

Produire des vins sans résidus phytosanitaires quantifiables – Impact du lavage des raisins ?

Produce wines with no quantifiable phytosanitary residues – Impact of washing grapes?

Magali Grinbaum¹, Jean-Michel Desseigne², et Valérie Lempereur³

¹ Institut Français de la Vigne et du Vin, 2260 route du Grès, 84100 Orange, France

² Institut Français de la Vigne et du Vin, 7, avenue Yves Cazeaux, 30230 Rodilhan, France

³ Institut Français de la Vigne et du Vin, 210 Bd V. Vermorel CS 60320, 69661 Villefranche, France

Résumé. Peut-on produire des vins sans résidus quantifiables ? Les travaux de R&D menés par l'IFV pour répondre à cette question, confirment la présence de substances actives dans les vins à des teneurs faibles et très en dessous des Limites Maximales de Résidus de l'UE. Certaines peuvent encore être réduites par des leviers viticoles ou œnologiques. D'autres sont plus récalcitrantes et demandent des investigations supplémentaires pour tenter de les réduire. Plusieurs procédés de lavage des baies ont été expérimentés, les résultats mettent en évidence un impact non négligeable du lavage des raisins sur la diminution des teneurs en résidus dans les moûts et les vins. Toutefois, celui-ci reste variable selon les molécules et les procédés utilisés. L'immersion des raisins est plus efficace que l'aspersion et un effet mécanique est nécessaire pour une efficacité maximale. Un focus est réalisé sur deux molécules : cuivre et acide phosphonique. Des réductions de l'ordre de 50% dans le moût sont observées avec le cuivre. En revanche, l'acide phosphonique n'est pas du tout impacté. Cette opération, combinée à d'autres leviers, peut aider à atteindre l'objectif d'absence de quantification de résidus dans les vins.

Abstract. Can we produce wines today without quantifiable residues? The R&D work carried out by the IFV to answer this question confirms the presence of active substances in wines at low levels and well below the EU Maximum Residue Limits. Some can still be reduced by viticultural or oenological levers. Others are more recalcitrant and require additional investigations to try to reduce them. Several berry cleaning operations were tested, the results highlight a significant impact of washing grapes on reducing residue levels in musts and wines. However, this remains variable depending on the molecules and cleaning processes used. Immersing the grapes is more effective than sprinkling and a mechanical effect is necessary for maximum efficiency. A focus is placed on two molecules: copper and phosphonic acid. Reductions of around 50% in the must are observed with copper. On the other hand, phosphonic acid is not impacted at all. This operation, combined with other levers, can make it possible to achieve the objective of no quantification of residues in wines.

1. Introduction

1.1. Contexte

L'attente des consommateurs s'oriente nettement vers des « vins sans résidus ». Or d'un point de vue analytique, le « zéro » n'existe pas. Ce sont souvent les Limites de Quantification des méthodes d'analyses qui sont utilisées par les laboratoires pour signifier le « zéro ».

L'amélioration des techniques permet aujourd'hui de quantifier des teneurs qui n'étaient pas mesurables auparavant. C'est pourquoi, nous préférons utiliser les termes de « résidu non quantifiable » plutôt que d'absence de résidus. La présence potentielle de résidus de produits phytosanitaires dans les vins suscite des inquiétudes pour les consommateurs mais aussi pour les producteurs et l'ensemble des opérateurs de la filière viticole. Toutes les pistes pour les réduire dans les vins sont explorées depuis

quelques années dans les travaux de R&D de l'IFV, tant au niveau du vignoble qu'au niveau de la cave. Les travaux antérieurs ont montré que parmi les molécules phytosanitaires régulièrement mises en évidence dans les vins, certaines peuvent encore être réduites voire éliminées par des leviers viticoles ou œnologiques. D'autres en revanche sont plus récalcitrantes et demandent des expérimentations supplémentaires pour essayer de les réduire d'une part en aidant les viticulteurs à faire évoluer leurs pratiques vers l'agroécologie et d'autre part en étudiant de nouveaux moyens comme le lavage des raisins. Le raisin de cuve est l'un des rares fruits non lavé avant sa transformation. L'immersion de raisins dans du moût, recyclé ou non est néanmoins un procédé développé en production, par exemple pour trier les baies en fonction de leur densité. Nos récents travaux réalisés dans le cadre de deux projets FEADER, l'un financé par la Région Occitanie et l'Europe de 2019 à 2022 *Produire des vins sans résidus quantifiables* et l'autre *LESSRECU* financé par la Région Sud et l'Europe de 2022 à 2024, confirment que le lavage des raisins s'avère également efficace sur la réduction de produits phytosanitaires. Ces projets sont coordonnés par l'IFV en partenariat avec Inter Rhône, l'Université de Bourgogne, VetAgroSup et les laboratoires Dubernet. Cet article fait la synthèse des résultats obtenus.

1.2. Analyse de résidus dans les vins

Les analyses de résidus ont été effectuées par le laboratoire Dubernet avec les méthodes suivantes :

- multi-résidus (phytobilan 3) : GC-MSMS et LC-MSMS selon la méthode OIV-MA-AS323-08.
- foseetyl al et acide phosphonique : LC-MSMS selon la méthode européenne normalisée EURL-SRM-QuPPE.
- cuivre : spectrométrie d'émission atomique à plasma micro-onde MP AES, selon la méthode OIV-OENO 637-2021. A noter que sur moût, raisin ou marc une minéralisation par voie humide en système ouvert est nécessaire avant l'analyse par MP-AES.

Pour une bonne interprétation des résultats analytiques, une limite de quantification (LQ, plus petite concentration quantifiée avec une incertitude acceptable par la méthode d'analyse) et une limite de détection (LD, plus petite quantité détectée mais non quantifiée par la méthode d'analyse) sont définies par le laboratoire pour chacun des résidus phytosanitaires recherchés. Les performances analytiques des méthodes utilisées sont présentées dans le tableau 1.

Tableau 1. Performances analytiques des méthodes.

méthode	Substances actives étudiées	mg/kg ou mg/L		
		LD	LQ	
OIV-MA-AS323-08	phtalimide	0,007	0,02	
	folpel	0,003	0,01	
	amisulbrom, azoxystrobine, cyperméthrine, diméthomorphe, iprovalicarb, mandipropamid, oxathiapiproline, spiroxamine	0,002	0,005	
	Toutes les autres molécules	0,0003	0,001	
EURL-SRM-QuPPE	acide phosphonique	0,03	0,1	
	foseetyl-Al	0,003	0,01	
OIV-OENO 637-2021	cuivre	Raisins ou marcs	0,7	2
		Cuivre Moût	0,03	0,1
		Cuivre Vin	0,02	0,05

1.3. Etat des lieux « résidus dans les vins

Les travaux antérieurs de l'IFV ont mis en évidence la présence de substances actives dans les vins, à des teneurs faibles, très en dessous des Limites Maximales de Résidus de l'UE. On constate une diminution des teneurs pendant la vinification d'où la notion de facteur de transfert raisin/vin. C'est la fraction de résidus, exprimée en pourcentage, présente sur raisins qui transfère dans le vin et constitue le résidu restant dans le vin après vinification. Les molécules appliquées sur vigne peuvent être classées en molécules « non traçantes » car elles sont quantifiées dans les raisins mais ne le sont plus dans les vins correspondants (elles sont éliminées pendant la vinification) ou en molécules « traçantes » car elles sont quantifiées dans les raisins et les vins. Certaines peuvent encore être réduites par des leviers viticoles ou œnologiques. D'autres demandent des investigations supplémentaires pour tenter de les réduire.

2. Etat de l'art des connaissances

Les dernières expérimentations menées par IFV ont permis d'améliorer la connaissance des molécules phytosanitaires actuelles, notamment sur leur capacité à transférer du raisin au vin.

2.1. Impact des itinéraires viticoles et œnologiques

Ces connaissances ont pu être utilisées pour mettre en place des leviers à la fois viticoles (choix et positionnement des molécules dans les calendriers de traitement en fonction de leur « pouvoir traçant ») et œnologiques (adsorption par certains auxiliaires technologiques ou médias filtrants) permettant de les réduire [1,2]. Toutefois, les résultats sont variables selon les molécules et l'absence totale de résidus quantifiables

dans les vins, même en appliquant ces leviers n'est pas toujours possible.

2.2. Impact des procédés de clarification

La caractérisation des résidus à travers des bilans matières tout au long de la chaîne œnologique a permis de montrer que les résidus sont fortement concentrés dans les bourbes et fonds de cuve mais qu'ils peuvent être réduits de façon très significative dans ces produits par filtration, que cela soit par techniques frontales ou tangentielles. La réduction des teneurs en résidus lors de la vinification est étroitement liée aux phénomènes d'adsorption sur les matières solides (matières en suspension ou marcs) et fonction des propriétés physico-chimiques des molécules. Certaines sont fortement liées aux matières en suspension (MES) et sont donc éliminées totalement ou partiellement dans les bourbes et les lies. A l'inverse, d'autres molécules sont faiblement liées aux MES et donc restent à des niveaux relativement constants du moût sortie pressoir au vin conditionné. En vinification en phase liquide (blanc, rosé, thermovinification), la réduction des résidus du moût au vin est principalement liée à la sédimentation des particules (pas ou peu de dégradation biologique ou chimique). Les bilans matières « raisin- moût -marc » ont mis en évidence des comportements également différents selon les molécules. Certaines ne sont pas ou peu extraites lors du pressurage et se retrouvent concentrées dans les marcs. A l'inverse, d'autres passent préférentiellement du raisin au moût et sont peu présentes dans les marcs. Les résidus sont soit partiellement adsorbés sur les marcs, soit au contraire désorbés pendant la macération. Les étapes de clarification et de filtration peuvent contribuer à la réduction de certaines molécules qui peuvent être adsorbées sur des substances comme les charbons ou les fibres végétales. Les rétentions sont toutefois « molécules dépendantes » et certaines molécules persistent néanmoins dans le vin [3,4].

2.3. Impact du pressurage

La cinétique d'extraction au cours du pressurage des molécules phytosanitaires a été suivie par l'IFV en 2017 et 2018 (figure 1). Ces suivis ont mis en évidence que la majorité des résidus (80% en poids) sont extraits lors de la phase de remplissage et d'égouttage des pressoirs, et que les concentrations n'augmentent que très peu en cours de pressurage, et ceci quels que soient les modes d'action des produits (contacts, pénétrants et systémiques). Ces résultats soulignent que la majorité des résidus sont lessivés par les mouts libérés lors des opérations précédant le pressurage (récolte, égrappage, remplissage et égouttage).

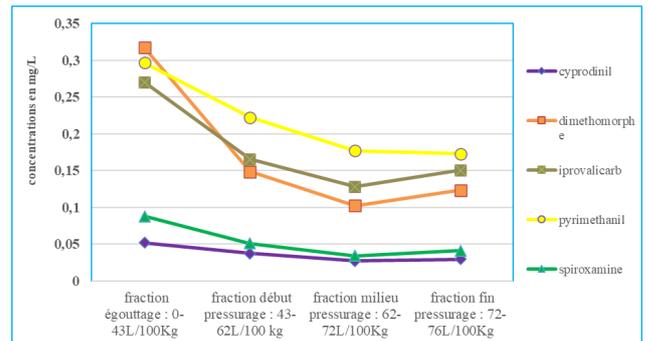


Figure 1. Cinétiques d'extraction des résidus au cours du pressurage - IFV 2017.

3. Impact du lavage des raisins sur les résidus

Nos précédents essais sur le pressurage laissent supposer que, quantitativement, la majorité des molécules phytosanitaires se trouve à la surface des baies et est lessivable, d'où l'intérêt potentiel d'un lavage pour réduire les résidus. Pour vérifier cela, nous avons réalisé plusieurs essais sur le lessivage des résidus par lavage des raisins.

Des essais préliminaires ont été réalisés en laboratoire, les résidus étant analysés sur raisins, avant et après lavage. La finalité étant la réduction des résidus dans les vins et non sur raisins, les essais suivants ont été réalisés en analysant les résidus sur les mouts et vins obtenus avec ou sans opération de lavage. Nous avons travaillé à deux échelles : lots de 10 à 15 kilos (constitués manuellement grappe par grappe pour permettre une parfaite homogénéité entre les lots) et lots d'environ 70 kilos (autorisant des vinifications comparatives, avec dégustations).

Deux types de vinification des lots de 10-15 kg de raisins ont été comparés :

- Modalités en blanc ou rosé :

Le principe est d'établir l'efficacité des lavages sur les 80 % de résidus présents dans le moût d'égouttage. Il est en effet difficile pratiquement de presser 10 kg avec un rendement d'extraction élevé et homogène entre modalités. Les lots de vendange témoin et lavée sont éraflés/foulés, les parties entières étant séparées par tamisage grossier. On sépare ainsi le jus d'égouttage de la vendange égouttée. Les rendements d'extraction sont établis. On prélève, pour chaque modalité, un échantillon de jus et un échantillon de vendange égouttée ou marc.

- Modalités en rouge :

Les lots de vendange témoin et lavée sont éraflés / foulés et transférés en futs inox de 20 ou 25 litres. La vendange est levurée (levure FR LA à 20g/hl) et mise en fermentation en chambre thermorégulée à 25°C. Des pigeages manuels sont réalisés tous les deux jours. Après 10 jours de cuvaison, l'ensemble est égoutté puis les parties solides sont pressées. On prélève un échantillon de vin et un échantillon de marc.

3.1. Traitement et vendanges

Les essais sur le lavage des raisins ont été menés sur des raisins traités par nos soins pour les besoins de l'expérimentation, avec des molécules d'intérêt, indépendamment des pressions des maladies, tout en respectant la réglementation (doses, délai avant récolte...). Le nombre de molécules retrouvées et les concentrations obtenues dans les raisins, moûts et vins de ces modalités sont donc très supérieures à celles obtenues dans la réalité et permettent de réaliser des bilans matières (suivis des résidus raisins/moûts/ vins/ bourbes/ lies/ marcs).

3.2. Etude en laboratoire

Des études exploratoires de nettoyage des raisins à l'échelle laboratoire (quelques kilos) dans de l'eau, en statique ou en dynamique ont été réalisées. Les résultats ont mis en évidence une élimination en moyenne de 50% des résidus (totalité des résidus), avec une efficacité des nettoyages variant très fortement selon les molécules, de 2 à 90% (figure 2).

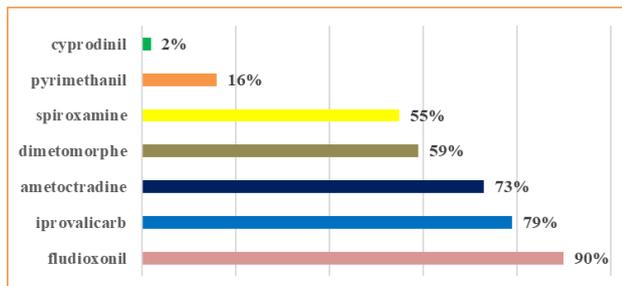


Figure 2. Efficacité en % du lavage à l'eau des raisins sur l'élimination des résidus -conditions laboratoire IFV 30 2016.

Pour la majorité des molécules présentes, l'efficacité est supérieure à 50% (peu d'efficacité en revanche, sur cyprodinil et pyrimethanil).

3.3. Screening des procédés et procédures de lavage de 10 kg de vendange entière

En 2019 et 2020, nous avons expérimenté un nombre assez important de procédés et procédures de lavage en vendange entière pour sélectionner les plus efficaces : lavage à l'eau en immersion en statique, lavage à l'eau agitée par pompage, lavage à l'eau par brassage au gaz, lavage par ultrasons, lavage avec du mout, lavage avec de l'eau acidifiée - acide citrique - pH de 2.8, lavage en solution basique pH de 11.7, durées de lavage... Les essais étaient réalisés en triplicats, sur des lots de 10 kg de vendange entière. Les résultats sur grappes entières mettent en évidence un impact non négligeable du lavage sur la diminution des teneurs en résidus dans les moûts et les vins. Toutefois, les résultats sont variables selon les molécules et les procédés de nettoyage utilisés. A titre d'illustration, nous présentons dans le tableau 2, ceux obtenus en 2020 sur moûts rosés. Le lavage avec de l'eau acidifiée à pH 2,8, et brassage au gaz, ainsi que celui par de l'eau du réseau brassée au gaz apportent une amélioration très significative par rapport à un simple lavage par immersion dans l'eau. Sur la totalité des résidus

(somme des concentrations, toutes molécules confondues), le pourcentage de réduction est respectivement de 75% et 71% contre 63% avec l'eau en statique. En revanche, le lavage en statique avec une solution basique à pH 11,7 ne présente que peu d'amélioration. De même, dans nos conditions expérimentales, le nettoyage avec les ultra-sons n'apporte pas d'efficacité supplémentaire par rapport à un simple lavage à l'eau.

Tableau 2. Bilan essais lavage lots de 10 kg de raisins-IFV 2020. L'efficacité des cinq modalités de nettoyage étudiées est indiquée en % de diminution des résidus retrouvés dans les moûts rosés issus de raisins lavés par rapport au moût rosé issu de raisin non lavé.

substances actives	Eau en statique	Eau et Ultra-sons	Solution basique en statique	Eau avec brassage gaz	Eau acidifiée avec brassage
ametoctradine	-50%	-31%	-50%	-48%	-74%
amisulbron	-65%	-39%	-48%	-68%	-66%
boscalid	-59%	-47%	-61%	-64%	-61%
dimetomorphe	-77%	-71%	-73%	-85%	-84%
fenhexamide	-87%	-79%	-96%	-95%	-94%
fenpyrazamine	-64%	-57%	-86%	-84%	-83%
fluopicolide	-42%	-38%	-61%	-57%	-56%
fluopyram	0%	0%	20%	-7%	-20%
fluxapyroxad	-65%	-64%	-78%	-79%	-83%
iprovalicarb	-66%	-64%	-69%	-82%	-81%
pyrimethanil	-10%	0%	-6%	-11%	-9%
zoxamide	-15%	-21%	-37%	-29%	-31%
Somme mol	-63%	-54%	-69%	-71%	-75%

Certaines substances actives sont très bien éliminées par lavage, comme diméthomorphe, fenhexamide, iprovalicarb, fenpyrazamine et fluxapyroxad. Les molécules les moins bien éliminées par lavage dans le cadre de ces essais sont fluopyram et pyriméthanil.

3.4. Localisation des résidus dans la baie

Pour que les résidus de produits phytosanitaires soient impactés par un lavage, ils doivent être lessivables, donc positionnés à la surface de la pellicule, voire adsorbés en partie sur la cuticule. Les résidus localisés dans les tissus de la pellicule ou dans la pulpe ne peuvent pas être évidemment éliminés par lavage. Nous avons séparé manuellement les pulpes et les pellicules et analysé séparément les deux fractions. Les résultats confirment que les molécules sont de façon générale, plus localisées au niveau de la pellicule que dans la pulpe à l'exception de quelques-unes qui sont présentes en proportion importante dans la pulpe, comme pyriméthanil, ce qui explique en partie qu'elle soit peu éliminable par lavage, quels que soient les procédés utilisés. D'autres substances restent plutôt au niveau de la pellicule comme diméthomorphe ou fenhexamide et sont donc mieux lessivables.

3.5. Essais lavage en lots de 10-14 kg de vendange entière

Le lavage des grappes entières a été réalisé par trempage 5 minutes dans l'eau avec brassage au gaz. Les grappes sont ensuite rincées au jet pendant 30 secondes puis égouttées.

3.5.1. Impact des niveaux de concentrations initiales en résidus

Dans le cas de teneurs initiales en résidus élevées, aucune substance active n'est totalement éliminée par lavage. En revanche, pour de faibles teneurs en résidus initiales, le lavage des raisins peut permettre de passer sous le seuil des LQ pour quelques molécules, comme on peut le voir dans le tableau 3 sur les moûts rosés de grenache de 2019. Toutefois, les pourcentages de réduction sont plus faibles et les résultats sont souvent plus difficiles à interpréter, en raison des incertitudes analytiques qui sont plus élevées pour les très faibles concentrations.

Tableau 3. Essais lavage lots de 10 kg de grenache - Teneurs en mg/L sur moût - IFV 2019.

LQ en mg/L	molécules	Témoin non lavé	moyenne lavage eau
0,001	ametoctradine	0,003	0,002
0,001	cyazofamide	0,005	0,004
0,001	dimetomorphe	0,001	NQ
0,001	fenbuconazole	0,001	NQ
0,001	fenhexamide	0,001	NQ
0,001	fenpyrazamine	0,001	NQ
0,001	fluopicolide	0,039	0,026
0,001	fluopyram	0,002	0,002
0,001	merafenone	0,003	0,002
0,001	pyrimethanil	0,002	0,002
0,001	zoxamide	0,062	0,041

LQ: Limite de quantification de la méthode

NQ : non quantifié ou inférieur à la limite de quantification (LQ)

Combinée à d'autres leviers, cette opération peut être intéressante dans le cadre d'un objectif d'absence de quantification de résidus dans les vins.

3.5.2. Impact du type de vinification

De façon générale, on constate une meilleure efficacité du lavage à réduire les résidus en rosé qu'en rouge (Tableau 4). Certaines molécules comme acide phosphonique, fluopyram ou pyriméthanil, sont très peu impactées par le lavage (réductions inférieures à 20%) quel que soit le type de vinification. D'autres sont mieux éliminées, des réductions supérieures à 50% sont observées avec dimetomorphe (en rosé), fenhexamide, fosetyl-al et iprovalicarb, ce qui confirme nos résultats antérieurs.

Tableau 4. Efficacité du lavage en vendange entière et en % de réduction des résidus par rapport aux témoins non lavés- Merlot lots de 14 kg -IFV 2021.

molécules	moût rosé	vin rouge
acide phosphonique	-11%	-9%
fosetyl-al	-97%	-55%
phtalimide	-30%	-33%
ametoctradine	-22%	-17%
dimethomorphe	-66%	-41%
fenhexamide	-68%	-58%
fluopicolide	-34%	-12%
fluopyram	28%	7%
iprovalicarb	-54%	-48%
pyrimethanil	0%	-4%

3.5.3. Impact de la durée du lavage

En 2023, nous avons réalisé un essai sur cépage sauvignon afin de mesurer l'impact de la durée de lavage des raisins sur la réduction des résidus et du cuivre. Pour cela, nous avons fait varier les durées de trempage avec brassage par rapport à un témoin. Pour le cuivre, on n'observe pas de grosses différences entre mouts pressés et mouts débourbés. On constate un impact significatif du lavage sur les mouts pressés et débourbés d'autant plus efficace que la durée du lavage est longue (figure 3). Toutefois on note relativement peu de différences significatives entre teneurs en cuivre des mouts lavés 5 min et 10 secondes compte tenu des incertitudes de mesure du laboratoire.



Figure 3. Cuivre en m/L dans les moûts de sauvignon témoins et lavés- Moyenne 2 lots de 10 kg- IFV 30 2023.

Pour les résidus, l'impact du lavage est également significatif dans les mouts, d'autant plus que la durée de lavage est longue (tableau 5). Ces résultats confirment que l'efficacité des lavages est molécule dépendant et l'absence d'impact sur acide phosphonique et sur pyrimethanil. Les molécules les mieux lessivées quelle que soit la durée du lavage sont diméthomorphe, fenhexamide, fluopicolide et fosetyl-al. Avec des durées relativement brèves de lavage (10 secondes) l'efficacité est significative, de l'ordre de 50% de réduction de cuivre et 41% de molécules phytosanitaires (en somme résidus, hors acide phosphonique et fosetyl-al). L'efficacité est moindre que dans les essais à 5 minutes (63% cuivre et 66% résidus) mais reste intéressante, surtout pour fenhexamide et fluopicolide qui sont des molécules traçantes.

Tableau 5. Impact de la durée du lavage sur la réduction des résidus par rapport aux témoins non lavés – Moûts pressés sauvignon IFV 2023.

moût pressé en mg/L	réductions lavage 5 min	réductions lavage 1 min	réductions lavage 10 sec
acide phosphonique (AP)	5%	0%	5%
fosetyl al (FA)	-94%	-92%	-87%
ametoctradine	-63%	-53%	-39%
boscalid	-58%	-46%	-33%
dimetomorphe	-88%	-80%	-63%
fenhexamide	-75%	-60%	-44%
fluopicolide	-69%	-59%	-49%
pyrimethanil	-14%	-14%	-9%
élimination par lavage somme molécules (hors AP et FA)	-66%	-55%	-41%

3.6. Essais lavage en lots de 10-14 kg de vendange mécanique

Pour la campagne 2021, nous avons réalisés des essais complémentaires de lavage sur merlot, en vendange mécanique. Dans ce cas, une fraction de jus est déjà libérée par les actions mécaniques de vendange et de transport. La constitution de lots homogènes étant difficilement réalisable en cave expérimentale sur de la vendange récoltée mécaniquement, nous avons travaillé sur des lots homogènes de raisins entiers, et simulé une récolte mécanique, avec éraflage et macération d'une heure à température ambiante. Les jus ou mouts « bennes » sont séparés sur une table de tri vibrante mise à disposition par la société Amos (figure 4) et la vendange égouttée est lavée par immersion dans de l'eau. Après lavage, la vendange est égouttée à nouveau sur la table de tri.

Nous obtenons ainsi trois fractions :

- Mout « benne », avant lavage. Il est généralement séparé dans la pratique en cas de tri.
- Ecarts de tri (fragments herbacés, fragments de pellicules).
- Baies rondes qui seront ensuite lavées ou non.

Nous avons réalisé ces essais en lots de 14-15kg constitués manuellement grappe par grappe pour permettre une parfaite homogénéité entre les répétitions et les lots. Chaque lot est tripliqué.

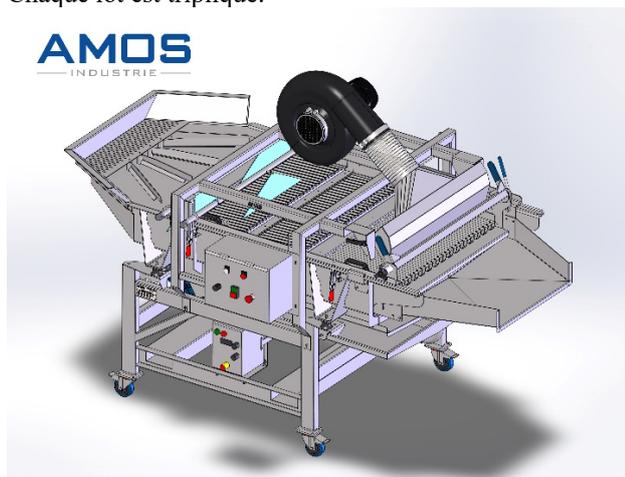


Figure 4. Plan 3D table de tri, Amos Industrie.

3.6.1. Impact du type de vinification

Comme pour la vendange entière, on constate une meilleure efficacité du lavage à réduire les résidus en rosé qu'en rouge et les résultats sont molécules dépendants. Globalement, les lots issus des lavages des vendanges mécaniques contiennent moins de résidus que ceux issus des lavages des vendanges manuelles (tableau 6).

Tableau 6. Efficacité du lavage en vendange mécanique et en % de réduction des résidus par rapport aux témoins non lavés – Merlot lots de 14kg -IFV 2021.

molécules	moût rosé	vin rouge
acide phosphonique	-15%	-7%
fosetyl-al	-81%	-21%
phthalimide	-65%	-45%
ametoctradine	-70%	-44%
dimethomorphe	-70%	-32%
fenhexamide	-76%	-53%
fluopicolide	-68%	-38%
fluopyram	-17%	-14%
iprovalicarb	-71%	-55%
pyrimethanil	-18%	-15%

3.6.2. Impact des jus de benne

En vendange « mécanique », une partie non négligeable des résidus se retrouve dans les jus bennes. La libération de jus par les opérations mécaniques, ainsi que la macération avec les parties solides, engendrent un lessivage important des résidus.

En concentration, les valeurs peuvent être très élevées dans ces jus de benne, qui représentent environ 10 % en poids de la vendange sur merlot.

En bilan matière, l'effet de la séparation des jus de benne est plus important que celui du lavage sur la quantité de résidus résiduels (tableau 7).

Tableau 7. Essais vendange « mécanique » lavée. Moût rosé merlot lots de 14 kg. Teneurs en mg/L. IFV 2021.

molécules	Témoins		Lavés	efficacité lavage en % sur baies rondes égouttées
	Baies rondes égouttées table tri	moût benne	Baies rondes égouttées table tri	
cuivre	1,6	10,4	0,8	-48%
acide phosphonique	12,09	10,98	10,29	-15%
fosetyl-al	0,330	2,473	0,063	-81%
phthalimide	0,098	0,791	0,035	-65%
folpel	0,246	2,591	0,029	-88%
ametoctradine	0,079	0,574	0,023	-70%
dimethomorphe	0,023	0,143	0,007	-70%
fenhexamide	0,103	0,869	0,024	-76%
fluopicolide	0,064	0,425	0,020	-68%
fluopyram	0,004	0,010	0,003	-17%
iprovalicarb	0,022	0,150	0,006	-71%
pyrimethanil	0,039	0,048	0,032	-18%

3.7. Aspects qualitatifs en lots de 70kg

Les essais qualitatifs menés en lots de 70 kg ont permis de réaliser des minivinifications ainsi que des analyses œnologiques et des dégustations comparées des vins issus des raisins lavés et non lavés.

Ces essais confirment que les vins issus des lavages des vendanges mécaniques contiennent moins de résidus que ceux issus des lavages des vendanges entières (Tableau 8).

Tableau 8. Bilan résultats efficacité du lavage des raisins à l'eau + brassage 5 min - Vin rosé merlot lots 70 kg- IFV 2021.

molécules	vendange entière	vendange mécanique
acide phosphonique	-4%	-17%
fosetyl-al	-86%	-68%
phtalimide	-40%	-52%
ametoctradine	-20%	-66%
dimethomorphe	-67%	-71%
fenhexamide	-69%	-78%
fluopicolide	-30%	-50%
fluopyram	8%	-10%
iprovalicarb	-55%	-69%
pyrimethanil	21%	-14%
toutes molécules	-34%	-49%

Concernant le cuivre, un impact non négligeable du lavage des raisins sur sa présence dans les moûts pressés rosés que ce soit en vendange entière ou mécanique est observé (réductions de 50 à 60%). Les différences observées entre les concentrations en cuivre dans les témoins en vendange entière et les témoins en vendange mécanique sont liées à la séparation des moûts bennes en vendange mécanique (tableau 9).

Tableau 9. Impact du lavage sur les teneurs en cuivre dans les moûts pressés rosés merlot lots 70 kg -IFV 2021.

cuivre en mg/kg	Témoin moyenne	Lavés moyenne	efficacité lavage
vendange entière	3,000	1,250	-58%
vendange mécanique	1,350	0,700	-48%

Les analyses sensorielles des vins issus des vendanges en grappes entières, ne mettent pas en évidence de différence significative à 5% entre les lots lavés et non lavés ni entre les répétitions. La diminution du cuivre n'a pas permis d'obtenir de gain en fruité sur ce type de vendange. Pour les vendanges mécaniques, le lavage à l'eau des baies égrappées a entraîné une diminution du degré alcoolique sur les vins en fin de fermentation par rapport aux vins issus des raisins non lavés. Cet écart a modifié les caractéristiques organoleptiques des vins.

3.8. Focus acide phosphonique

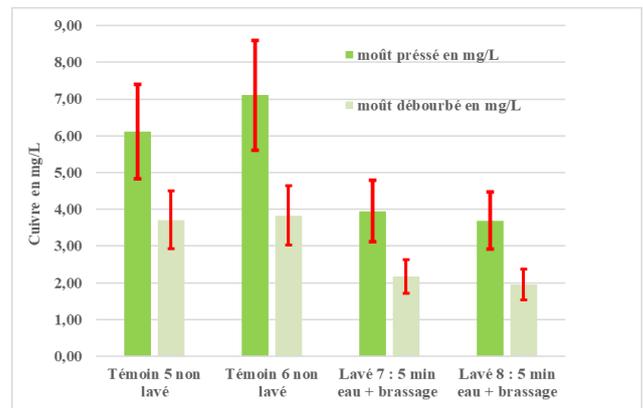
Cette molécule transfère quasi-intégralement du raisin au vin pendant la vinification. Nos essais en 70 kg et en 14kg ont montré l'absence d'efficacité du lavage sur sa réduction dans les vins (tableau 10).

Tableau 10. Bilan résultats efficacité du lavage des raisins à l'eau + brassage 5 min sur la réduction de l'acide phosphonique dans les vins- IFV 2021.

	vin rosé merlot (lots 70kg)		vin rouge merlot (lots 14kg)	
	vendange entière	vendange mécanique	vendange entière	vendange mécanique
acide phosphonique	-4%	-17%	-9%	-3%

4. Impact du lavage des raisins sur le cuivre et les thiols

En 2022 et 2023, nous avons voulu vérifier l'impact du lavage des baies entières sur les teneurs en cuivre des moûts et sur la qualité organoleptique des vins obtenus et notamment sur leurs teneurs en thiols et autres molécules aromatiques. Pour cela nous avons travaillé sur des cépages réputés thiolés (vermentino en 2022, sauvignon et colombar en 2023). Ces essais qualitatifs ont été réalisés en lots de 100 kg. Les analyses de cuivre ont montré un impact significatif du lavage sur moûts pressés (réduction de 42%) et débourbés (réductions de 45%). Le débourage seul entraîne une réduction de cuivre de 44% ce qui fait une réduction totale du cuivre, entre le débourage et le lavage de 68% (figure 5).

**Figure 5.** Cuivre en m/L dans les moûts témoins et lavés- colombar IFV 30 2023.

L'analyse des thiols totaux et libres sur vins en bouteille, montre 2 fois plus de thiols libres dans les lots lavés (moyenne des deux répétitions) / à la moyenne des lots non lavés, ce qui semble montrer un petit effet lavage. Le 3SH libre notamment (responsable des odeurs de pamplemousse) et le 3SHA libre (fruits exotiques) dont les teneurs sont supérieures aux seuils de perception (respectivement 60 ng/L et 4 ng/L).

L'analyse sensorielle des 4 vins a été réalisée en présence de 18 panélistes du jury expert. Plusieurs triangulaires ont été proposées afin de déterminer s'il existe des différences entre les répétitions pour une même modalité, et entre les modalités ayant subi une différence de traitement. Aucune différence significative n'a été mise en évidence entre les modalités lavées et non lavées, ni entre les répétitions.

Les 4 modalités ont ensuite été évaluées en verres noirs, dans un ordre aléatoire, selon la méthodologie du profil conventionnel descriptif QDA. 15 paramètres ont été évalués, 9 paramètres olfactifs et 6 paramètres gustatifs, grâce à une échelle en 11 points allant de 0 à 10. Les modalités lavées sont trouvées plus intenses en fruits jaunes que les modalités non lavées. En revanche, seule une des répétitions des modalités lavées est plus intense en agrumes et fruits exotiques et jugée moins acide. Les autres modalités sont jugées assez proches les unes des autres.

5. Conclusion

Les résultats obtenus dans ce projet confirment la possible réduction de résidus dans les vins par le lavage des raisins, tout en gardant à l'esprit que certaines molécules comme pyrimethanil, contenues dans la pulpe, ne sont pas du tout impactées par ce procédé. L'immersion des raisins est plus efficace que l'aspersion et un effet mécanique est nécessaire (brassage au gaz) pour une efficacité maximale.

Globalement, les vins issus des lavages des vendanges mécaniques contiennent moins de résidus que ceux issus des lavages des vendanges manuelles. Nous avons pu vérifier qu'en vendange mécanique, les résidus sont concentrés dans les « jus de bennes » qui macèrent avec les parties solides et ont donc une incidence sur le lessivage des résidus. Un impact non négligeable du lavage des raisins sur la présence de cuivre dans les moûts rosés est observé (réductions de l'ordre de 50%). Cependant les différences de concentrations en cuivre entre lots lavés et non lavés n'entraînent pas de différence significative sur le caractère thiolé et ne sont pas perçues à la dégustation dans nos conditions expérimentales. Si pour des concentrations en résidus initiales élevées, aucune molécule n'est totalement éliminée par cette opération de lavage des raisins, elle reste toutefois intéressante pour des concentrations initiales faibles, car elle peut permettre de descendre en dessous des limites analytiques dans les vins. Combinée à d'autres leviers (notamment viticoles par le choix et le positionnement de substances actives peu traçantes dans les calendriers de traitement), elle peut aider à atteindre l'objectif d'absence de quantification de résidus dans les vins. Dans nos conditions expérimentales, le lavage des raisins n'a pas montré d'impact qualitatif en vendange entière. En vendange mécanique, il y a des risques de dilution si les raisins ne sont pas suffisamment égouttés après lavage à l'eau.

6. Références

1. M. Grinbaum (2017). Impact des itinéraires viticoles sur la présence de résidus de produits phytosanitaires dans les vins ; partie 1/3 : Synthèse des résultats de 4 années d'étude. *Revue des œnologues*, **164** (2017).
2. M. Grinbaum, P. Cottureau, V. Didier. Impact des itinéraires œnologiques sur les résidus de produits phytosanitaires dans les vins ; partie 2/3 : Synthèse des résultats de 4 années d'étude. *Revue des œnologues* **165** (2017).
3. M. Desseigne, M. Grinbaum, F. Davaux, S. Vialis, V. Didier V. Impact des procédés de clarification sur les résidus de produits phytosanitaires ; partie 3/3 : moûts, bourbes, fonds de cuve, vin. *Revue des œnologues* **165** (2017).
4. V. Lempereur, M. Grinbaum, F. Davaux, J. Rosti, C. Koestel, M. Reynolds. Fibres végétales sélectives. Nouvelle pratique œnologique de réduction des résidus de produits phytosanitaires dans les vins. *Revue des œnologues* **165** (2017).