les vins mousseux, que les boissons à base de vin ou dérivées de vin, telles que, les références indiquées entre parenthèses étant celles du code international des pratiques œnologiques de l'organisation internationale de la vigne et du vin, édition 2022 : les boissons à base de produits vitivinicoles (288/2010), les boissons à base de vin (288/2010), les vins aromatisés (OIV-ECO-395-2011), les boissons obtenues par désalcoolisation du vin (OIV-ECO 432-2012) et les boissons obtenues par désalcoolisation partielle du vin (OIV-ECO 433-2012).
- [0013] L'invention s'avère particulièrement avantageuse pour le traitement des vins rouges ou rosés ainsi que des boissons à base de tels vins ou dérivées de tels vins.
- [0014] La gomme ghatti est un exsudat amorphe et translucide de l'arbre *Anogeissus latifolia* de la famille des *Combretaceae*, originaire de l'Inde et du Sri Lanka. Elle est exsudée sous forme de larmes arrondies de moins de 1 cm de diamètre, ou sous forme de masses vermiformes plus grandes. Il s'agit d'un hétéropolysaccharide acide riche en arabinose et galactose et contenant une partie protéique, présent dans la nature sous forme de sel mixte de calcium, magnésium, potassium et sodium. La structure primaire de cette gomme est composée de sucres tels que le L-arabinose, le D-galactose, le D-mannose, le D-xylose et l'acide D-glucuronique (Kang, J., et al., Food hydrocolloids, 2011. 25(8): 1984-1990). La gomme ghatti est utilisée pour ses propriétés émulsifiantes dans des émulsions huile-dans-eau dans divers domaines, en particulier dans certaines boissons telles que les sodas.
- [0015] De manière surprenante, il a été découvert par les présents inventeurs que la gomme ghatti, par rapport à la gomme arabique, présente des propriétés de stabilisation colloïdale de la matière colorante des vins à des doses beaucoup plus basses,

notamment 10 à 20 fois plus basses selon les vins. A ces doses, son impact négatif sur la filtrabilité des vins est faible, ceci malgré le fait que la viscosité intrinsèque de la gomme ghatti est environ trois fois plus élevée que celle de la gomme arabique à concentration égale. Rien dans l'art antérieur ne suggérait une telle performance de la gomme ghatti utilisée en tant qu'additif dans les vins, en particulier les vins rouges ou rosés.

- [0016] En outre, la gomme ghatti présente également une efficacité à des doses bien plus faibles que la gomme arabique et d'autres gommes d'origine naturelle sur la stabilisation minérale du chlorure de calcium dans le cadre du test du codex œnologique international OENO 27/2000, fiche COEI-1-GOMARA.
- [0017] Préférentiellement, la gomme ghatti est mise en œuvre telle quelle. Elle n'est en particulier pas imprégnée par une quelconque substance, notamment pas imprégnée par une protéine, par exemple une protéine sensiblement insoluble dans l'eau.
- [0018] Le procédé selon l'invention peut en outre répondre à l'une ou plusieurs des caractéristiques décrites ci-après, mises en œuvre isolément ou en chacune de leurs combinaisons techniquement opérantes.
- [0019] Dans des modes de mise en œuvre particuliers de l'invention, la gomme ghatti est incorporée dans le vin rouge à une concentration comprise entre 0,05 g/hl et 5 g/hl. Une telle plage de concentration s'avère optimale tant en termes de stabilisation de la matière colorante du vin, que de filtrabilité de ce dernier contenant la gomme ghatti. La concentration de gomme ghatti introduite dans le vin est de préférence comprise entre 0,25 et 5 g/hl, de préférence encore entre 0,25 et 4 g/hl, préférentiellement entre 0,25 et 2,5 g/hl, préférentiellement encore entre 0,5 et 2,5 g/hl, et plus préférentiellement encore entre 1 et 2,5 g/hl. De telles plages de concentration présentent les meilleurs compromis entre efficacité de stabilisation de la matière colorante des vins et filtrabilité du vin traité.
- [0020] Dans des modes de mise en œuvre particuliers de l'invention, l'incorporation de gomme ghatti dans le vin est réalisée, dans un processus d'élaboration de ce dernier, après une étape de fermentation alcoolique et avant une étape de mise en bouteille. Lorsque le processus d'élaboration du vin comprend une étape de filtration finale préalable à cette mise en bouteille, l'incorporation de gomme ghatti dans le vin peut être réalisée après cette étape de filtration finale. Préférentiellement, elle est réalisée avant cette étape de filtration finale, de préférence le plus tardivement possible avant cette étape. En outre, préférentiellement, lorsque le processus d'élaboration du vin comprend une étape d'élevage, l'incorporation de gomme ghatti dans le vin est réalisée pendant cette étape d'élevage, de préférence en fin de cette étape d'élevage, ou juste après cette étape d'élevage.
- [0021] Lorsque le produit à traiter est une boisson à base de vin ou dérivée de vin, telle que

définie ci-avant, l'incorporation de gomme ghatti est de préférence réalisée juste avant la mise en bouteille de cette boisson.

- [0022] La gomme ghatti peut être utilisée sous forme brute, le cas échéant après broyage pour former une poudre plus homogène. Préférentiellement, elle est utilisée sous forme atomisée, présentant alors notamment l'avantage d'une meilleure homogénéité de la matière et d'une meilleure maîtrise de sa qualité. La gomme atomisée peut être obtenue par un procédé comprenant une première phase de solubilisation de la gomme brute dans l'eau, puis plusieurs étapes de purification de la composition obtenue, notamment par tamisage vibrant et centrifugation, visant à supprimer les particules étrangères insolubles, avant des étapes de pulvérisation et séchage, par exemple dans une tour d'atomisation conventionnelle, pour obtenir des particules de la taille souhaitée, par exemple comprise entre 50 et 200 μm .
- [0023] Le procédé selon l'invention peut en outre comprendre l'introduction dans le vin de tout additif œnologique classique en lui-même, en particulier d'un inhibiteur de cristallisation de l'acide tartrique, tel que la carboxyméthylcellulose ou le polyaspartate de potassium, ou tout autre inhibiteur de cristallisation de l'acide tartrique connu de l'homme du métier et compatible avec une utilisation pour l'alimentation humaine. Un tel inhibiteur peut être introduit dans le vin avant, après, ou sensiblement simultanément à l'incorporation de gomme ghatti dans celui-ci. Une telle association de gomme ghatti et d'un inhibiteur de cristallisation de l'acide tartrique assure avantageusement une stabilité colloïdale particulièrement élevée du vin traité. En particulier, la combinaison de la gomme ghatti avec la carboxyméthylcellulose et/ou le polyaspartate de potassium réduit les interactions de ces derniers avec la matière colorante contenue dans le vin rouge, et augmente leur efficacité vis-à-vis de la stabilisation de la matière minérale, plus particulièrement de l'acide tartrique.
- [0024] L'inhibiteur de cristallisation de l'acide tartrique peut par exemple être introduit dans le vin à une concentration comprise entre 0,5 et 20 g/hl.
- [0025] La gomme ghatti peut être introduite dans le vin sous forme de particules solides. Préférentiellement, elle est incorporée dans le vin sous forme d'une composition la contenant sous forme solubilisée dans l'eau. Sa concentration dans cette composition est alors comprise entre 0,5 et 5 % en poids, de préférence entre 0,5 et 2 % en poids, par rapport au volume de la composition.
- [0026] Dans des modes de mise en œuvre particulièrement préférés de l'invention, notamment du point de vue de la filtrabilité du vin traité, l'incorporation de gomme ghatti dans le vin est réalisée par introduction, dans le vin, d'une préparation contenant de la gomme ghatti en mélange avec du dioxyde de soufre dans une solution aqueuse.
- [0027] Le dioxyde de soufre est classiquement utilisé pour le sulfitage des moûts et des vins en vue d'en assurer une stabilisation vis-à-vis de la prolifération microbienne, une

protection contre l'oxydation, et plus généralement une meilleure préservation. De manière tout à fait surprenante, il a été découvert par les présents inventeurs que l'association du dioxyde de soufre à la gomme ghatti, préalablement à l'incorporation de cette dernière dans le vin à traiter, non seulement n'impacte pas les effets de la gomme sur la stabilité de la matière colorante du vin, mais améliore fortement les caractéristiques de filtrabilité de celui-ci.

- [0028] Le dioxyde de soufre peut en particulier être introduit dans la préparation sous forme d'une solution sulfureuse, c'est-à-dire d'une solution aqueuse de dioxyde de soufre. Cette solution sulfureuse peut être obtenue par tout moyen classique en lui-même, notamment par barbotage de dioxyde de soufre gazeux dans une solution aqueuse à pH acide, par exemple à pH de 1, ou encore par solubilisation de métabisulfite de potassium et de dioxyde de soufre gazeux dans une solution aqueuse acide, par exemple à pH de 4,75. Par exemple, la solution sulfureuse peut être concentrée à 6 à 10 % p/v en dioxyde de soufre.
- [0029] Dans des modes de mise en œuvre particuliers de l'invention, la préparation introduite dans le vin contient 0,5 à 5 %, de préférence 0,5 à 2 %, en poids de gomme ghatti par rapport au volume de la préparation. Elle contient en outre de préférence 0,5 à 4 g/l, préférentiellement 0,5 à 2 g/l, de dioxyde de soufre.
- [0030] La quantité d'une telle préparation introduite dans le vin à traiter est de préférence choisie, en fonction de sa teneur en gomme ghatti, pour incorporer dans le vin une concentration de cette gomme comprise entre 0,05 et 5 g/hl, de préférence entre 0,25 et 5 g/hl, de préférence encore entre 0,25 et 4 g/hl, préférentiellement entre 0,25 et 2,5 g/hl, préférentiellement encore entre 0,5 et 2,5 g/hl, et plus encore entre 1 et 2,5 g/hl.
- [0031] Dans des modes de mise en œuvre particuliers de l'invention, la préparation contenant la gomme ghatti et le dioxyde de soufre est introduite dans le vin à une dose comprise entre 1 et 1000 ml/hl, de préférence comprise entre 2,5 et 500 ml/hl, de préférence encore entre 2,5 et 250 ml/hl, et préférentiellement comprise entre 2,5 et 100 ml/hl.
- [0032] Un autre aspect de l'invention concerne une préparation pour le traitement d'un vin, notamment d'un vin rouge ou rosé, en particulier pour la stabilisation colloïdale, notamment de la matière colorante, de ce vin. Cette préparation contient de la gomme ghatti en mélange avec du dioxyde de soufre dans une solution aqueuse.
- [0033] Cette préparation peut répondre à l'une ou plusieurs des caractéristiques décrites ci-avant en relation avec le procédé selon l'invention, pour ce qui concerne la préparation qui peut y être mise en œuvre.
- [0034] En particulier, elle peut contenir 0,5 à 5 %, de préférence 0,5 à 2 %, en poids de gomme ghatti par rapport au volume de ladite préparation.
- [0035] Elle peut également contenir 0,5 à 4 g/l, notamment 0,5 à 2 g/l, de dioxyde de soufre.

- [0036] Elle peut également contenir toute autre substance couramment utilisée pour le traitement des vins, par exemple un inhibiteur de la cristallisation de l'acide tartrique tel que la carboxyméthylcellulose ou le polyaspartate de potassium.
- [0037] La préparation selon l'invention peut présenter une viscosité dynamique à 25 °C comprise, en fonction de sa teneur en gomme ghatti et de sa teneur en dioxyde de soufre, entre environ 1 et environ 11 mPa.s. Cette viscosité est notamment largement inférieure à celle des compositions aqueuses à base de gomme ghatti seule, dépourvues de dioxyde de soufre, à concentrations en gomme égales.
- [0038] Un procédé de production de la préparation selon l'invention peut utiliser, en tant qu'ingrédients :
- de la gomme ghatti sous forme brute, le cas échéant broyée afin d'en réduire la taille des nodules, ou sous forme atomisée, notamment à une taille de particules comprise entre 50 et 200 μm ;
 - et/ou du dioxyde de soufre gazeux et/ou une solution sulfureuse aqueuse, contenant par exemple 6 à 10 % v/v de dioxyde de soufre, cette solution pouvant par exemple avoir été obtenue par barbotage de dioxyde de soufre gazeux dans une solution aqueuse à pH acide, ou par solubilisation de métabisulfite de potassium et de dioxyde de soufre gazeux dans une solution aqueuse acide ;
 - ainsi que, le cas échéant, un ou plusieurs additifs œnologiques connus en eux-mêmes pour le traitement du vin, tel qu'un inhibiteur de cristallisation de l'acide tartrique.
- [0039] Après mélange de ces ingrédients dans l'eau, la préparation peut être maintenue sous agitation en flacon fermé pendant plusieurs heures, de préférence à température ambiante, afin de favoriser la complète solubilisation de la gomme. La préparation peut ensuite être filtrée, par exemple sur filtre de porosité 0,65 μm , afin d'en éliminer les particules insolubles.
- [0040] Un autre aspect de l'invention concerne l'utilisation de gomme ghatti ou d'une préparation selon l'invention, contenant de la gomme ghatti, pour le traitement d'un vin, notamment d'un vin rouge ou rosé, en particulier en fin de son processus d'élaboration. Ce traitement vise en particulier à améliorer la stabilité colloïdale, notamment la stabilité de la matière colorante, dudit vin.
- [0041] L'utilisation selon l'invention comprend de préférence l'incorporation de la gomme ghatti ou de la préparation selon l'invention dans le vin à traiter, préférentiellement lors de l'élaboration de ce dernier, de préférence juste avant sa mise en bouteille ou une éventuelle étape de filtration finale préalable à cette mise en bouteille.
- [0042] L'utilisation de gomme ghatti ou d'une préparation selon l'invention pour le traitement d'un vin selon l'invention peut répondre à l'une ou plusieurs des caractéristiques décrites ci-avant en référence au procédé de traitement d'un vin selon

l'invention, dans toutes leurs combinaisons possibles, notamment concernant le moment, au cours du processus d'élaboration du vin, auquel la gomme ghatti ou la préparation selon l'invention sont incorporées dans le vin.

[0043] En particulier, la dose incorporée dans le vin à traiter peut être comprise :

- pour la gomme ghatti, entre 0,05 et 5 g/hl, de préférence entre 0,25 et 5 g/hl, de préférence encore entre 0,25 et 4 g/hl, préférentiellement entre 0,25 et 2,5 g/hl, préférentiellement encore entre 0,5 et 2,5 g/hl, et plus préférentiellement encore entre 1 et 2,5 g/hl :
- pour la préparation selon l'invention, entre 1 et 1000 ml/hl, de préférence comprise entre 2,5 et 500 ml/hl, de préférence encore entre 2,5 et 250 ml/hl, et préférentiellement comprise entre 2,5 et 100 ml/hl.

[0044] Un autre aspect de l'invention concerne un kit pour le traitement d'un vin, notamment d'un vin rouge ou rosé, en vue d'en améliorer la stabilité colloïdale, en particulier la stabilité de la matière colorante. Ce kit comprend :

- de la gomme ghatti sous forme solide, en particulier sous forme brute, le cas échéant broyée, ou sous forme atomisée,
- une solution aqueuse de dioxyde de soufre, notamment concentrée de 6 à 10 % p/v en dioxyde de soufre,
- et des instructions pour produire une préparation selon l'invention, notamment selon le procédé de production décrit ci-dessus.

Ce kit peut également contenir tout autre additif œnologique classique en lui-même, à intégrer dans cette préparation ou à incorporer dans le vin à traiter avant, après ou sensiblement simultanément à la préparation.

[0045] Il peut en outre contenir des instructions pour la mise en œuvre d'un procédé de traitement du vin selon l'invention au moyen de la préparation formée.

Les caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront plus clairement à la lumière des exemples de mise en œuvre ci-après, fournis à simple titre illustratif et nullement limitatifs de l'invention, avec l'appui des figures 1 à 10, dans lesquelles :

[0046] [Fig.1] La [Fig.1] montre un graphe représentant, pour différentes gommes (Ghatti, *A. senegal*, Mesquite, Huizache) dans une solution hydroalcoolique modèle contenant de l'acide tartrique, en fonction de la concentration en gomme dans cette solution, le rapport R correspondant à : la valeur absolue de la différence des densités optiques mesurées par spectrophotométrie à 880 nm, au moment (T0) de l'introduction de chlorure de calcium dans la solution sans gomme puis 24 h (T24) après l'introduction de chlorure de calcium dans la solution additionnée en gomme, divisée par la différence des densités optiques mesurées au moment de l'introduction de chlorure de calcium dans la solution puis 24 h après, obtenue pour une solution sans gomme.

[0047] [Fig.2] La [Fig.2] montre un graphe représentant, pour différentes gommes (Ghatti,

A. senegal, Combretum, Karaya) dans une solution hydroalcoolique modèle contenant de l'acide tartrique, en fonction de la concentration en gomme dans cette solution, l'indice de stabilité Turbiscan (TSI) déterminé après 24 h à 25 °C après l'ajout de chlorure de calcium dans la solution.

- [0048] [Fig.3] La [Fig.3] montre un graphe représentant, pour différentes gommages (*Ghatti*, *A. senegal*) dans une solution hydroalcoolique modèle contenant des polyphénols, en fonction de la concentration en gomme dans cette solution, l'indice de stabilité déterminé au Turbiscan (TSI) après 48 h d'incubation à 10 °C.
- [0049] [Fig.4] La [Fig.4] montre un graphe représentant le pourcentage de réduction de l'instabilité de la matière colorante contenue dans une solution hydroalcoolique modèle traitée par une gomme, par rapport à la solution modèle non traitée, après 48 h à 4 °C, en fonction de la concentration de gomme ayant été incorporée dans cette solution modèle, pour une gomme *ghatti* (2971/2) et pour une gomme d'*A. senegal* (OF192191).
- [0050] [Fig.5] La [Fig.5] montre un graphe représentant le pourcentage de réduction de l'instabilité de la matière colorante contenue dans un vin rouge (« Monségur ») traité par une gomme, par rapport au vin non traité, après 48 h à 4 °C, en fonction de la concentration de gomme ayant été incorporée dans ce vin, pour des gommages *ghatti* (2971/2 et BR2971/1) et pour des gommages d'*A. senegal* (OF192191 et BR180246).
- [0051] [Fig.6] La [Fig.6] montre un graphe représentant le pourcentage de réduction de l'instabilité de la matière colorante contenue dans un vin rouge traité par une préparation à base de gomme dans laquelle a été introduite une solution de dioxyde de soufre à 6%, par rapport à ce vin non traité, déterminé après 48 h de traitement à 4 °C, en fonction de la concentration de dioxyde de soufre dans la préparation, pour une gomme *ghatti* (3008/2) et pour une gomme d'*A. senegal* (OF202510).
- [0052] [Fig.7] La [Fig.7] montre un graphe représentant le pourcentage de réduction de l'instabilité de la matière colorante contenue dans un vin rouge traité par une préparation à base de gomme dans laquelle a été introduite une solution de dioxyde de soufre à 10%, par rapport à ce vin non traité, déterminé après 48 h de traitement à 4 °C, en fonction de la concentration de dioxyde de soufre dans la préparation, pour une gomme *ghatti* (3008/2) et pour une gomme d'*A. senegal* (OF202510).
- [0053] [Fig.8] La [Fig.8] montre un graphe représentant la différence de turbidité (Δ NTU) entre un vin rouge R17 traité pendant 48 h à 4 °C par une préparation formée à base de gomme et d'une solution de dioxyde de soufre à 6%, et ce vin non traité, en fonction de la concentration de gomme introduite dans le vin, pour une gomme *ghatti* (3008/2) et pour une gomme d'*A. senegal* (OF202510).
- [0054] [Fig.9] La [Fig.9] montre un graphe représentant la différence de turbidité (Δ NTU) entre un vin rouge R9 traité pendant 48 h à 4 °C par une préparation formée à base de

gomme et d'une solution de dioxyde de soufre à 6%, et ce vin non traité, en fonction de la concentration de gomme introduite dans le vin, pour une gomme ghatti (3008/2) et pour une gomme d'*A. senegal* (OF202510).

[0055] [Fig.10] La [Fig.10] montre un graphe représentant la différence de turbidité (ΔNTU) entre un vin rouge R12 traité pendant 48 h à 4 °C par une préparation formée à base de gomme et d'une solution de dioxyde de soufre à 6%, et ce vin non traité, en fonction de la concentration de gomme introduite dans le vin, pour une gomme ghatti (3008/2) et pour une gomme d'*A. senegal* (OF202510).

[0056] Des échantillons des gommes ci-après ont été utilisés pour les expériences :

- gomme ghatti brute, sous forme de nodules : « Ghatti BR2971/1 »,
- gomme ghatti préalablement atomisée, de taille de particules entre 50 et 200 μm , issue d'un premier lot de production : « Ghatti 2971/2 »,
- gomme ghatti préalablement atomisée, de taille de particules entre 50 et 200 μm , issue d'un second lot de production : « Ghatti 3008/2 »,
- gomme d'*Acacia senegal* brute, sous forme de nodules : « *A. senegal* BR180246 »,
- gomme d'*Acacia senegal* préalablement atomisée, de taille de particules entre 50 et 200 μm , issue d'un premier lot de production : « *A. senegal* OF192191 »,
- gomme d'*Acacia senegal* préalablement atomisée, de taille de particules entre 50 et 200 μm , issue d'un second lot de production : « *A. senegal* OF202510 »,
- gomme de Karaya préalablement pulvérisée, de taille de particules entre 50 et 200 μm : « Karaya OF180064 »,
- gomme de Combretum, sous forme de nodules : « Combretum »,
- gomme de Mesquite, sous forme de nodules : « Mesquite »,
- gomme de Huizache, sous forme de nodules : « Huizache ».

[0057] Les gommes sous forme de nodules ont été obtenues par broyage de la gomme brute à l'aide d'un broyeur à couteaux Retsch SM 300. Les conditions utilisées à cet effet ont été les suivantes : une vitesse de 1500 tr/min pendant 10 s et grille #4. L'objectif de cette étape est d'obtenir une poudre afin de rendre l'échantillon plus homogène.

[0058] Les gommes sous forme atomisée ont été obtenues par solubilisation dans l'eau, puis purification par tamisage vibrant et centrifugation de la composition obtenue, et pulvérisation et séchage dans une tour d'atomisation conventionnelle, dans des conditions permettant d'obtenir la taille de particules souhaitée.

[0059] Pour les expériences de cinétique de stabilisation de fraction minérale d'une part, et de matière colorante d'autre part, les gommes ont été solubilisées sous agitation pendant 16 h à température ambiante dans de l'eau milli-Q (résistivité 18,2 m Ω) à une concentration de 20 g.l⁻¹. Après solubilisation, les échantillons ont été centrifugés à 12 000 tr/min pendant 10 min à 20 °C, puis analysés.

A/ Stabilisation de fraction minérale

[0060] Cette expérience a été réalisée sur les gommés Ghatti 2971/2, *A. senegal* OF192191, Combretum, Huizache, Mesquite et Karaya OF180064.

[0061] L'effet des différentes gommés sur la stabilité colloïdale de la matière minérale a été évalué sur une solution hydroalcoolique minérale modèle à pH 3,1 (test du codex œnologique, HAM) de composition indiquée dans le tableau 1 :

[0062] [Tableaux1]

Composant	Quantité
Eau Milli-Q	432 ml
Acide tartrique	1,50 g
Sulfate de potassium	0,50 g
NaOH 1 M	5,5 ml
Ethanol 96%	60 ml
Hexacyanoferrate de potassium	30 mg
Solution de fer (fer standard pour AAS)	2,5 ml

[0063] Tableau 1 – Composition de la solution modèle HAM

[0064] Le pH de la solution est de 3,1. La solution a été filtrée avec des filtres présentant un seuil de coupure de 0,45 μm (GE Healthcare Life Sciences) avant son utilisation. La solution hydroalcoolique a été préparée préalablement à chaque mesure.

[0065] L'instabilité de la fraction minérale au sein de la solution hydroalcoolique a été générée par l'ajout d'une solution de chlorure de calcium (CaCl_2) à 22 g.l^{-1} . L'ajout de calcium entraîne une complexation entre les composés hexacyanoferrate, fer et calcium, puis la précipitation des complexes formés. Cette solution hydroalcoolique minérale constitue donc un bon modèle pour étudier l'influence de l'ajout des gommés sur la prévention de cette instabilité minérale.

[0066] Les gommés ont été solubilisées comme décrit ci-avant.

[0067] Pour les échantillons de gomme Ghatti 2971/2, *A. senegal* OF192191, Combretum, et Karaya OF180064, les cinétiques de stabilité ont été suivies par des mesures de transmittance de la lumière dans le proche infrarouge ($\lambda = 880 \text{ nm}$) au travers de l'échantillon avec un dispositif Turbiscan Tower (Formulation), pour différentes concentrations en gomme (gamme comprise entre 0 et 1 g.l^{-1}). Les échantillons ont à cet effet été préparés pour contenir : 30 ml de solution HAM, 1 ml de solution de CaCl_2 (concentration finale 0,67 g/l) et 0 à 1 g/l de gomme.

[0068] Les mesures de stabilité ont été réalisées à 25°C dans l'obscurité. Les scans de transmittance ont été acquis sur une durée de 24 h.

[0069] Les données ont été analysées et traitées avec le logiciel TowerSoft-1.0.1.27

(Formulation). Les scans de transmittance acquis lors des mesures peuvent être analysés en calculant l'indice de stabilité Turbiscan (TSI, pour l'anglais Turbiscan Stability Index) selon l'équation ci-dessous :

[0070] [Math.1]

$$TSI = \sum_i \frac{\sum h |scan_i(h) - scan_{i-1}(h)|}{H}$$

[0071] dans laquelle H est la hauteur (zone définie par l'expérimentateur) de l'échantillon analysé et h est la variation de transmittance ou rétrodiffusion en chaque point de mesure sur l'ensemble de la hauteur H de l'échantillon.

[0072] Le calcul du TSI se fait directement à partir des données brutes. Le TSI correspond à la somme des variations de transmittance sur la hauteur H de l'échantillon (ensemble de l'échantillon ou zone définie par l'expérimentateur) entre le scan_i et le scan_{i-1}. Plus la valeur de TSI calculée est importante, plus le processus de déstabilisation au sein de l'échantillon est prononcé. Le calcul du TSI au cours du temps permet donc d'avoir accès à des cinétiques de déstabilisation.

[0073] Pour les échantillons de gomme Ghatti 2971/2, *A. senegal* OF192191, Huizache et Mesquite, les cinétiques de stabilité ont été établies par spectrophotométrie, pour différentes concentrations en gomme (gamme comprise entre 0 et 1 g.l⁻¹). Les échantillons ont à cet effet été préparés pour contenir : 1,82 ml de solution HAM, 0,06 ml de solution de CaCl₂ (concentration finale 0,67 g/l) et 0 à 1 g/l de gomme.

[0074] La densité optique (DO) a été mesurée juste après l'addition de la solution de CaCl₂. Cette mesure correspond au temps 0 (T₀). Les cuves ont été laissées en incubation dans une étuve à 25°C pendant 24 h à l'obscurité puis la densité optique a été mesurée de nouveau pour déterminer la DO à 24 h (T₂₄). La lecture a été réalisée à 880 nm au spectrophotomètre UV/VIS Ultrospec 2000 (Pharmacia Biotech). La valeur absolue des différences des densités optiques (T₀ de la solution sans gomme - T₂₄ de chaque échantillon), divisée par la (T₀-T₂₄) de la cuve sans gomme (ici nommé rapport R), a été tracée en fonction de la concentration en gomme.

[0075] Les résultats obtenus sont montrés sur la [Fig.1], pour l'analyse par spectrophotométrie, et sur la [Fig.2], pour l'analyse au Turbiscan à la température de 25 °C. On observe que la gomme ghatti est bien plus efficace que les autres gommes pour la stabilisation de la matière minérale de la solution modèle.

[0076] La concentration critique (CC), correspondant à la concentration minimale d'utilisation de la gomme nécessaire à la stabilisation de la fraction minérale de la solution modèle, est déterminée pour chacune des gommes testées. Les résultats obtenus sont indiqués dans le tableau 2 (les mêmes concentrations critiques sont obtenues pour les gommes ghatti et d'Acacia *senegal* quelle que soit la méthode de

mesure utilisée) :

[0077] [Tableaux2]

Gomme	Concentration critique (g/hl)
<i>A. senegal</i> OF192191	$9,0 \pm 0,003$
Ghatti 2971/2	$0,2 \pm 0,0005$
Mesquite	$4,0 \pm 0,0007$
Huizache	$5,0 \pm 0,01$
Karaya OF180064	$20,0 \pm 0,36$
Combretum	$210,0 \pm 0,07$

[0078] Tableau 2 – Concentrations critiques des gommes pour la stabilisation de la matière minérale dans la solution HAM

[0079] La concentration critique de gomme ghatti (0,2 g/hl) est particulièrement faible. Pour stabiliser la solution modèle, il faut notamment 40 fois moins de gomme ghatti que de gomme d'*A. senegal*.

B/ Stabilisation de matière colorante

[0080] Ces expériences ont été réalisées pour les gommes ghatti 2971/2, et *A. senegal* OF192191.

[0081] B.1/ Stabilisation de polyphénols

[0082] L'effet des gommes sur la stabilité colloïdale de la matière colorante a été évalué sur une solution hydroalcoolique modèle contenant des polyphénols (HAP), préparée à partir de la solution hydroalcoolique de composition indiquée dans le tableau 3 :

[0083] [Tableaux3]

Composant	Quantité
Eau Milli-Q	434 ml
Acide tartrique	1,36 g
Sulfate de potassium	0,45 g
NaOH 1 M	6 ml
Ethanol 96%	60 ml

[0084] Tableau 3 – Composition de la solution modèle HAP (hors polyphénols)

[0085] Les polyphénols (sous forme de marc de raisin) ont été solubilisés à une concentration de 24 g.l^{-1} dans cette solution hydroalcoolique

[0086] Le pH de la solution est de 3,5. La solution est filtrée avec des filtres présentant un seuil de coupure de $0,45 \mu\text{m}$ (GE Healthcare Life Sciences) avant son utilisation.

- [0087] L'instabilité des polyphénols dans la matrice hydroalcoolique a été induite par le froid à 10°C. L'influence des gommes sur la stabilité des polyphénols a été étudiée pour une concentration finale en polyphénols de 3 g.l⁻¹ et une gamme de concentration de gomme comprise entre 0 et 1 g.l⁻¹. Les échantillons ont été préparés pour contenir : 2 ml de solution de gomme (concentration finale 0 à 1 g/l), 2,5 ml de solution de polyphénols (concentration finale 3 g/l) et la quantité suffisante de la solution hydroalcoolique présentée dans le tableau 2 pour obtenir un volume total de 20 ml.
- [0088] Les analyses de cinétique de stabilité ont été réalisées à l'aide d'un dispositif Turbiscan Tower comme indiqué dans la partie A/ ci-dessus relative à la stabilisation minérale, à la température de 10 °C, à l'exception de la durée d'acquisition des scans de transmittance qui a été de 48 h.
- [0089] Les résultats obtenus sont montrés sur la [Fig.3]. On observe une diminution de la valeur du TSI quand on augmente la concentration de la gomme. Les CC déterminées pour les gommes d'*A. senegal* OF192191 et Ghatti 2971/2 sont respectivement de 0,045 g/l et 0,006 g/l. La concentration critique pour la gomme ghatti est ainsi 7,5 fois plus faible que celle de la gomme d'*A. senegal*.
- [0090] B.2/ Stabilité de matière colorante
- [0091] L'effet des gommes sur la stabilité colloïdale de la matière colorante a été évalué sur une solution hydroalcoolique modèle S29-SO₂ de composition indiquée dans le tableau 4. L'apparition d'un trouble plus ou moins important après incubation à froid d'une telle solution renseigne sur l'instabilité de la matière colorante du vin.
- [0092] [Tableaux4]

Composant	Quantité
Eau purifiée	QSP 1000 ml
Acide Tartrique	4 g
Solution de Fer (fer standard pour AAS) à 1 g/l	3 ml
Solution de Cuivre (cuivre standard pour AAS) à 1 g/l	0,3 ml
Marc de raisin	3 g
Albumine de sérum bovin (BSA)	100 mg
Hydroxyde de Sodium 1N	25 ml
Chlorure de potassium	0,6 g
Solution de SO ₂ à 10%	0,3 ml
Ethanol 96%	120 ml

[0093] Tableau 4 – Composition de la solution modèle S29-SO₂

[0094] La solution de SO₂ à 10% a préalablement été obtenue par solubilisation de méta-

bisulfite de potassium et de SO₂ gazeux dans une solution aqueuse à pH 4,75.

[0095] Après dissolution de chaque constituant, la fiole a été dûment complétée et laissée sous agitation magnétique pendant 24 h, ensuite la solution a été filtrée sur filtre de polyéthersulfone (PES) de seuil de coupure 0,45 µm.

[0096] 3 concentrations de gomme dans la solution modèle S29-SO₂ ont été étudiées : 0,05, 0,1 et 0,2 g/l. Chaque point de la gamme a été réalisé en double selon les quantités montrés dans le tableau 5 :

[0097] [Tableaux5]

Concentrations finales en g/l de gomme	0 (Témoin)	0,05	0,1	0,2
Volume de solution modèle S29-SO ₂ (ml)	25	25	25	25
Volume de solution de gomme à 20 g/l (ml)	0	0,075	0,15	0,3
Solution modèle S29-SO ₂ (ml)	QSP 30	QSP 30	QSP 30	QSP 30

[0098] Tableau 5 – Modalités testées pour le test de stabilité de la matière colorante

[0099] La turbidité de chaque modalité ci-dessus est ensuite mesurée avec un turbidimètre 2100Q portable HACH (Turb1). Au bout de 24 h à température ambiante, les échantillons sont placés à +4°C pendant 48 h. Après ce temps écoulé, le flacon est sorti et agité énergiquement pour remettre en suspension le dépôt éventuellement formé puis placé à température ambiante pendant 10 min avant de mesurer à nouveau la turbidité (Turb2). On en déduit le % de réduction de l'instabilité de la matière colorante contenue dans la solution hydroalcoolique modèle traitée, par rapport à la solution modèle non traitée, après ces 48 h à 4 °C. L'impact du produit est considéré comme efficace si ce % de réduction est supérieur ou égal à 50 %.

[0100] Les résultats obtenus, en termes de pourcentage de réduction de l'instabilité de la matière colorante, par rapport à la solution non traitée, sont montrés sur la [Fig.4]. Ces résultats montrent que la gomme ghatti est très efficace dès 0,05 g/l avec une diminution de l'instabilité d'environ 65 %, tandis que la gomme d'A. *senegal* présente une diminution à 0,05 g/l de 29 % seulement, soit moins de la moitié de la réduction obtenue à cette concentration avec la gomme ghatti.

[0101] Ces résultats achèvent de démontrer que la gomme ghatti est efficace à des doses bien plus faibles que la gomme d'Acacia *senegal* pour la stabilisation de la matière colorante dans cette solution modèle.

C/ Test de cristallisation

[0102] L'effet de la gomme Ghatti 2971/2 en combinaison avec le polyaspartate de

potassium (KPA) ou la CMC (CarboxyMéthylCellulose, Celstab) sur la stabilité colloïdale de la matière colorante et des sels de l'acide tartrique a été évalué sur la solution hydroalcoolique modèle S29-SO₂ décrite dans la partie B.2/ ci-dessus.

- [0103] Le test de cristallisation renseigne sur la présence ou l'absence d'un dépôt cristallin et donc sur une instabilité vis-à-vis du froid des sels de l'acide tartrique de la solution modèle, dont le comportement est similaire à celui que l'on pourrait observer dans les vins rouges. Il consiste à observer la présence ou non de résidus de matière colorante et de bitartrate de potassium dans cette solution après passage au froid pendant 6 jours à -4°C. 10 min après la sortie du froid, une mesure de turbidité est effectuée sur la solution modèle puis une filtration est réalisée pour permettre l'observation éventuelle de cristaux. Ce test permet d'évaluer à la fois la stabilité de la matière colorante et celle des sels de l'acide tartrique.
- [0104] Les échantillons de gommages ont été préparés comme indiqué dans la partie B.2/ ci-dessus.
- [0105] 3 concentrations de gomme dans la solution modèle S29-SO₂ ont été étudiées : 0,05, 0,1 et 0,2 g/l. La concentration de KPA ou de CMC y a en outre été fixée à 0,1 g/l.
- [0106] Pour chacune des modalités, après 24 h à température ambiante, les solutions traitées ont été placées pendant 6 jours à -4°C. Chaque échantillon a ensuite été agité énergiquement puis laissé 10 min à température ambiante. Ce délai passé, une mesure de turbidité a été réalisée puis la composition a été entièrement filtrée sur filtre en fibre de verre avec liant avec une taille de pores de 2,0 µm et un diamètre de 47 mm (AP2504700, Merck Millipore). Une observation des filtres a été réalisée pour y détecter la présence de cristaux et/ou de matière colorante (couleur, résidu de matière colorante et résidu des cristaux). Un témoin non traité a également été réalisé. Des solutions modèles contenant uniquement du KPA ou de la CMC ont en outre également été soumises au même test.
- [0107] Les résultats obtenus sont montrés dans le tableau 6 :

[0108] [Tableaux6]

	Turbidité (NTU)	Cristaux sur le filtre	Matière colorante sur le filtre
Témoin non traité	994	Présence très forte	Présence très forte
KPA seul	915	Absence	Présence très forte
CMC seule	> 1000	Absence	Présence très forte
Ghatti 0,05 g/l + KPA	615	Absence	Absence
Ghatti 0,1 g/l + KPA	670	Absence	Absence
Ghatti 0,2 g/l + KPA	510	Absence	Absence
Ghatti 0,05 g/l + CMC	390	Absence	Absence
Ghatti 0,1 g/l + CMC	375	Absence	Absence
Ghatti 0,2 g/l + CMC	305	Absence	Absence

[0109] Tableau 6 – Résultats du test de cristallisation

[0110] Dans le témoin, en absence de la gomme et de KPA ou CMC, on observe la formation et le dépôt sur le filtre de cristaux et de résidus de matière colorante. Les témoins positifs avec les inhibiteurs usuels de la cristallisation, le polyaspartate de potassium et la CMC, montrent l'absence de cristaux mais la présence de résidus de matière colorante sur le filtre.

[0111] Pour les combinaisons de la CMC ou du polyaspartate de potassium (KPA) avec la gomme ghatti, une bonne stabilité colloïdale des solutions a été obtenue tant pour la matière colorante que pour les sels de l'acide tartrique.

D/ Essais sur vin rouge

[0112] Ces essais ont été réalisés sur des échantillons de vin rouge de Bordeaux « Les vigneron réunis de Monségur », pour les gommes Ghatti BR2971/1, Ghatti 2971/2, *A. senegal* BR180246, *A. senegal* OF192191 et *A. senegal* OF202510.

[0113] D.1/ Indice de colmatage

[0114] Cet essai a été réalisé pour les gommes Ghatti BR2971/1, Ghatti 2971/2, *A. senegal* BR180246, *A. senegal* OF192191.

[0115] Avant la filtration finale d'un vin sur membrane, il est nécessaire d'apprécier la filtrabilité de ce dernier, c'est-à-dire, sa facilité à être filtré. Ceci est réalisé par la détermination de son indice de colmatage (IC).

[0116] Le vin utilisé a été préalablement filtré sur préfiltre en fibre de verre avec liant pour une porosité nominale de 2,5 µm, puis sur membrane en PSE avec une taille des pores de 0,45 µm, afin d'atteindre une turbidité du vin inférieure ou égale à 1 NTU. Le vin a été réparti dans des flacons de 450 ml et ensuite traité avec les gommes, à différentes

concentrations comprises entre 0,01 et 10 g/hl, en introduisant dans le vin la quantité adéquate d'une solution de gomme à 2 % p/v avec SO₂ 6%, préparée comme suit : 2 g de gomme (en matière sèche) ont été solubilisés sous agitation pendant 16 h à température ambiante dans de l'eau du robinet (90 ml) en présence de SO₂ 6% (6 ml). Après solubilisation, les échantillons ont été centrifugés à 5000 tr/min pendant 10 min à 20 °C. Une solution de SO₂ à 6 % commercialisée par la société Laffort sous le nom Solution Sulfureuse 6 a été utilisée.

- [0117] Après 24 h de contact à température ambiante, l'IC a été mesuré pour chaque modalité, par filtration de 450 ml de vin sur une membrane Pall Ultipor N (porosité 0,65 µm, média filtrant nylon et diamètre 25 mm) à 2 bars de pression et à une température de 20 °C.
- [0118] A l'aide d'un chronomètre, le temps écoulé à 200 ml de vin filtré (T2, en s) et le temps écoulé à 400 ml de vin filtré (T4, en s) ont été mesurés. L'indice de colmatage est alors calculé par la formule : $IC = (T4 - 2 \times T2) \times 1,66$. Un témoin sans gomme a également été soumis au même test.
- [0119] A partir des résultats obtenus pour l'IC, l'intensité de variation de l'indice de colmatage (IVIC) a été calculée pour chaque modalité avec la formule suivante : $IVIC = (IC \text{ obtenu avec le vin traité} / IC \text{ du vin témoin})$. Un produit est considéré comme peu colmatant, et filtrable pour la mise en bouteille, si la valeur de l'IVIC est inférieure à 3. L'IVIC du témoin est par définition égale à 1.
- [0120] Les résultats obtenus sont montrés dans le tableau 7 :

[0121] [Tableaux7]

Gomme et concentration	IC	IVIC
Ghatti 2971/2 - 0,01 g/hl	44,8	1,1
Ghatti 2971/2 - 0,05 g/hl	43,2	1,0
Ghatti 2971/2 - 0,25 g/hl	48,1	1,2
Ghatti 2971/2 - 0,5 g/hl	49,8	1,2
Ghatti 2971/2 – 1 g/hl	51,5	1,9
Ghatti 2971/2 - 2,5 g/hl	53,1	2,0
Ghatti 2971/2 – 5 g/hl	66,4	2,5
Ghatti 2971/2 – 10 g/hl	127,8	4,8
Ghatti BR2971/1 - 0,01 g/hl	41,5	1,0
Ghatti BR2971/1 - 0,05 g/hl	46,5	1,1
Ghatti BR2971/1 - 0,25 g/hl	48,1	1,2
Ghatti BR2971/1 - 0,5 g/hl	49,8	1,2
Ghatti BR2971/1 – 1 g/hl	58,1	1,4
Ghatti BR2971/1 - 2,5 g/hl	89,6	2,3
<i>A. senegal</i> OF192191 - 5 g/hl	58,1	1,4
<i>A. senegal</i> OF192191 – 10 g/hl	73,1	1,7
<i>A. senegal</i> BR180246 - 5 g/hl	134,5	3,2
<i>A. senegal</i> BR180246 – 10 g/hl	148,6	3,7

[0122] Tableau 7 – Résultats du test de colmatage

[0123] Comme on peut l’observer, pour les concentrations inférieures ou égales à 5 g/hl, on obtient pour la gomme ghatti, brute ou atomisée, un IC inférieur à 90 et un IVIC inférieur à 3, témoignant d’une bonne filtrabilité du vin et d’une absence de colmatage de la membrane de filtration.

[0124] D.2/ Stabilité de la matière colorante après filtration

[0125] Les échantillons de vin filtrés obtenus au point D.1/ ci-dessus ont été soumis à un test de stabilité de la matière colorante tel que décrit au point B.2/ ci-dessus.

[0126] Les résultats obtenus sont montrés sur le tableau 8 :

[0127] [Tableaux8]

Gomme et concentration	% de réduction de l'instabilité de la matière colorante du vin
Ghatti 2971/2 - 0,01 g/hl	11,6±1,1
Ghatti 2971/2 - 0,05 g/hl	26,1±0,6
Ghatti 2971/2 - 0,25 g/hl	48,9±0,3
Ghatti 2971/2 - 0,5 g/hl	62,4±0,5
Ghatti 2971/2 - 1 g/hl	75,1±0,2
Ghatti 2971/2 - 2,5 g/hl	83,1±0,1
Ghatti 2971/2 - 5 g/hl	88,1±0,3
Ghatti 2971/2 - 10 g/hl	93,6±0,4
Ghatti BR2971/1 - 0,01 g/hl	13,5±0,5
Ghatti BR2971/1 - 0,05 g/hl	24,6±0,0
Ghatti BR2971/1 - 0,25 g/hl	49,6±0,3
Ghatti BR2971/1 - 0,5 g/hl	61,6±0,9
Ghatti BR2971/1 - 1 g/hl	70,5±1,0
Ghatti BR2971/1 - 2,5 g/hl	82,6±0,2
Ghatti BR2971/1 - 5 g/hl	86,2±0,6
Ghatti BR2971/1 - 10 g/hl	93,2±0,1
<i>A. senegal</i> OF192191 - 0,5 g/hl	12,7±0,5
<i>A. senegal</i> OF192191 - 1 g/hl	23,4±1,8
<i>A. senegal</i> OF192191 - 2,5 g/hl	40,3±0,1
<i>A. senegal</i> OF192191 - 5 g/hl	59,3±1,1
<i>A. senegal</i> OF192191 - 10 g/hl	74,9±1,3
<i>A. senegal</i> BR180246 - 0,5 g/hl	13,5±0,6
<i>A. senegal</i> BR180246 - 1 g/hl	26,5±1,3
<i>A. senegal</i> BR180246 - 2,5 g/hl	44,0±1,2
<i>A. senegal</i> BR180246 - 5 g/hl	64,2±0,9
<i>A. senegal</i> BR180246 - 10 g/hl	77,2±0,1

[0128] Tableau 8 – Résultats du test de stabilisation de la matière colorante après filtration du vin

- [0129] Ces résultats montrent que les gommages ghatti présentent une performance acceptable dès 0,05 g/hl avec une diminution de l'instabilité supérieure à 20 %, sont efficaces dès 0,25 g/hl, avec une diminution de l'instabilité d'environ 50 % et plus, et très efficaces pour les concentrations supérieures ou égales à 1 g/hl, avec une diminution de l'instabilité d'environ 70 % et plus. Les gommages d'*A. senegal* présentent une diminution de l'instabilité bien moindre à des doses équivalentes.
- [0130] Cette différence d'efficacité des gommages ghatti et d'*A. senegal* sur la réduction de l'instabilité de la matière colorante du vin est nettement visible sur la [Fig.5], qui montre les résultats obtenus pour les gommages atomisés Ghatti 2971/2 et *A. senegal* OF192191.
- [0131] D.3/ Dégustation
- [0132] Une dégustation à l'aveugle d'échantillons de vins filtrés obtenus comme décrit en D.2/ ci-dessus, pour des concentrations en gommages de 10 g/hl, bien supérieures à la concentration minimale de la gomme ghatti nécessaire à la stabilisation colloïdale de la matière colorante du vin, par un panel de dégustateurs non experts, a été réalisée pour évaluer l'impact organoleptique (visuel, aromatique, gustatif) de l'ajout de la gomme ghatti dans le vin.
- [0133] Le panel n'a pas trouvé de différence visuelle sur la couleur, et pour la majorité pas de différence d'arôme, entre les différents échantillons testés. Le vin additionné avec la gomme ghatti brute a notamment été très bien perçu sur le plan gustatif.
- [0134] L'ensemble de ces résultats démontre que, dans les conditions mises en œuvre, la gomme ghatti stabilise efficacement la matière colorante du vin rouge à de faibles doses, bien inférieures à celles requises pour les gommages d'*A. senegal*, doses auxquelles elles n'impactent pas de manière significative la filtrabilité du vin, ni ses propriétés organoleptiques.
- [0135] **E/ Impact du dioxyde de soufre sur l'efficacité et la filtrabilité du vin rouge traité par la gomme ghatti**
- [0136] Ces expériences ont été réalisées pour la gomme Ghatti 3008/2 et le même vin rouge que dans l'exemple D/.
- [0137] Le dioxyde de soufre ajouté aux gommages à différentes concentrations est issu :
- d'une solution sulfureuse à 6% commercialisée par la société Laffort sous le nom Solution Sulfureuse 6,
 - ou d'une solution sulfureuse à 10% commercialisée par la société Laffort sous le nom Solution Sulfureuse 10, ayant été obtenue par solubilisation de métabisulfite de potassium et de SO₂ gazeux dans une solution aqueuse à pH 4,75.
- [0138] La gomme a été solubilisée à 2% p/v dans l'eau du robinet (pH 7,19) sans ou avec différents volumes de solution sulfureuse permettant d'obtenir différentes concentrations en dioxyde de soufre comprises entre 0,5 et 4 g/l dans la préparation ainsi

obtenue. Les préparations résultantes ont été agitées mécaniquement pendant 24 h et le pH a été mesuré. L'addition de dioxyde de soufre a provoqué une acidification des solutions.

[0139] E.1/ Indice de colmatage

[0140] Le vin rouge Monségur a été traité par chacune des préparations ci-dessus, en quantité adéquate pour y introduire une concentration de 1 g/hl de gomme. Une mesure de l'indice de colmatage a été effectuée sur chaque préparation après 48 h de traitement à température ambiante. Les résultats des indices de colmatage IC et d'IVIC obtenu sont présentés dans le tableau 9 :

[0141] [Tableaux9]

Modalité	IC	IVIC
Témoin sans gomme	39	1
Gomme + 0,5 g/l SO ₂ (6%)	49,8	1,4
Gomme + 1 g/l SO ₂ (6%)	56,4	1,4
Gomme + 2 g/l SO ₂ (6%)	53,1	1,3
Gomme + 4 g/l SO ₂ (6 %)	43,2	1,1
Gomme + 0,5 g/l SO ₂ (10%)	54,8	1,4
Gomme + 1 g/l SO ₂ (10%)	54,8	1,4
Gomme + 2 g/l SO ₂ (10%)	53,1	1,5
Gomme + 4 g/l SO ₂ (10%)	56,4	1,4

[0142] Tableau 9 – Résultats du test de colmatage sur vin rouge traité par gomme ghatti et SO₂

[0143] On observe que le vin rouge traité par la préparation contenant la gomme et du SO₂ dans la plage de concentration de 0,5 à 4 g/l présente un faible pouvoir colmatant, quelle que soit l'origine du SO₂ (solution sulfureuse à 6% ou solution sulfureuse à 10%).

[0144] E.2/ Stabilité de matière colorante

[0145] Une analyse de stabilité de la matière colorante a été réalisée, selon le protocole indiqué au point B.2/ ci-dessus, sur les vins rouges traités par les préparations à base de gomme ghatti et de dioxyde de soufre. A titre comparatif, la même expérience a été réalisée avec la gomme *A. senegal* OF202510.

[0146] Les résultats obtenus, exprimés en termes de % de diminution de l'instabilité de la matière colorante, sont montrés sur la [Fig.6] pour les préparations à base de SO₂ 6% et sur la [Fig.7] pour les préparations à base de SO₂ 10%.

[0147] On observe que le sulfitage de la solution de gomme ghatti, par une solution de SO₂ à

6%, n'a pas d'impact négatif sur son pouvoir de stabilisation de la matière colorante du vin rouge. Le pourcentage de diminution de l'instabilité est maintenu autour de 89% quelle que soit la concentration de SO₂ testée. Ce pourcentage est toujours plus élevé que celui obtenu avec la gomme d'*Acacia senegal*. Dans le cas d'un sulfitage à l'aide de la solution de SO₂ à 10%, une légère diminution du pouvoir de stabilisation de la gomme ghatti est observée aux concentrations supérieures à 2 g/l.

F/ Essais sur d'autres vins rouges

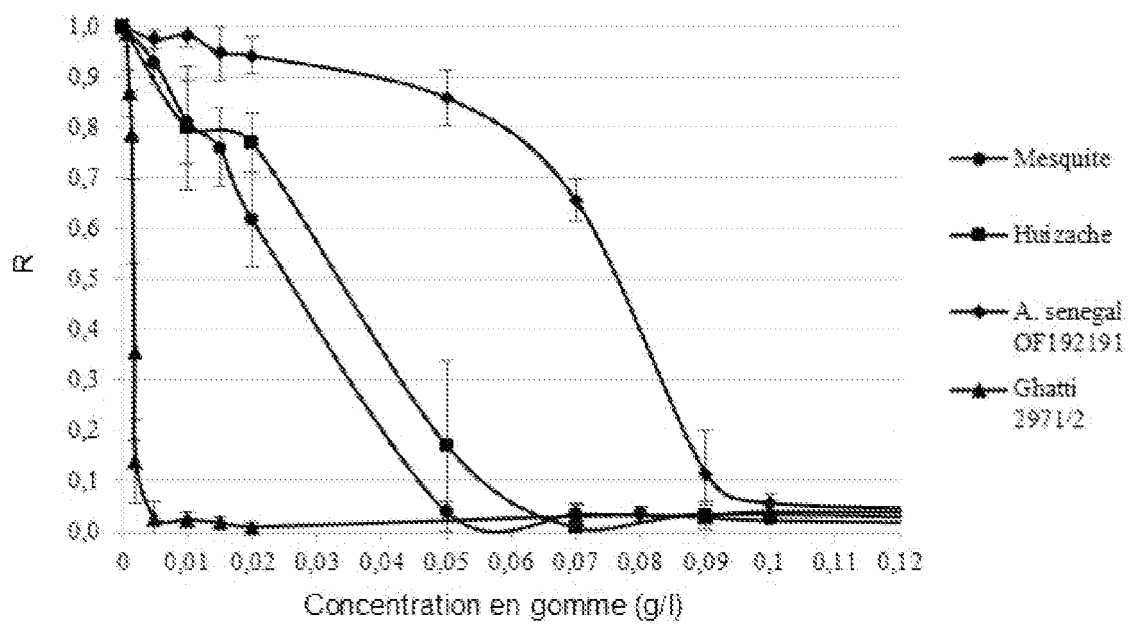
- [0148] L'efficacité de la gomme Ghatti 3008/2 et de la gomme *A. senegal* OF202510 sur la stabilité de la matière colorante a été évaluée pour trois vins rouges différents issus des vignobles Ducourt : les vins R9 et R17 sont des millésimes 2020, et le vin R12 est un millésime 2021.
- [0149] A cet effet, la gomme Ghatti 3008/2 a été solubilisée à la concentration de 2 % p/v dans l'eau du robinet sulfitée à 2,0 g/l (par une solution sulfureuse à 6 %), et la gomme *A. senegal* OF202510 a été solubilisée à la concentration de 10 % p/v dans l'eau du robinet sulfitée à 2,0 g/l (par une solution sulfureuse à 6 %). Afin d'obtenir une solubilisation maximale, les préparations ont été laissées plusieurs heures en flacon fermé et sous agitation, puis filtrées sur cartouche Sartorius® de porosité 0,65 µm.
- [0150] Les préparations ont été introduites dans les vins dans des doses adéquates pour y obtenir des concentrations en gomme ghatti respectivement de 0,01, 0,05, 0,1, 0,25, 0,5, 1 et 5 g/hl, ou en gomme *A. senegal* respectivement de 1, 5 et 10 g/hl.
- [0151] La durée de traitement a été de 24 h à température ambiante, puis un test de stabilité de la matière colorante a été réalisé selon le protocole suivant : la turbidité du vin filtré sur membrane de porosité 0,45 µm (PES) a été mesurée avant et après passage à +4°C pendant 48 h. La différence de ces 2 turbidités (Δ NTU) représente le degré d'instabilité de la matière colorante du vin. Les analyses ont été réalisées en duplicata.
- [0152] Les résultats obtenus sont montrés sur la [Fig.8] pour le vin R17, la [Fig.9] pour le vin R9 et sur la [Fig.10] pour le vin R12. Ils confirment que la gomme ghatti présente une efficacité de stabilisation de la matière colorante des vins rouges équivalente à celle de la gomme d'*A. senegal* à des concentrations 10 à 20 fois inférieures.

Revendications

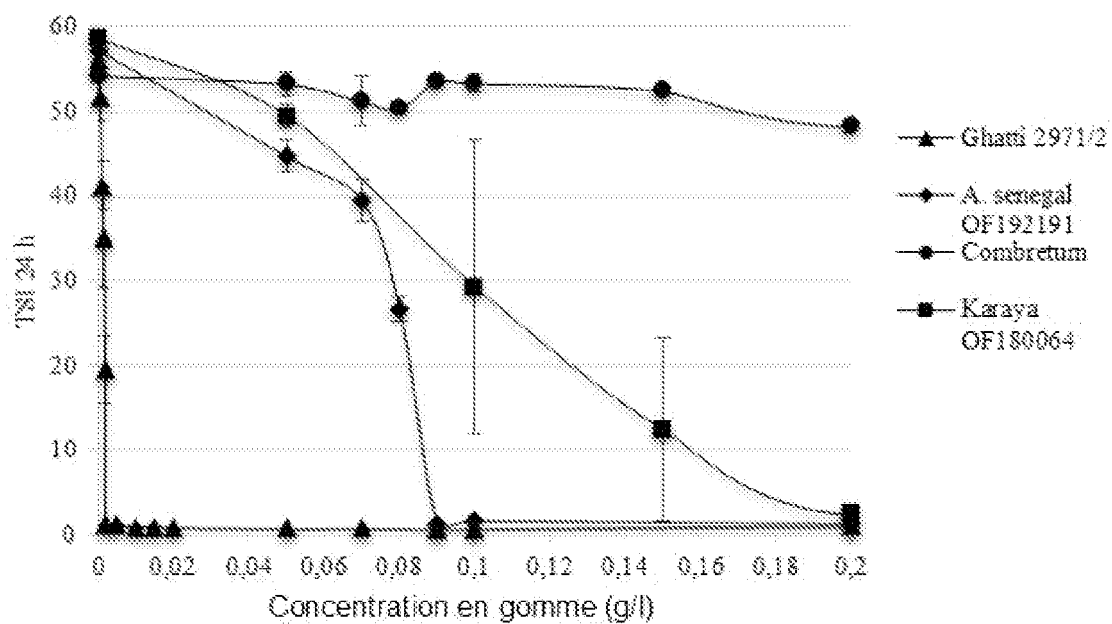
- [Revendication 1] Procédé de traitement d'un vin en vue d'en améliorer la stabilité colloïdale, caractérisé en ce qu'il comprend l'incorporation de gomme ghatti dans ledit vin lors de son élaboration.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1, selon lequel la gomme ghatti est incorporée dans ledit vin à une concentration comprise entre 0,05 et 5 g/hl.
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 1 ou 2, selon lequel ladite incorporation de gomme ghatti dans ledit vin est réalisée, dans un processus d'élaboration dudit vin, après une étape de fermentation alcoolique et avant une étape de mise en bouteille.
- [Revendication 4] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, comprenant l'introduction dans ledit vin d'un inhibiteur de cristallisation de l'acide tartrique.
- [Revendication 5] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, selon lequel l'incorporation de gomme ghatti dans ledit vin est réalisée par introduction dans ledit vin d'une préparation contenant de la gomme ghatti en mélange avec du dioxyde de soufre dans une solution aqueuse.
- [Revendication 6] Procédé selon la revendication 5, selon lequel ladite préparation contient 0,5 à 5 % en poids de gomme ghatti par rapport au volume de ladite préparation.
- [Revendication 7] Procédé selon la revendication 5 ou 6, selon lequel ladite préparation est introduite dans ledit vin à une dose comprise entre 1 et 1000 ml/hl.
- [Revendication 8] Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, selon lequel ladite préparation contient 0,5 à 4 g/l de dioxyde de soufre.
- [Revendication 9] Préparation pour le traitement d'un vin, caractérisée en ce qu'elle contient de la gomme ghatti en mélange avec du dioxyde de soufre dans une solution aqueuse.
- [Revendication 10] Préparation selon la revendication 9, contenant 0,5 à 5 % en poids de gomme ghatti par rapport au volume de ladite préparation.
- [Revendication 11] Préparation selon la revendication 9 ou 10, contenant 0,5 à 4 g/l de dioxyde de soufre.
- [Revendication 12] Utilisation de gomme ghatti ou d'une préparation selon l'une quelconque des revendications 9 à 11 pour le traitement d'un vin en vue d'en améliorer la stabilité colloïdale.
- [Revendication 13] Utilisation selon la revendication 12, pour améliorer la stabilité de la matière colorante dudit vin.

- [Revendication 14] Kit pour le traitement d'un vin en vue d'en améliorer la stabilité colloïdale, comprenant :
- de la gomme ghatti sous forme solide,
 - une solution aqueuse de dioxyde de soufre,
 - et des instructions pour produire une préparation selon l'une quelconque des revendications 9 à 11.

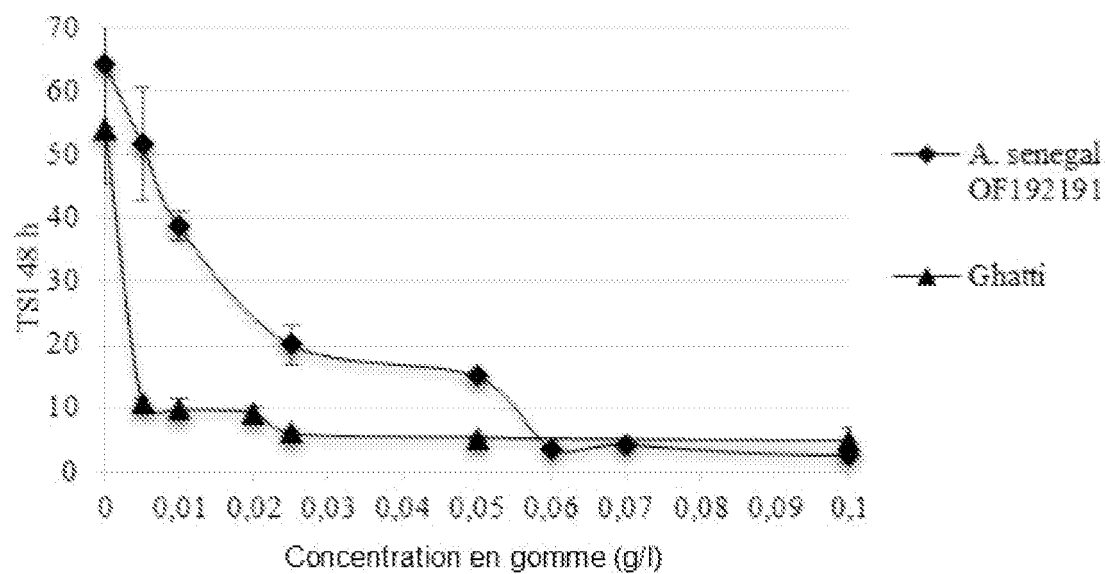
[Fig. 1]



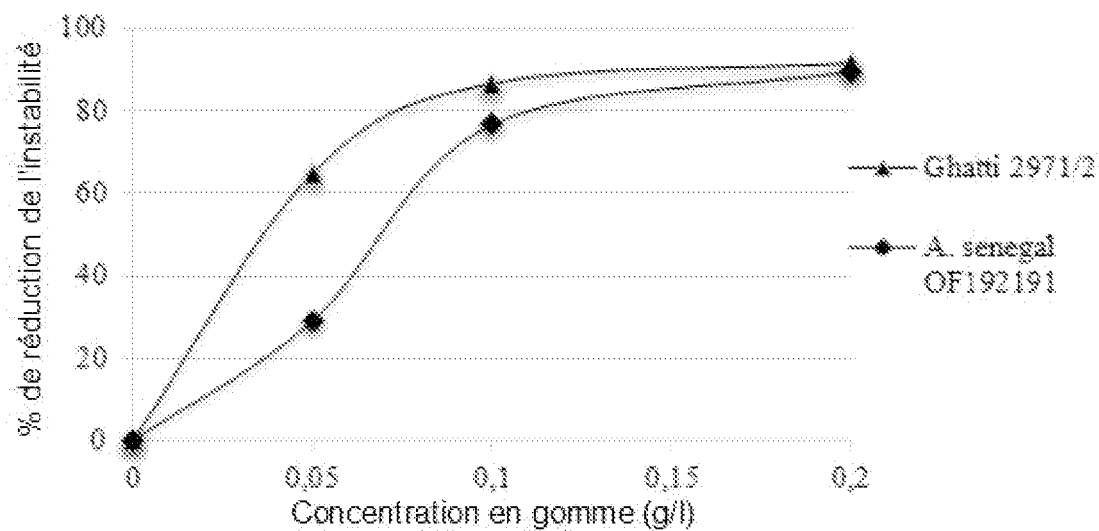
[Fig. 2]



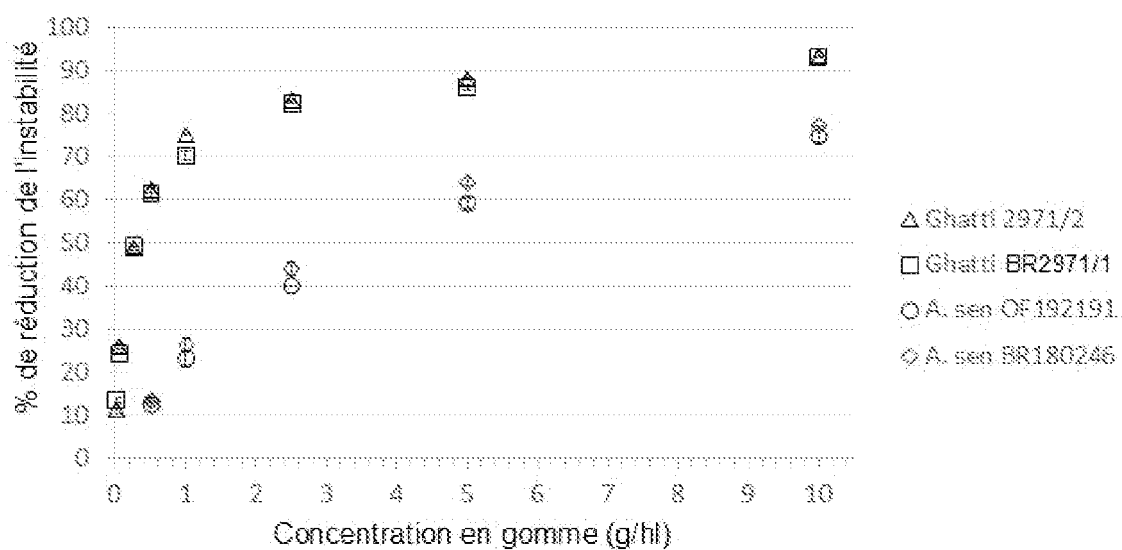
[Fig. 3]



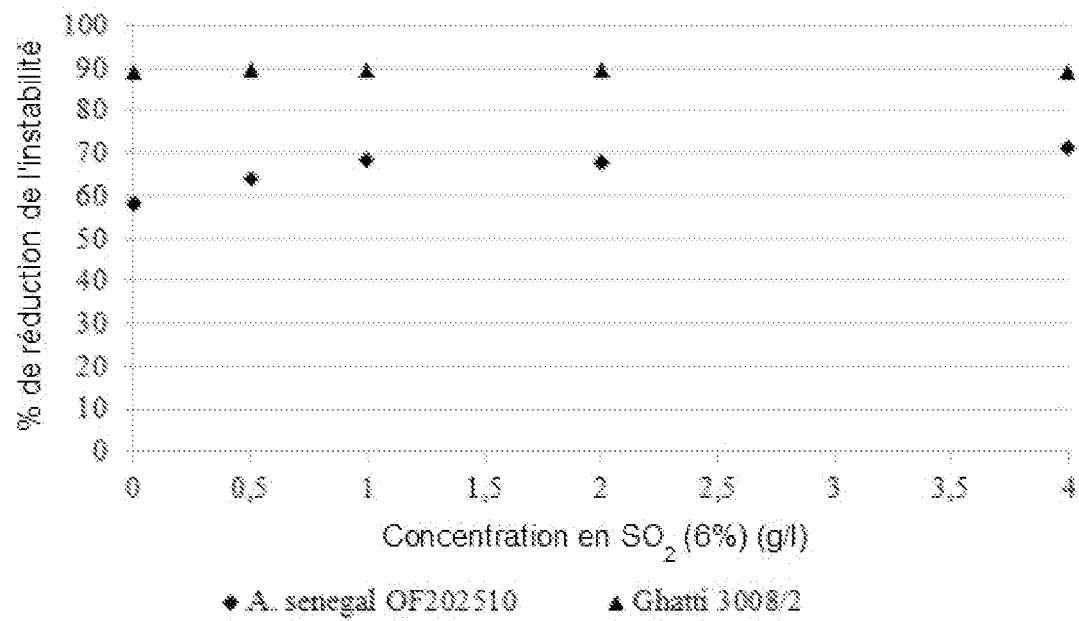
[Fig. 4]



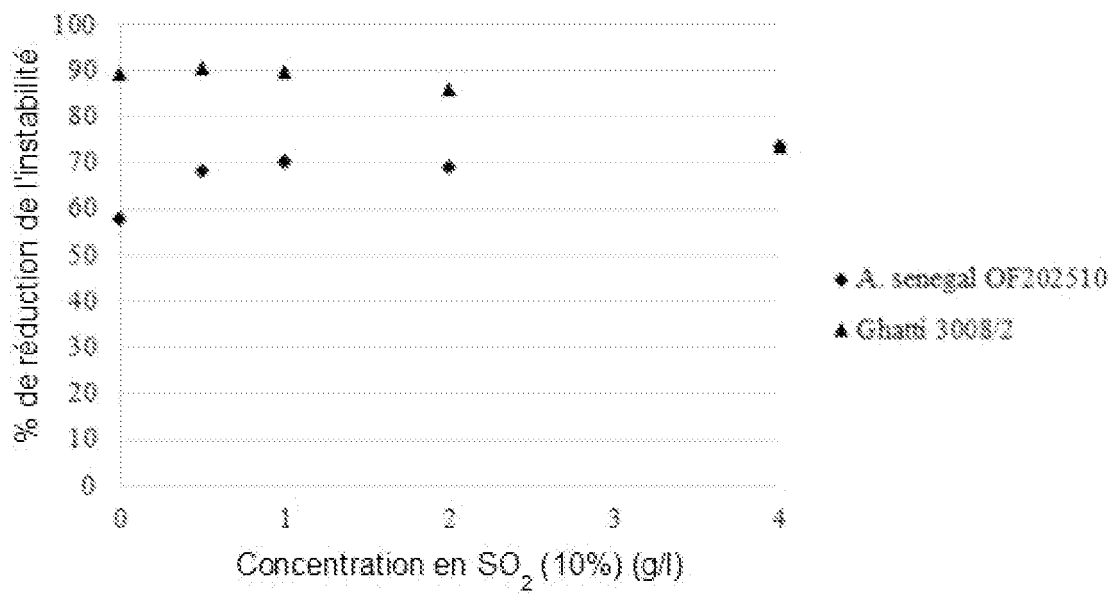
[Fig. 5]



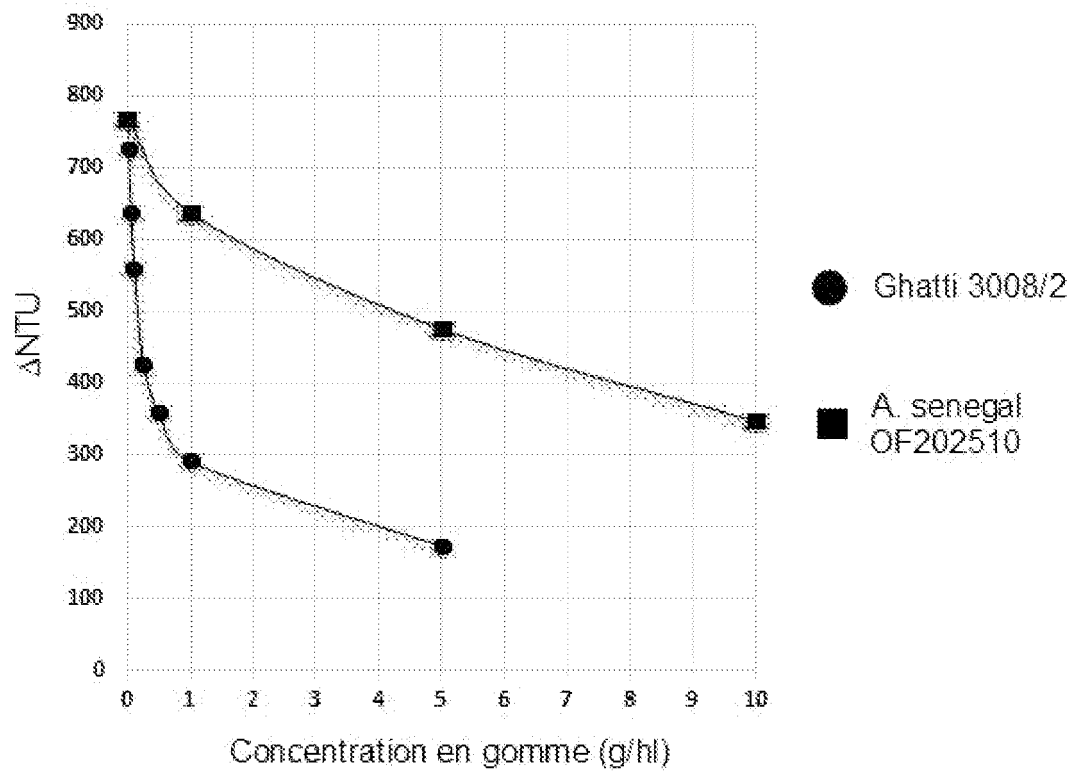
[Fig. 6]



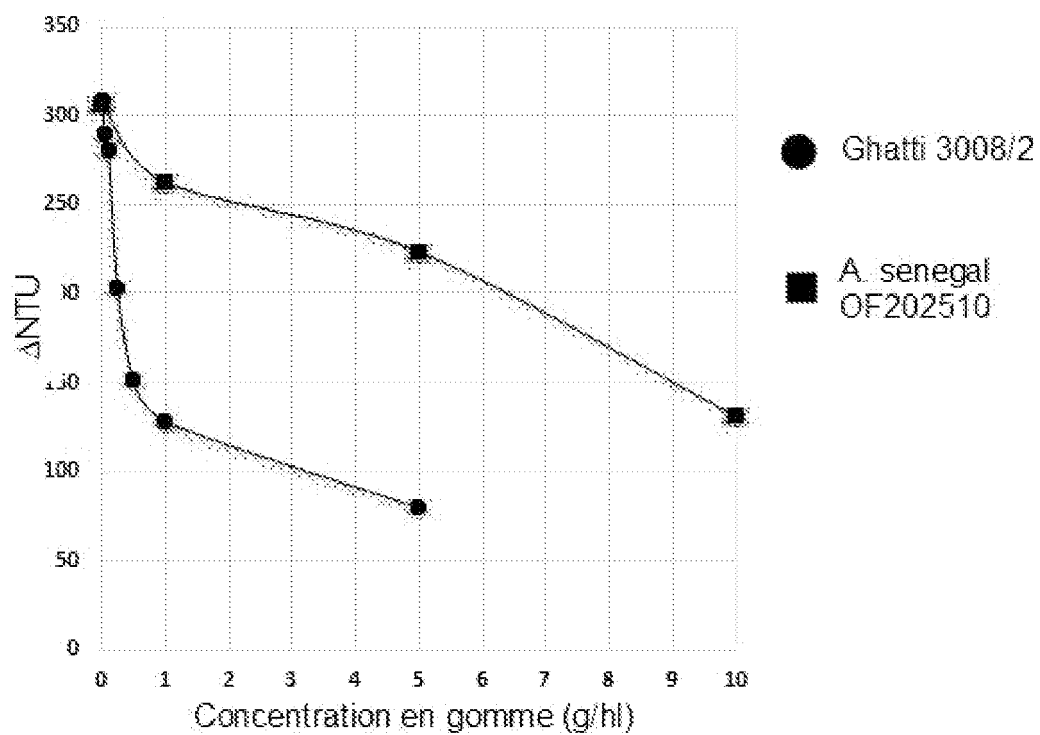
[Fig. 7]



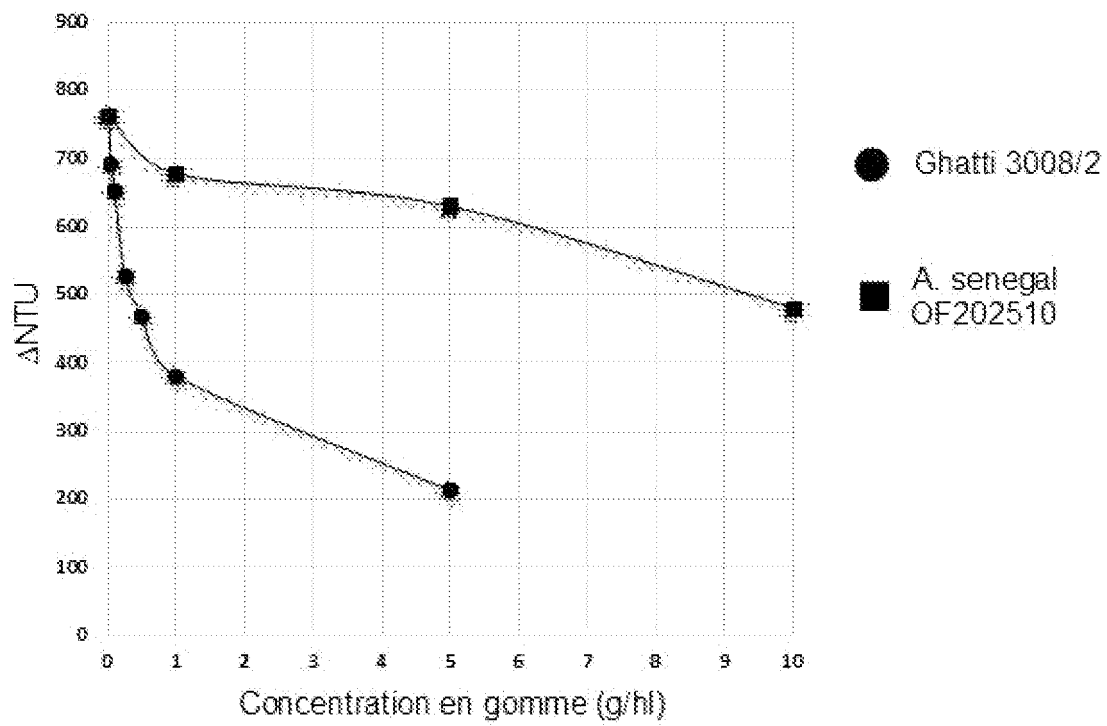
[Fig. 8]



[Fig. 9]



[Fig. 10]



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 904102
FR 2202356

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	VINEET AMAR ET AL: "An Introduction to Gum Ghatti: Another Proteinaceous Gumstaff/SaphwanAl-assaf View project", FFI JOURNAL, vol. 211, no. 3, 1 janvier 2006 (2006-01-01), pages 275-279, XP055968343,	1, 2, 4, 12, 13	C12G1/12 C12H1/10 C08B37/00
Y	* page 211 *	1-14	
X	Anonymous: "Kapadia Gum Industries Pvt. Ltd. :", / 27 août 2008 (2008-08-27), XP055968349, Extrait de l'Internet: URL:https://web.archive.org/web/20080827214443/http://www.kapadiagum.com/gumghatti.htm [extrait le 2022-10-05]	1, 2, 4, 12, 13	
Y	* le document en entier *	1-14	
X	US 2014/370154 A1 (SAKATA MAKOTO [JP] ET AL) 18 décembre 2014 (2014-12-18)	1, 2, 4, 12, 13	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Y	* le document en entier *	1-14	A23L C12G
Y	Anonym: "ARABAN SUPER GUM ARABIC FOR THE COLLOIDAL STABILIZATION OF WINES" In: "Enologica Vason", 1 janvier 2013 (2013-01-01), XP055968638, Extrait de l'Internet: URL:https://bsgcrafft.com/Resources/Tech_Sheets/Araban%20Super.pdf> * le document en entier *	1-14	
	----- -/--		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
6 octobre 2022		Merel-Rausch, Eva	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 904102
FR 2202356

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	Anonym: "Gomixel" In: "Gomixel", 1 janvier 2020 (2020-01-01), XP055968639, Extrait de l'Internet: URL:https://www.martinvalatte.com/wp-cont ent/uploads/pdfs/FT/FT_MV_GOMIXEL_EN.pdf> * le document en entier * -----	1-14	
Y	DLUZ E ET AL: "EFFECT OF GUM ARABIC AND GUM GHATTI ON THE STABILITY OF BEVERAGE EMULSIONS INtRODUctION", ITAL. J. FOOD SCI., vol. 26, 1 janvier 2014 (2014-01-01), pages 142-147, XP055968641, * page 147 * -----	1-14	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
6 octobre 2022		Merel-Rausch, Eva	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2202356 FA 904102

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

US	2014370154	A1	18-12-2014	CN	104114038	A	22-10-2014
				EP	2789245	A1	15-10-2014
				ES	2662443	T3	06-04-2018
				JP	6038045	B2	07-12-2016
				JP	WO2013084518	A1	27-04-2015
				US	2014370154	A1	18-12-2014
				WO	2013084518	A1	13-06-2013