

Revue Française d' ŒNOLOGIE

PUBLICATION OFFICIELLE DES ŒNOLOGUES DE FRANCE

325

AVRIL/MAI/JUIN 2025

NUMÉRO SPÉCIAL

63^{ème} CONGRÈS ŒNOLOGUES DE FRANCE VAL DE LOIRE

DOSSIER

RÉVÉLER L'INVISIBLE - PERCEVOIR L'ESSENTIEL
VOYAGE AU CŒUR DES FERMENTATIONS

CAHIER TECHNIQUE

VINS SANS SULFITES AJOUTÉS : UNE REPRÉSENTATION CONTRASTÉE ENTRE
PROFESSIONNELS ET CONSOMMATEURS FRANÇAIS DE VIN

MAITRISE DE LA QUALITÉ DE L'AIR INTÉRIEUR EN ENVIRONNEMENT VINICOLE

Par Michel Dumoulin¹ – Grégoire Faulin² – Gérard Michel³

¹ Agro CEno Conseil – La Roche Vineuse - ² Tennen – Pernand Vergelesses - ³ GM Consulting – Fenay –

INTRODUCTION

La qualité de l'air intérieur (QAI) dans les environnements vinicoles est un sujet d'importance croissante pour la filière vitivinicole, en lien direct avec la préservation des qualités organoleptiques et sanitaires des vins. Les caves et chais, en raison de leurs spécificités environnementales, sont particulièrement vulnérables aux contaminations atmosphériques, pouvant impacter le goût et le nez des vins. Dès les années 1970, des études pionnières ont révélé que certains composés volatils présents dans l'air de ces environnements pouvaient causer des défauts sensoriels marqués, tels que les fameux "goûts de moisi". Cet article se propose d'explorer les méthodes de diagnostic et d'analyse de la QAI appliquées au secteur vitivinicole. À travers une revue des pratiques et des approches développées pour contrôler les composés volatils dans l'air, nous aborderons la distinction entre l'évaluation des risques et les études de surveillance, les modalités de prélèvement et d'analyse, ainsi que l'importance de se référer à des normes reconnues. Cette réflexion vise à offrir des solutions pour mieux évaluer et améliorer la qualité de l'air dans les espaces de production, contribuant ainsi à la protection et à l'excellence des produits vinicoles.

I – QUELQUES REPÈRES HISTORIQUES SUR LES CONTRÔLES D'ATMOSPHÈRE EN ENVIRONNEMENT VINICOLE.

Problématique majeure dans l'univers vitivinicole, les goûts de « moisis » sont indubitablement à l'origine des contrôles d'atmosphère dans les caves et autres locaux dédiés à l'élaboration et au stockage des vins. En effet, dès les années 70-80, de nombreuses observations et expérimentations ont permis non seulement d'élargir le champ des composés responsables de ce défaut sensoriel, mais aussi d'identifier leur provenance. Au-delà du bouchon en liège, l'injuste expression « goût de bouchon » ne lui est désormais plus systématiquement associée.

A cette époque, un lien de causalité est établi entre les odeurs de moisi dans certaines caves et la présence d'éléments en bois traités avec des spécialités fongicides et insecticides à base de pentachlorophénol et 2,3,4,6-tetrachlorophénol^{(1),(2)}.

Les progrès réalisés dans les techniques chromatographiques, ainsi que le développement de nouveaux systèmes de détection (FID, ECD, MS) au cours des années 80 et 90 ont permis d'asoir le lien tripartite entre composés halophénols atmosphériques, moisissures et migration d'haloanisoles dans les vins^{(3),(4)}.

C'est sur cette même période que sont établies les bases méthodologiques du contrôle d'atmosphère en milieu vinicole.

Après plusieurs tâtonnements entre piégeage dynamique, statique et nature de l'adsorbant, le début des années 2000 voit le déploiement de contrôles d'atmosphères par adsorption sur poudre de bentonite (**figure 1**) dans de nombreux chais confrontés à des problématiques de goûts de moisi dans les vins. Bénéficiant d'une mise en œuvre relativement simple et d'un diagnostic analytique rapide (quelques jours), cette approche a permis d'amorcer un lien de causalité au sein des professionnels de la filière vitivinicole entre la qualité de l'air intérieur et celle de leur produit.



Figure 1 : Poudre de bentonite utilisée pour contrôle d'atmosphère

Les travaux les plus récents ^{(5),(6),(7)} mettent en avant l'usage quasi exclusif des adsorbants de type Tenax en mode dynamique et parfois en mode statique. Ils élargissent également le champ d'investigation vers une plus grande variété de composés organiques volatils émis par les matériaux, les enduits ou encore les peintures, etc.

II – SITUATION ACTUELLE SUR L'ÉVALUATION DE LA QUALITÉ DE L'AIR INTÉRIEUR EN SECTEUR VINICOLE

1 – LE PRÉLÈVEMENT

De la bentonite au Tenax™

L'urgence d'établir des contrôles d'atmosphères dans les années 90 a été en partie dictée par des considérations pratiques et économiques. En cela, le piège statique sur bentonite répondait à ces exigences. En effet, cet adsorbant est aisément accessible en filière œnologique et facile à mettre en place (50 g en couche mince sur une feuille d'aluminium, pendant une durée allant de 3 à 7 jours).

Toutefois, ne disposant d'aucune caractérisation physico-chimique des lots mis en œuvre (granulométrie, porosité, capacité d'adsorption), les comparaisons entre analyses sont très souvent sujettes à caution.

Au niveau du protocole d'exposition, il y a un consensus tacite entre les laboratoires ayant recours à cet outil, mais aucune prise en compte de la température du local à évaluer, son hygrométrie (qui peut avoir une incidence considérable sur la capacité d'adsorption), le nombre de pièges à bentonite en fonction du volume des zones à évaluer.

Par ailleurs, d'autres matériaux adsorbants sont rapidement venus compléter ce panel : mousse de polyuréthane ou encore polydiméthylsiloxane...

Aujourd'hui, le Tenax, polymère poreux, est devenu référent en raison de sa stabilité thermique pour l'adsorption des polluants aériens. Par cet élément, le laboratoire dispose d'informations très précises sur la nature du support, son origine et ses caractéristiques physico-chimiques. Ces données permettent de garantir un certain niveau de reproductibilité et de traçabilité dans les conditions de prélèvements.

Méthodologie de piégeage

En mode statique, l'adsorbant est exposé à l'atmosphère à contrôler pendant une durée suffisante pour atteindre l'équilibre d'adsorption des composés volatils présents. Plusieurs heures, voire plusieurs jours d'adsorption sont généralement nécessaires pour atteindre cet équilibre. Quelques études ont été entreprises ^{(5),(6)} sur les composés haloanisoles et halophénols pour établir leur cinétique d'adsorption.

L'intérêt du mode d'adsorption statique est qu'il fournit une image « compilée » de tous les composés organiques volatils pouvant transiter dans l'atmosphère pendant la période de fonctionnement du site.

En mode dynamique, l'adsorbant est stocké dans un tube (verre ou inox) fixé à l'entrée d'un système de pompage.

L'intérêt de ce système est multiple : rapidité de mise en œuvre, possibilité de faire plusieurs prélèvements en une même session, volume d'air prélevé connu (donc des concentrations en COV exprimables en quantité massique par volume d'air).

Cependant la vitesse et la durée de prélèvement sont à adapter en fonction de la nature du support adsorbant et de la nature des composés recherchés.

2 – L'ANALYSE

... et du ciblé au non ciblé

Quelles que soient les modalités de prélèvement, l'analyse des composés volatils (identification et quantification) s'opère le plus aisément par chromatographie en phase gazeuse (GC). De la nature du système de détection utilisé va dépendre le niveau de sensibilité (concentration minimum détectable) et la capacité d'identification des composés présents.

À l'origine des contrôles d'atmosphère en filière vinicole (années 80), la problématique majeure concernait la maîtrise des goûts de moisi dans les vins. Les analyses d'ambiance ciblaient alors principalement les composés haloanisoles et halophénols. Dans certaines situations, des niveaux de contaminations atmosphériques très élevés ⁽²⁾ ont permis de détecter certains chloroanisoles avec de simples détecteurs à photométrie de flamme (FID).

Puis, au cours des années 90, les détecteurs à capture d'électrons (ECD), beaucoup plus sensibles et sélectifs que le FID, ont permis de mettre en évidence des contaminations aériennes en haloanisoles et halophénols à des teneurs beaucoup plus faibles (quelques ng/g de bentonite).

Dès les années 2000, les appareils de chromatographie en phase gazeuse couplés à la spectrométrie de masse (GC-MS) deviennent économiquement accessibles. Ainsi, un grand nombre de laboratoires experts en filière vitivinicole s'en équipent. Les capacités d'identification des détecteurs à spectrométrie de masse permettent d'accroître la précision des diagnostics d'atmosphère sur les composés classiques associés au défaut sensoriel moisi. Elles donnent également la possibilité d'identifier des composés de nature inconnue et non ciblés a priori.

Plus récemment, les développements dans plusieurs secteurs d'activités (santé, alimentation, environnement) des approches métabolomiques non ciblées ont mis en avant les détecteurs de spectrométrie de masse à temps de vol (TOF-MS). Cette technologie permet une identification beaucoup plus fiable des composés présents. Elle commence à équiper de nombreux laboratoires d'analyses en filières agroalimentaire et environnementale. Dans le cas de l'évaluation de la qualité des atmosphères, les dispositifs alliant adsorption dynamique sur tube Tenax™ et analyse par GC-TOF/MS proposent une versatilité des composés identifiés et des sensibilités inégalées jusqu'à présent.



COMMUNICATION PARTENAIRES

MAITRISE DE LA QUALITÉ DE L'AIR INTÉRIEUR EN ENVIRONNEMENT VINICOLE (suite)

Figure 2 : Dispositif expérimental de prélèvement et d'analyse d'atmosphère



Que ce soit pour évaluer des risques sanitaires ou sensoriels, la quantification des concentrations des composés organiques volatils présents dans les atmosphères est nécessaire pour pouvoir les situer par rapport à des valeurs seuils.

Dans le cas des composés à impact organoleptique, la détection dans l'atmosphère, quel que soit le niveau de concentration, peut être assimilée à un risque de contamination des vins et des matières sèches en présence.

Dans le cas des composés à impact sanitaire, des valeurs seuils de concentration peuvent avoir été déterminées. Dans ce cas, il devient nécessaire de pouvoir quantifier les concentrations des composés organiques volatils. De nombreuses normes et recommandations pour le contrôle des atmosphères préconisent de plus en plus l'utilisation de Toluène-d8 comme étalon interne de quantification.

III – ET LES NORMES DANS TOUT ÇA ?

La première version de la norme ISO 16000 a été publiée en 2004. Elle regroupe une série de règles internationales définissant les méthodes d'évaluation de la qualité de l'air intérieur. Elle couvre différents aspects comme la mesure des polluants chimiques, microbiologiques et particuliers dans les espaces clos, incluant les bâtiments résidentiels, commerciaux, et industriels. Cette série vise à standardiser les pratiques de mesure pour évaluer les composés organiques volatils (COV), les moisissures, les fibres, les allergènes, et autres contaminants de l'air intérieur.

L'ISO 16000 fournit des lignes directrices pour la préparation des échantillons, les méthodes analytiques, et l'interprétation des résultats. Elle aide les professionnels à garantir le respect des critères de santé, de sécurité et de confort au sein des environnements intérieurs.

Depuis 2004, plusieurs chapitres ont été ajoutés pour couvrir différents aspects de la qualité de l'air intérieur, et la série continue d'évoluer avec des mises à jour régulières pour intégrer les avancées scientifiques et les nouvelles exigences réglementaires.

Le document de référence Lab Ref 30 du COFRAC définit les exigences spécifiques pour l'accréditation des

laboratoires de prélèvement et d'analyse de la qualité de l'air intérieur en France. Il couvre des paramètres importants comme les composés organiques volatils (COV), le formaldéhyde, le dioxyde de carbone (CO₂) et les particules fines (PM). Cette accréditation est essentielle pour garantir la conformité et la fiabilité des contrôles dans les établissements recevant du public, conformément aux réglementations françaises en vigueur.

Cependant, aucun laboratoire œuvrant dans le monde viti-vinicole ne dispose d'une quelconque de ces accréditations sur la qualité de l'air. En effet, les modalités de mise en œuvre de ces normes sont très contraignantes, peu applicables sur le terrain et induisent des coûts d'analyse inadaptés pour le secteur.

IV – VERS UN GUIDE DES BONNES PRATIQUES POUR UNE ANALYSE D'AIR FIABLE

Au-delà des aspects purement techniques liés directement au prélèvement et à l'analyse, la notion de blanc analytique ou « échantillon témoin » revêt une importance capitale dans la fiabilisation du contrôle d'atmosphère. Ce point est malheureusement parfois mis de côté aux bénéfices de la rentabilité des prestations de services.

Deux types d'échantillons témoin sont considérés :

- Le blanc analytique lié à un lot d'adsorbant particulier attestant que ce dernier n'est pas déjà contaminé avant sa mise en œuvre sur le site de prélèvement.
- Le blanc de site, qui va suivre toute la chaîne logistique associée au support de prélèvement, soit le transport du site de prélèvement au retour au laboratoire.

Le rapport d'essai est également un élément décisif quant à la pertinence du diagnostic et de son interprétation. Il est fondamental que celui-ci puisse contenir les éléments descriptifs les plus complets.

À titre d'exemple : localisation précise du site et implantation dans la structure globale du chai, date et heure de prélèvement, conditions atmosphériques, débit, durée de prélèvement, conditions d'analyse exhaustives, identification des composés à partir de leur numéro CAS, concentrations et incertitudes de mesures.

Client : Domaine xxx
Référence : Tube 477
Site de prélèvement : xxx
Conditions de prélév. : T : 18°C P : 1025 hPa H : 70%
Date et heure de prélév. : 11/10/2024 à 7h30
Mode op. de prélév. : Prélèvement de 3L d'air à 50mL/min sur cartouche Tenax TA Tube verre
Analyse demandée : Screening GC TUF MS sur colonne Rxi-624SII MS avec semi quantification Toluène-D8
Date cond. Tenax : 06/10/2024
Date d'analyse : 25/10/2024
Date du rapport : 09/11/2024

CMR : Cancérigène, mutagène reprotoxique
Fiche INRS : Institut national de recherche et de sécu. pour la prévention des accid. du travail
AFFSET CLI : Agence française de sécurité sanitaire de l'environnement et du travail
VGAI : Valeurs guides de qualité d'air intérieur (CT: Cout Terme - LT: Long Terme)
VLEP : Valeurs limites d'exposition professionnelle (CT: Cout Terme - 8H: pendant 8Heures)
PEP : Perturbateurs endocriniens potentiels
PE : Perturbateurs endocriniens
POP : Polluants organiques persistants
INERIS : Institut national de l'environnement industriel et des risques
ANSES : Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environ. et du travail
REACH : Registration, Evaluation and Authorisation of Chemicals
TENNEN : Bureau d'étude qualité de l'air

Table with 12 columns: N°CAS, Substance, Validation technique, Match factor, Blanc de lot, Blanc Terrain, Echant., Echant. Corrigé, AFFSET CLI, ANSES VGAI LT, ANSES VGAI CT, INRS VLEP CT, INRS VLEP 8H. It lists various chemical substances and their corresponding analytical data.

Figure 3 : Exemple de rapport d'analyse (avec l'autorisation de Tennen)

Quand et comment mettre en place une campagne de prélèvement ?

Il est tout d'abord nécessaire de bien différencier une analyse de risque et une analyse de surveillance.

Analyse de risque

L'objectif est d'identifier et évaluer les possibles sources de danger pour la santé, la sécurité ou l'environnement avant qu'ils ne se manifestent (comme des contaminants spécifiques).

Elle est utilisée de manière ponctuelle pour anticiper et gérer les risques : nouvelles constructions, rénovations, changements majeurs dans l'environnement de travail, achat/vente de domaines.

Analyse de surveillance

L'objectif est de suivre et de contrôler la qualité de l'air intérieur (ou d'autres paramètres) de manière régulière pour détecter toute déviation en les comparant aux précédentes analyses atmosphériques. Elle est utilisée pour vérifier en continu ou à fréquence régulière le respect des seuils établis et pour détecter des changements dans la qualité de l'air, permettant des actions correctives rapides si nécessaire.

En résumé, l'analyse de risque est une évaluation préventive et prédictive, tandis que la surveillance est une activité régulière de contrôle et de vérification. Les deux approches sont complémentaires pour assurer une gestion proactive et réactive de la qualité de l'air intérieur.

Par qui ?

Une analyse de la qualité de l'air doit être réalisée par des professionnels experts, souvent issus de laboratoires accrédités ou d'entreprises spécialisées en qualité de l'air. En France, les laboratoires accrédités selon la norme ISO/IEC 17025 sont habilités à réaliser des prélèvements et des analyses de la qualité de l'air pour des environnements spécifiques. Ces laboratoires proposent souvent leurs propres méthodes analytiques pour lesquelles ils garantissent les résultats.

Les bureaux d'études et consultants spécialisés en qualité de l'air sont aussi habilités à réaliser des diagnostics. Ils proposent, qui plus est, des missions de conseil (évaluation de l'exposition, analyses de risque, de surveillance, mise en place de protocoles qualités, rédaction de cahier des charges pour les produits et matériaux utilisés...) ainsi que des solutions d'optimisation et d'amélioration des environnements. Ces experts ont généralement bâti une offre analytique basée sur un réseau de laboratoires partenaires fiables, compétents et complémentaires. Cette approche leur permet de proposer en toute indépendance une interprétation, un avis ou une recommandation, élaborés à partir des connaissances disponibles, des bonnes pratiques du secteur et de leur expérience professionnelle.



COMMUNICATION PARTENAIRES

MAITRISE DE LA QUALITÉ DE L'AIR INTÉRIEUR EN ENVIRONNEMENT VINICOLE (suite)

CONCLUSION

La maîtrise de la qualité de l'air intérieur (QAI) en environnement vinicole est essentielle pour préserver la qualité sensorielle et sanitaire des vins. La gestion des risques liés aux composés volatils, aux contaminants chimiques et microbiologiques reste une priorité dans ce secteur. Les méthodes de prélèvement et d'analyse, bien que diversifiées, doivent répondre à des exigences de précision et de reproductibilité pour garantir la fiabilité des diagnostics.

Face à l'absence de normes spécifiques reconnues pour le secteur vinicole, il est crucial d'adopter des méthodologies rigoureuses et adaptées aux spécificités des chais et des caves. L'élaboration d'un référentiel commun et d'un guide de bonnes pratiques pourrait favoriser une harmonisation des procédures, renforçant ainsi la cohérence des évaluations de QAI au sein de la filière.

Par une approche proactive et bien encadrée, les acteurs du secteur vitivinicole pourraient mieux anticiper et gérer les éventuels impacts de la qualité de l'air sur leurs produits et optimiser les conditions de production et de conservation des vins.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES :

- (1) Würdig G., 1975. Vorsicht bei der Anwendung von Fassaussendesinfektionmitteln. Die Weinwirtschaft, 111, 44, 1250-1251.
- (2) Dubois P. et rigaud J., 1981. A propos des goûts de bouchons. Vigne Vins, 301, 48-49.
- (3) Maujean A.; Millery P.; Lemasquier H., 1985. Explications biochimiques et métaboliques de la confusion entre goût de bouchon et goût de moisi. Rev. Fr. Oenol., 99, 55-62.
- (4) Chatonnet P., Guimberteau G., Dubourdieu D. et Boidron J.N., 1994. Nature et origine des odeurs de « moisi » dans les caves. Influence sur la contamination des vins. J. int. Sci. Vigne Vin, 28, 2, 131-151.
- (5) F.J. Camino-Sanchez, J. Ruiz-García, A. Zafra-Gómez, 2013. Development of a thermal desorption gas chromatography–mass spectrometry method for quantitative determination of haloanisoles and halophenols in wineries' ambient air. Journal of Chromatography A, 1305, 259– 266.
- (6) Patricia Jové, Marina Vives-Mestres, Raquel De Nadal and Maria Verdum, 2021. Development, Optimization and Validation of a Sustainable and Quantifiable Methodology for the Determination of 2,4,6-Trichloroanisole, 2,3,4,6-Tetrachloroanisole, 2,4,6-Tribromoanisole, Pentachloroanisole, 2-Methylisoborneole and Geosmin in Air. Processes 9, 1571.
- (7) Giorgos Panaras, Panagiotis Tzimas, Evangelos I. Tolis, Giannis Papadopoulos, Aristeidis Afentoulidis and Manolis Souliotis, 2021. Combined Investigation of Indoor Climate Parameters and Energy Performance of a Winery. Appl. Sci. 11, 593.
- (8) ISO16000 : Air intérieur. 2004.
- (9) LAB REF 30 révision 05 (01/2023). COFRAC. Exigences spécifiques pour l'accréditation des organismes procédant aux mesures de surveillance de la qualité de l'air intérieur dans les établissements recevant du public