

# Stérilisation avec ozone et oxydation



**GAI**  
FRANCE

Les Prés d'Audière, RN7 B.P.74 - 83340 Le Luc

Tel. 04.94.50.08.40 Fax. 04.94.50.08.41

Internet : [www.gaifrance.fr](http://www.gaifrance.fr) Email : [contact@gaifrance.fr](mailto:contact@gaifrance.fr)

# PREFACE

Ce document est un condensé de la thèse de fin d'étude d'ingénierie mécanique présentée en mars 2003 dans la polytechnique de Turin par M. GAI Giovanni.

La Programmation, l'exécution et la constatation des essais ont été effectués en collaboration avec la Faculté di Agraria de Turin et la 1<sup>ère</sup> Faculté polytechnique de Turin.

Cette étude a été financée par le Ministère de l'université et de la recherche scientifique et technologique (MURST Rome), dans le cadre du programme pour la recherche scientifique.

Ont collaborés à ce projet :

Professeur Vincenzo GERBI (Université de TURIN, DiVaPRA)

Docteur Alberto CAUDANA (Université de TURIN, DiVaPRA)

Professeur Annibale GANDINI (Université de TURIN, DiVaPRA)

Docteur Anna Acquati (Université de TURIN, DiVaPRA)

Professeur Ingénieur Graziano CURTI (Polytechnique de TURIN, DIMEC)

Professeur Ingénieur Guido SARACCO (Polytechnique de TURIN, DICHI)

Ingénieur Giovanni GAI (GAI Spa)

# SOMMAIRE

## ESSAIS DE STERILISATION AVEC DE L'EAU OZONEE.

✓ Produits pour stérilisation	Page 5
✓ Objectifs des essais	Page 8
✓ Planification des essais	Page 9
✓ Machine d'embouteillage GAI	Page 10
✓ Aspect microbiologique	Page 15
✓ Vérification de la résistance des levures d'utilisation œnologique et des bactéries lactiques à l'action de l'ozone.	Page 16
✓ Essais de sanitation de la machine	Page 19
✓ Sanitation des bouteilles pendant le rinçage à l'eau ozonée	Page 26
✓ Désinfection des bouteilles pendant le rinçage	Page 26

## CONTROLE DE L'OXYDATION DURANT L'EMBOUITEILLAGE

✓ Station de désaération	Page 30
✓ Injecteur de gaz	Page 33
✓ Vide bouchage	Page 35
✓ Déroulement des essais	Page 37

# INTRODUCTION

La société GAI Spa a depuis toujours décidé de travailler exclusivement à l'embouteillage des vins de haute qualité.

La philosophie de la société GAI Spa est de garder l'intégrité et la salubrité du vin.

Le vin maintenu en condition de stabilité physique, chimique et micro-biologique doit être mis en bouteille sans contamination extérieure et sans subir de modifications organoleptiques et physico-chimiques.

Les éléments considérés pendant ces essais sont :

- 1) Le danger de contamination microbien.**
- 2) Le danger d'absorption d'oxygène et conséquence de l'oxydation du vin dans le stockage de la bouteille.**

Les essais faits sont :

- 1) Vérifier la possibilité de stériliser la machine avec un produit liquide en particulier de l'eau ozonée.**
- 2) Mesure de l'oxydation du vin pendant les opérations d'embouteillage.**

## ESSAIS DE STERILISATION AVEC DE L'EAU OZONEE

Dans l'œnologie moderne, il est primordial d'exécuter les opérations de nettoyage et de stérilisation du matériel vinicole (embouteillage et filtration, état de surface, etc...).

Ces opérations sont nécessaires pour garantir la sécurité et la qualité du vin.

Par l'utilisation de plus en plus fréquente de la norme de qualité ISO 9000 et avec l'introduction de la méthode DL 155/97 – HACCP, le nettoyage du matériel est devenu indispensable pour chaque utilisation alimentaire.

La sanitation a pour but la réduction majeure du nombre de micro-organismes indésirables pour la désinfection des lignes d'embouteillage et du matériel de cave et, est une pratique courante.

Suivant ces exigences, sont utilisés la vapeur, l'eau chaude ou l'acide péracétique.

Généralement les matériels œnologiques ne sont pas conçus pour faire des stérilisations avec un liquide.

Le moyen de stérilisation le plus utilisé pour ce type de machine œnologique est la vapeur, qui grâce à sa forme gazeuse, est capable de se diffuser dans tous les points de la machine qui sont en contact avec le vin, garantissant une sanitation satisfaisante.

**Les essais qui ont été faits, ont prouvé que les machines GAI peuvent être sanétisées à froid, efficacement et rapidement en utilisant un produit liquide.** Il est toujours possible de le faire à la vapeur. Ceci est possible car les machines GAI sont un projet innovant qui a intégré pendant sa conception, ce type d'exigence.

## **PRODUITS POUR LA STÉRILISATION**

### **LA VAPEUR**

La vapeur est un moyen de stérilisation efficace. C'est un gaz, donc il peut toucher tous les organes en contact avec le vin. L'action de la vapeur s'explique en dénaturant les protéines et désactivant les enzymes des micro-organismes. Le temps de contact pour obtenir une bonne sanitation est de 30 minutes. La vapeur est utilisée fréquemment pour les lignes d'embouteillage, car cela garantit une action sûre et efficace, et également aucune trace de produit à la fin de la stérilisation. Mais il faut beaucoup de temps pour la montée en température de la machine et son refroidissement, et les caves n'ont pas toujours à leur disposition un générateur de vapeur.

### **L'EAU CHAUDE**

L'action de l'eau chaude s'explique par la dénaturation des protéines et l'inactivation des enzymes des micro-organismes. Le temps de contact requis pour être efficace est d'environ 30 minutes. L'eau chaude par rapport à la vapeur présente l'avantage de réaliser outre la stérilisation, un lavage efficace des appareils, pour un résultat comparable à la vapeur, mais elle nécessite un temps plus long pour porter à température la machine et pour la refroidir.

### **L'ACIDE PÉRACÉTIQUE**

L'acide péracétique est très utilisé comme moyen de stérilisation à froid. En général, cette stérilisation est l'alternative à la vapeur. L'acide péracétique ( $\text{CH}_3\text{-CO-O-OH}$ ) est un liquide incolore fortement corrosif (très corrosif sur la peau). C'est un oxyde très agressif. Le produit utilisé comme moyen de stérilisation en œnologie est un liquide incolore qui a une composition de 40% d'acide péracétique, 39% d'acide acétique, 13% d'eau, 5% d'eau oxygénée et 1% d'acide sulfurique.

C'est un inhibiteur des enzymes et en solution aqueuse un bactéricide.

Le pouvoir oxydant de l'acide péracétique permet d'éliminer les micro-organismes. Cette acide est capable de détruire les protéines structurées et enzymatiques de la cellule microbienne.

L'activité de destruction des microbes essayée par l'European Strasburg Rest 1987 indique une réduction des charges microbiennes de  $10^5$ . En utilisant de l'acide péracétique à concentration normale, il ne présente pas d'action corrosive pour les matériaux de la machine. Le problème le plus important pour organiser la stérilisation avec la vapeur et

l'acide péraacétique sont le temps de sanitation, car il faut garantir des durées de contact longues pour obtenir la réduction voulue de charge microbienne.

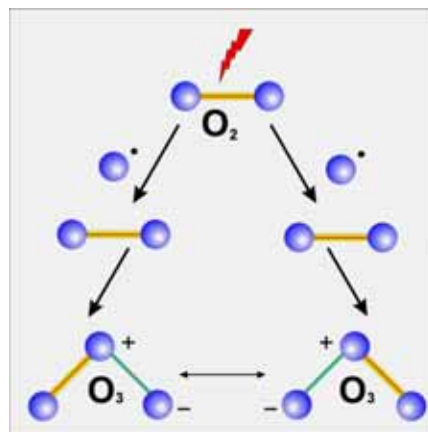
Pour l'acide péraacétique, il faut planifier et disposer de contrôles pour vérifier l'absence d'acide péraacétique dans le vin.

Les conséquences organoleptiques du chlore sur le vin ainsi que l'agressivité sur le matériel d'embouteillage, déconseille son utilisation comme liquide de stérilisation pour œnologie.

## L'OZONE

Actuellement dans l'œnologie, il y a peu d'information sur l'utilisation de l'ozone comme moyen de stérilisation. Par contre, dans d'autre domaine comme la stérilisation de la viande et de l'eau potable, il est très utilisé. En 2002, (Annual Meeting and Food Expo, Anaheim, Californie – application de l'ozone dans l'industrie alimentaire), a été autorisé l'utilisation de l'ozone comme moyen de stérilisation pour le secteur alimentaire par US FDA.

L'ozone étant une molécule instable, il ne peut être stocké. Il est produit et utilisé en continu. L'ozone est produit par une haute tension électrique et de l'oxygène. La haute tension va diviser les molécules d'oxygène en deux atomes d'oxygène. Ces atomes ont une grande capacité de se fondre avec la molécule d'oxygène pour former des molécules d'ozone. Ce système est très fiable.



L'ozone est un gaz qui a une couleur azur et une odeur particulièrement acre. Cette odeur peut être remarquée à concentration de 0,01 à 0,05 ppm. Sa densité est 1,62 fois la densité de l'air. L'ozone est soluble dans l'eau. Pour l'être humain, la concentration maximum autorisée dans l'air est de 0,1 ppm pour une exposition de 8 heures en continu et de 0,3 ppm pour 15 minutes.

Le potentiel d'oxydation de l'ozone sur les micro-organismes est plus important que les autres moyens pouvant être utilisés.

MOYEN DE STERILISATION	POTENTIEL D'OXYDATION (E°)
Ozone	+ 2,07 V
Bioxyde de chlore	+ 1,50 V
Hypochlorite	+ 1,49 V
Chlore	+ 1,36 V

La réaction d'oxydation se fait par contact de 3 atomes d'oxygène de la molécule d'ozone avec les micro-organismes. Les micro-organismes facilement oxydables vont permettre la division des liens faibles et en même temps, produit l'oxygène moléculaire et l'oxygène atomique, très réactif et oxydant. **La concentration nécessaire pour détruire les micro-organismes est de 0,02 – 2 mg/l.**

Les principaux **avantages** de l'utilisation de l'ozone comme moyen de stérilisation sont, l'absence de résidu en fin de stérilisation et l'action **oxydante très forte et immédiate avec un temps de contact très limité**, une meilleure organisation du travail, une bonne compatibilité avec les matériaux.

Dans le secteur œnologique, on peut utiliser l'ozone pour la stérilisation des lignes d'embouteillage et des autres équipements d'élaboration du vin.

## **OBJECTIFS DES ESSAIS**

**Les essais ont été réalisés pour deux objectifs :**

**On a voulu démontrer la possibilité de stériliser les machines GAI avec un moyen liquide.**

**On a voulu vérifier l'efficacité de l'ozone comme moyen de stérilisation.**

Pour utiliser la technique de sanitation avec l'ozone dans le secteur œnologique, il est nécessaire de procéder à quelques vérifications expérimentales pour en démontrer l'efficacité, l'applicabilité et la sécurité d'utilisation.

Pendant l'embouteillage du vin, il y a deux applications de l'ozone.

**1) Sanitation des machines d'embouteillage**

**3) Rinçage et sanitation de bouteilles verre avant le tirage.**

L'utilisation d'eau ozonée pour la sanitation des machines nécessite une aspiration continue de l'air dans la machine, de façon à éviter la formation de concentration d'ozone dans l'air ambiant.

## **PLANIFICATION DES ESSAIS**

Afin de vérifier l'efficacité de l'ozone sur les micro-organismes qui peuvent être présents sur les équipements d'embouteillage, il est nécessaire de prévoir la pollution des surfaces par des levures ou des bactéries lactiques. On utilise ces levures et bactéries lactiques comme micro-organismes de référence, car ils sont les plus représentatifs.

Pour cette raison, le premier essai a été finalisé pour vérifier le pourcentage des micro-organismes éliminés par l'ozone.

Pour les autres essais de stérilisation de la ligne d'embouteillage, sont utilisés les micro-organismes les plus résistants.

D'autres essais vont permettre de vérifier la possibilité d'utilisation de l'ozone comme moyen de sanitation pour stériliser la ligne d'embouteillage, afin de le comparer à l'acide péraétique, la vapeur et l'eau à 95°C.

Enfin, il a été évalué l'efficacité de l'ozone pour la réduction de la charge microbienne dans la bouteille pendant le rinçage avec l'eau ozonée.

Vérification également d'une éventuelle augmentation de l'oxydation du vin avec utilisation de l'ozone à la rinceuse.

<b>TYPE D'ESSAIS</b>
1 - Vérification de la résistance des levures et des bactéries lactiques à l'action de l'ozone
2 - Essais de sanitation de machine pour l'embouteillage en comparaison avec l'acide péraétique, vapeur et eau chaude à 95°C.
3 – Stérilisation des bouteilles pendant le rinçage et vérification s'il y a augmentation de l'oxydation due à l'utilisation de l'ozone.

## **MACHINE D'EMBOUTEILLAGE GAI**

Afin de valider les essais, il est important de faire attention aux caractéristiques de la tireuse qui est directement liées à la procédure de stérilisation.

Pour pouvoir être stérilisée en mode simple et efficace, la tireuse doit présenter les caractéristiques suivantes :

**1 - Il faut une rugosité très faible des surfaces en contact avec le vin**

**2 - Toute les parties de la machine doivent être accessibles au produit de stérilisation**

**3 - Facilité d'évacuation du produit de stérilisation**

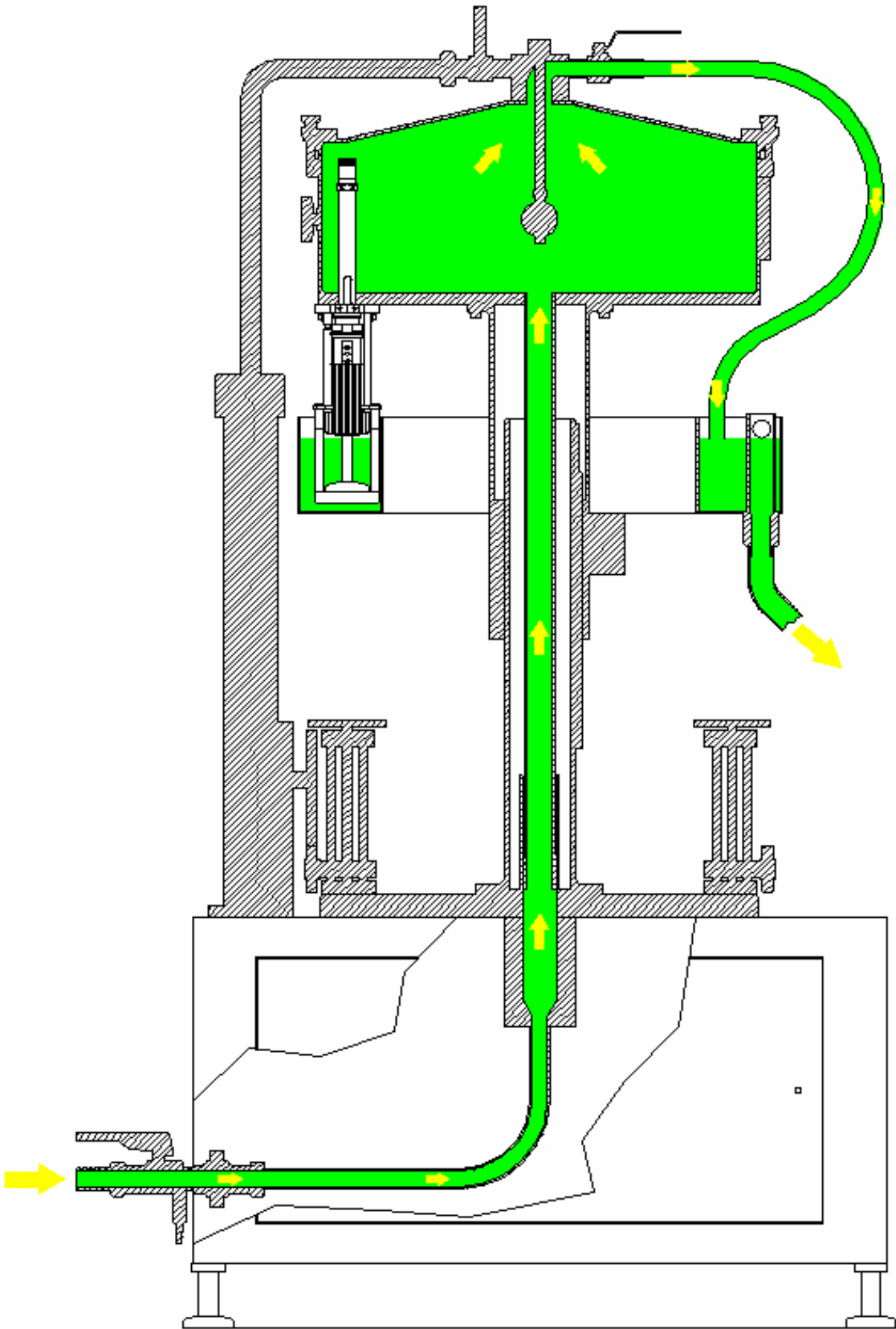
Ces trois points doivent être appliqués dans la phase d'étude et de production de la machine.

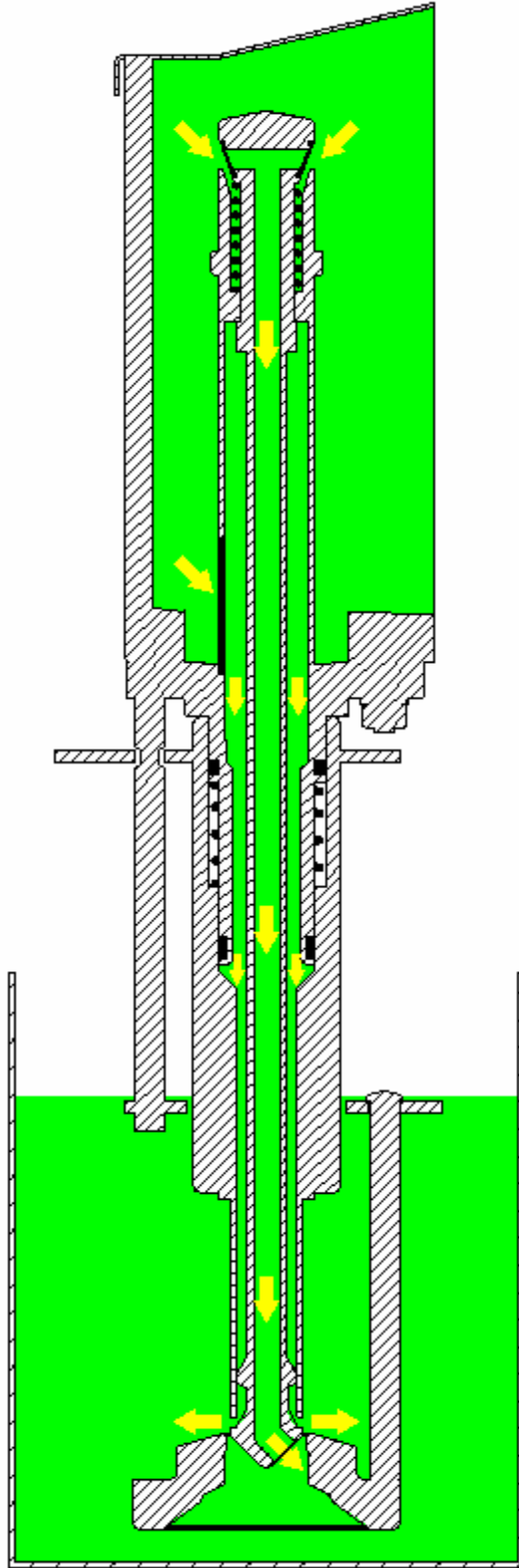
Dans le schéma Page 11, est représentée la procédure de stérilisation de la tireuse. Le liquide de stérilisation entre par le bas et va remplir entièrement la cuve de la tireuse. Le liquide de stérilisation est donc en contact avec toutes les parties de la cuve. L'air puis ensuite le liquide de stérilisation peuvent sortir par la vanne du haut de la cuve et par la même occasion stériliser le haut de cuve.

La cuve de la tireuse a une surface de fond inclinée vers le tube central. En fin de stérilisation, le liquide ne reste pas dans la cuve et s'évacue par gravité.

Une fois la cuve stérilisée, on sanétise les becs. Sur le monobloc GAI, on peut stériliser les becs facilement (Voir schéma Page 12).

STERILISATION DE LA TIREUSE





La machine dispose d'un système qui permet l'ouverture centralisée des becs, du canal central pour le retour d'air et du canal d'arrivée du vin dans la bouteille. Au début, on va ouvrir seulement le canal central de l'air et à travers celui-ci commence la descente du liquide de stérilisation. Ensuite, on ouvre le canal de passage du vin et le liquide en passant par ce canal fait la stérilisation. Sous les becs sont montés les bacs de stérilisation qui peuvent être remplis en ouvrant les becs, et en faisant descendre de la cuve le liquide de stérilisation. Dans les 4 bacs de stérilisation, on a 4 robinets de purge qui permettent de garder le niveau constant du liquide de stérilisation à l'extérieur des becs et en même temps l'évacuation centrale permet un renouvellement de celui-ci. En fin de stérilisation, l'égouttage permet une évacuation totale du produit de sanitation.

### **GENERATEUR D'OZONE**

La machine utilisée est un OZOMIX 150 de la société Aeraque qui a la capacité de produire 2 ou 4 g/h d'ozone avec un débit d'eau de 200 à 750 l/h.

La production d'ozone se fait par l'action de charge électrique faite entre 2 électrodes, entre lesquelles passe de l'air atmosphérique auparavant asséché.

### **GENERATEUR DE VAPEUR**

L'appareil utilisé est un générateur de vapeur CISA 80. La production de vapeur s'obtient grâce à l'action d'une résistance électrique pour une puissance globale de 18 Kw.

### **GENERATEUR D'EAU A 95°C**

Le générateur d'eau chaude est le STERIMAT 1200 produit par la société INDAGRO-GASQUET de Bordeaux. L'appareil, d'une puissance de 15 Kw est capable d'emmagasiner 1200l d'eau et de la porter à une température de 95°C.

## **ASPECT MICROBIOLOGIQUE**

Pour vérifier l'efficacité de l'ozone comme agent désinfectant, on a procédé à la contamination de la machine avec les micro-organismes suivant :

### **Saccharomyces cerevisiae ceppo Davis 522**

- ✓ Charge de  $10^{10}$  UFC/g (micro-organisme vivant/g)
- ✓ Terrain utilisé pour reproduction du micro-organisme MS MALTOSE
- ✓ Température de reproduction  $25^{\circ}\text{C}$
- ✓ Temps de reproduction 2 à 4 jours.
- ✓ Préparation des échantillons témoins avec une grande charge microbienne en utilisant une solution stérile de NaCl (9 g/l) pour faire la dilution.
- ✓ Préparation des échantillons après stérilisation par filtration sur une membrane stérile  $0,2\ \mu\text{m}$ .

### **Bactérie lactique cocchi mesofili Lyofast CMS (Sacco)**

- ✓ Charge de  $10^{11}$  UFC/g (micro-organisme vivant/g)
- ✓ Terrain utilisé pour reproduction du micro-organisme M17 + Lactose
- ✓ Température de reproduction  $30^{\circ}\text{C}$
- ✓ Temps de reproduction 2 jours
- ✓ Préparation des échantillons avec une grande charge microbienne, en utilisant une solution stérile de CaCl<sub>2</sub> (9 g/l) pour la dilution.
- ✓ Préparation des échantillons après stérilisation par filtration avec une membrane stérile  $0,2\ \mu\text{m}$ .

La solution de stérilisation utilisée en référence est le DIVOSAN, produit de Diversey contenant de l'acide péracétique 4,5%, le l'eau oxygénée 14%, acide acétique 17%; stabilisant 1%. On utilise des produits concentré à 0,4%.

## **VERIFICATION DE LA RESISTANCE DES LEVURES A UTILISATION ENOLOGIQUE ET DES BACTERIES LACTIQUES A L'ACTION DE L'OZONE.**

Le premier essai a été la vérification de l'action de l'ozone sur les micro-organismes levures et bactéries choisis comme indicateur de la flore microbienne dans une cave. Le choix d'utiliser un micro-organisme sélectionné et non une population hétérogène et indigène de cave, réside dans la facilité de dosage et de culture du dit micro-organisme pour pouvoir effectuer simplement les essais de réduction de charge.

### **Préparation de la pollution avec levures.**

Pour cet essai, on a utilisé 10g de levure, qui ont été réactivées dans un litre d'eau. 100 ml de cette solution a été mélangé à 50 litres d'eau micro-filtrée à 0,45µ contenant 50g/l de saccharose.

La solution polluante a été ozonisée pendant 30 minutes.

L'ozonisation se fait en faisant circuler la solution dans une cuve fermée et en utilisant 4g/h d'ozone. Pendant 20 minutes d'ozonisation, on a utilisé 1,33 g d'ozone en obtenant une concentration d'ozone dans une solution de 0,026 g/l. **On obtient une réduction de 99,994% des bactéries.** On est passé de 200.000 UFC/ml de la solution polluante à 12,3 UFC/ml de la solution stérilisée avec l'ozone, avec une **réduction de charge microbienne de  $10^4$ .**

### **Préparation de la pollution avec bactérie lactique.**

Pendant l'essai de la stérilisation de la bactérie lactique, on a utilisé 8,3g de bactérie lactique Lyofast CMS SACCO. Cette charge a été mélangée avec 50 litres d'eau filtrée à 0,45µ avec 50g/l de saccharose.

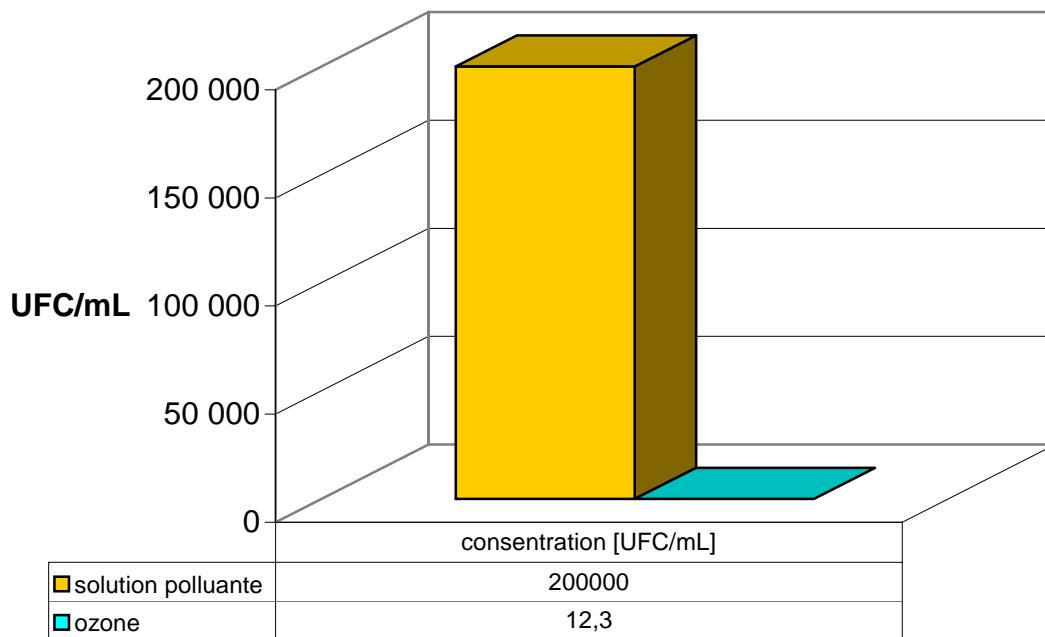
La solution polluante a été ozonée de la même manière qu'avec les levures.

On a trouvé une réduction de charge de 100%. La charge initiale de 25.000.000 UFC/mL a été réduite à 0 avec l'utilisation de l'ozone, avec une réduction des charges polluantes de  $10^6$ .

Les résultats de ces essais montrent un plus grand pouvoir désinfectant de l'ozone sur les bactéries que sur les levures. Par conséquent, dans les essais suivants, on utilisera les levures comme solution polluante. On utilisera la même concentration d'ozone et le même temps de contact que pour les essais précédents.

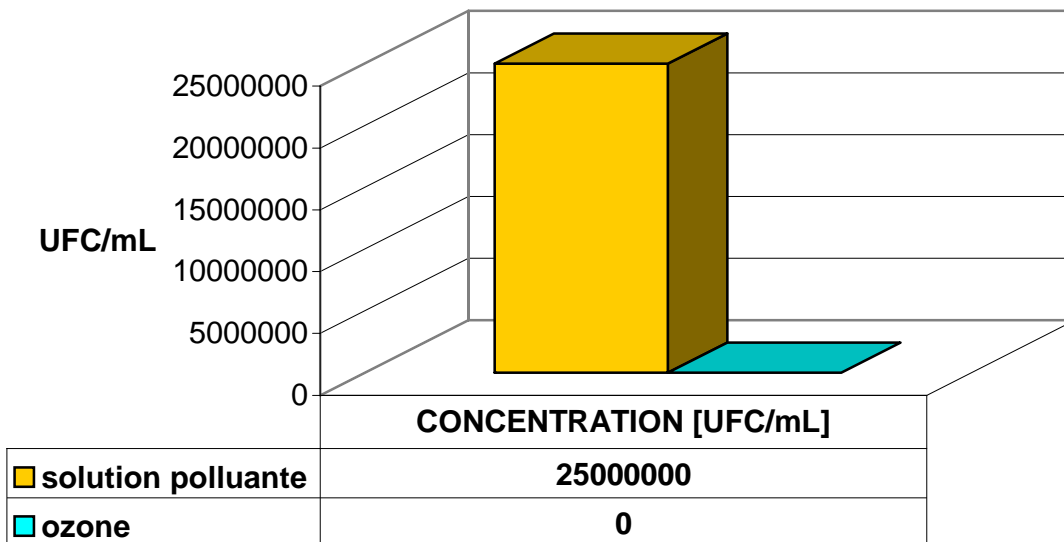
Essai levure <i>Saccharomyces cerevisiae</i>			
Solution polluante		Après stérilisation Ozone	
	UFC/mL		UFC/mL
Valeur moyenne	20x10 <sup>4</sup>	Valeur moyenne	12,3

levure *Saccharomyces cerevisiae*



<b>ESSAI DE BACTERIE LACTIQUE</b>			
SOLUTION POLLUANTE		APRES STERILISATION OZONE	
	UFC/mL		UFC/mL
VALEUR MOYENNE	25x10 <sup>6</sup>	VALEUR MOYENNE	0

**BACTERIE LACTIQUE**



## **ESSAIS DE STÉRILISATION DE MACHINE D'EMBOUTEILLAGE AVEC L'OZONE EN COMPARAISON A L'ACIDE PÉRACÉTIQUE.**

Après avoir choisi les levures comme population polluante pour vérifier l'efficacité de l'ozone pour la stérilisation de la machine, on fait des essais de stérilisation du monobloc. Il ne serait pas juste de dire que le pouvoir de stérilisation de l'ozone est absolu, ou de dire seulement qu'il réduit le pourcentage de micro-organismes. Pour cette raison, avec les mêmes conditions, nous avons comparé le pouvoir de stérilisation de l'ozone avec celui de différents moyens de sanitation utilisés dans l'œnologie, tout en maintenant constantes les conditions d'essai pour pouvoir confronter les résultats obtenus.

### **1) Pollution de la machine**

La première opération pendant les essais, a été la pollution de la machine.

Pour préparer la pollution de la surface intérieure de la cuve et des becs, on a préparé une solution polluante avec 10g de levure mélangé à 50 litres d'eau microfiltrée à 0,45 $\mu$  et 50g/l de sucre. La solution polluante doit avoir une charge théorique de  $2 \times 10^6$  cell/mL.

Le sucre a été ajouté pour rendre plus facile l'adhésion des micro-organismes sur la machine et pour reproduire les conditions d'un tirage d'un vin doux sucré.

La solution polluante a fait le même chemin que le vin. La surface externe des becs a été polluée en utilisant les bacs.

### **2) Obtention du témoin (solution polluante)**

La machine a été vidée du liquide polluant et les cellules qui sont restées dans la machine, en contact avec la surface ont été récupérées en remplissant la cuve de la tireuse avec une solution d'eau et 9 g/l de NaCl et mettant tout le liquide contenu dans la cuve, puis on a rempli un certain nombre de bouteilles en tant que témoins.

### **3) Stérilisation avec acide péracétique**

La pollution de la tireuse a été faite avec le même procédé que pour le cas précédent. On a fait ensuite, une stérilisation en utilisant de l'acide péracétique avec une concentration de 0,4% en laissant agir 10 minutes avec une circulation dans le bec et de 10 minutes dans la cuve pour assurer une stérilisation de la machine et également de la partie extérieure des becs.

La machine est donc vidée et on a récupéré les cellules en contact avec la même procédure utilisée pour le témoin.

**En comparaison entre le témoin et la solution stérilisée avec acide péraacétique, on trouve un pourcentage de réduction de la charge de 99,968%.**

On a 1435 UFC/ml pour le témoin et 0,458 UFC/ml pour la solution obtenue avec stérilisation avec acide péraacétique.

Ce résultat, vérifie la possibilité de stériliser efficacement le monobloc GAI avec un moyen de stérilisation liquide.

#### **4) Stérilisation avec ozone**

Le même essai a été réalisé en utilisant l'ozone comme moyen de sanitation. On a utilisé 4g/h d'ozone. Pendant 10 minutes, on a fait une circulation d'eau ozonée dans les becs et pour le même temps on a laissé l'eau ozonée dans la cuve, pour une utilisation totale de 1,3 g d'ozone. La comparaison entre le témoin et la solution stérilisée avec l'ozone, on a une réduction de la charge de 99,9999%. On passe de 1435 UFC/ml de la solution polluante à 0,0012 UFC/ml de la solution stérilisée avec ozone, avec une réduction de la charge microbienne de  $10^6$ . Le résultat vérifie l'optimisation de l'ozone comme moyen de sanitation pour la machine. Pendant l'exécution de l'essai, on a vérifié la concentration d'ozone à côté de la machine en utilisant un révélateur d'ozone EZ-1X ECOZONE MONITOR de la société ECOSENSORS.

En utilisant l'aspirateur monté sur le couvercle de la machine, on a mesuré une concentration maximale d'ozone de 0,02 ppm, bien en dessous du 0.1 ppm légal pour une exposition continue de 8 heures.

#### **5) Pollution de la machine**

Ont été également réalisés des essais pour vérifier l'efficacité de la vapeur et de l'eau chaude à 95°C comme moyen de sanitation du matériel. Ces essais réalisés plus tard que ceux avec l'ozone et l'acide péraacétique ont nécessité l'exécution d'une deuxième pollution de la machine et d'un témoin.

Pour préparer la pollution de la surface interne de la cuve et des becs, il a été préparé une solution polluante avec 30g de levures lyophilisées, réactivées et mélangées à 150 litres d'eau microfiltrée à 0,45µ avec 50g/l de sucre. La charge théorique de cette solution est de  $2 \times 10^6$  cell/mL. Le sucre a été ajouté pour favoriser l'adhésion des micro-organismes sur la machine et reproduire les conditions d'embouteillage d'un vin doux.

La solution polluante a fait le même chemin que le vin. La surface externe des becs a été pollué en utilisant les bacs.

Le témoin a été obtenu en employant la même procédure décrite précédemment.

#### **6) Stérilisation à l'eau chaude à 95°C**

Après avoir pollué la machine comme décrit précédemment, il a été procédé à la sanitation avec eau chaude. L'eau chaude, prélevée d'une cuve à une température de 95°C, est envoyée dans le monobloc.

Après le remplissage, la cuve de la tireuse est portée à une température de 85°C. A la fin du processus de stérilisation, la température de la cuve était de 82°C. L'eau chaude est restée en contact 10 minutes dans la cuve, puis une recirculation de 20 minutes a été faite pour garantir la sanitation de l'intérieur de la cuve, ainsi que de la superficie interne et externe des becs de remplissage.

**La comparaison entre le témoin et le traitement à l'eau chaude à 95°C montre une réduction de 100%. On passe effectivement de 26000 UFC/ml du témoin à 0 UFC/ml de l'échantillon obtenu, stérilisé avec l'eau chaude à 95°C, avec une réduction de la charge microbienne de  $10^5$ .**

**Ce résultat prouve la possibilité de stériliser d'une façon totalement efficace le monobloc GAI avec un moyen de sanitation sous forme liquide.**

#### **7) Stérilisation à la vapeur**

Après avoir pollué la machine comme précédemment, on procède à la sanitation du monobloc GAI avec de la vapeur.

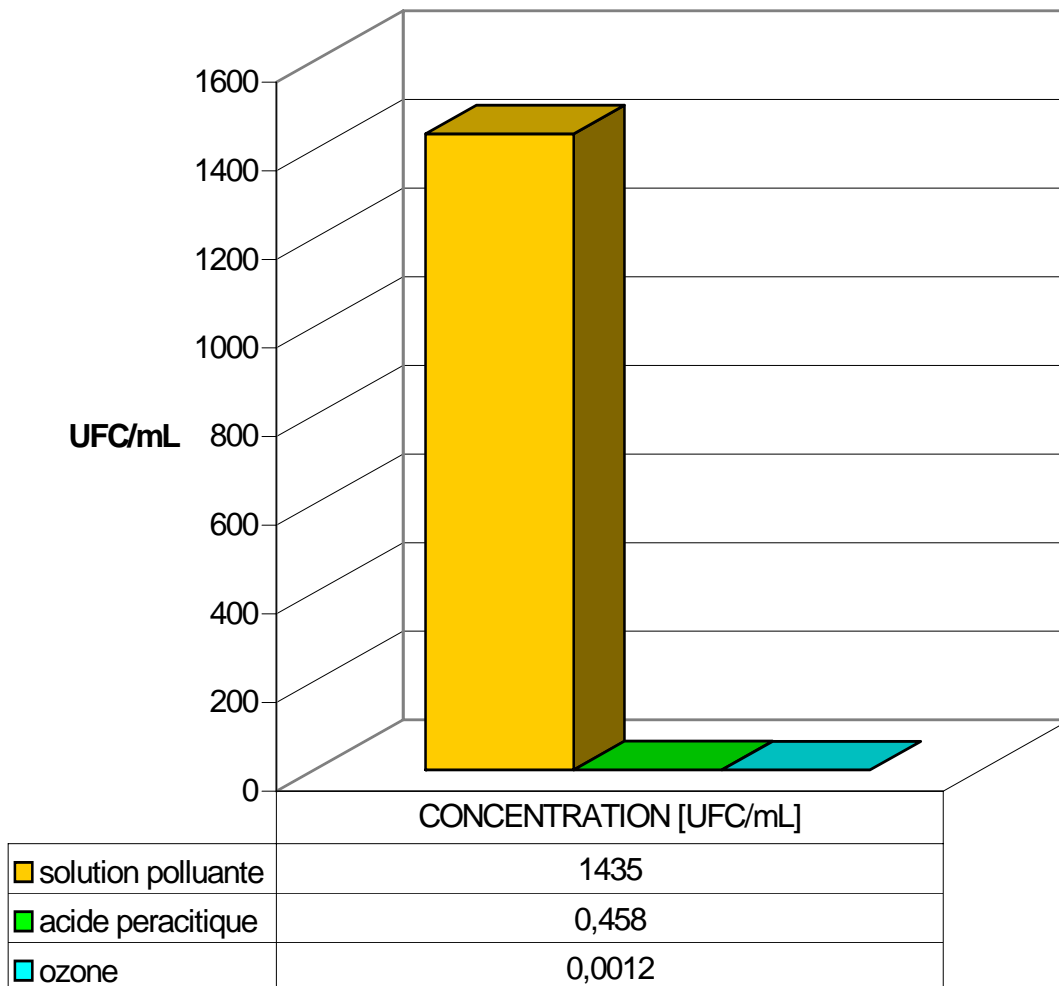
La vapeur envoyée dans le monobloc a rapidement amené la température de la cuve de la tireuse à une température de 80°C. A partir de ce moment, la vapeur a été laissée au contact de la machine pour 15 minutes. Les becs de remplissage ont été ouverts pour garantir une stérilisation efficace, également de leur partie externe.

La température de la cuve après 8 minutes de l'introduction de la vapeur était de 100°C.

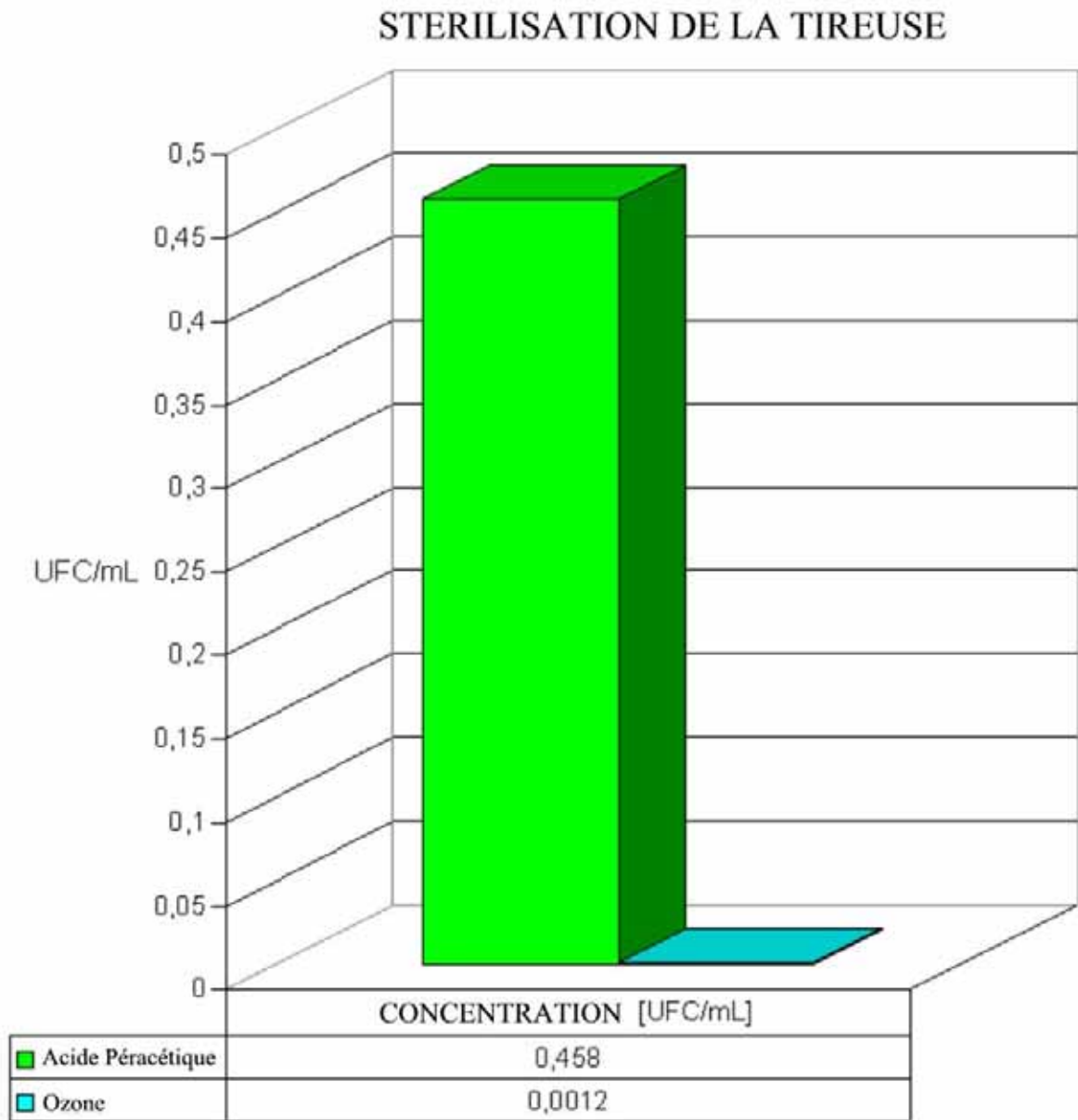
**La comparaison entre le témoin et le traitement à la vapeur montre une réduction de 100%. On passe effectivement de 26000 UFC/ml du témoin à 0 UFC/ml de l'échantillon obtenu stérilisé avec la vapeur avec une réduction de la charge microbienne de  $10^5$ .**

<b>ESSAI DE STERILISATION DE LA TIREUSE</b>					
SOLUTION POLLUANTE		ACIDE PERACETIQUE		OZONE	
	UFC/mL		UFC/mL		UFC/mL
VALEUR MOYENNE	1435	VALEUR MOYENNE	0,458	VALEUR MOYENNE	0,0012
SOLUTION POLLUANTE		VAPEUR		EAU 95°C	
	UFC/mL		UFC/mL		UFC/mL
VALEUR MOYENNE	26.000	VALEUR MOYENNE	0	VALEUR MOYENNE	0

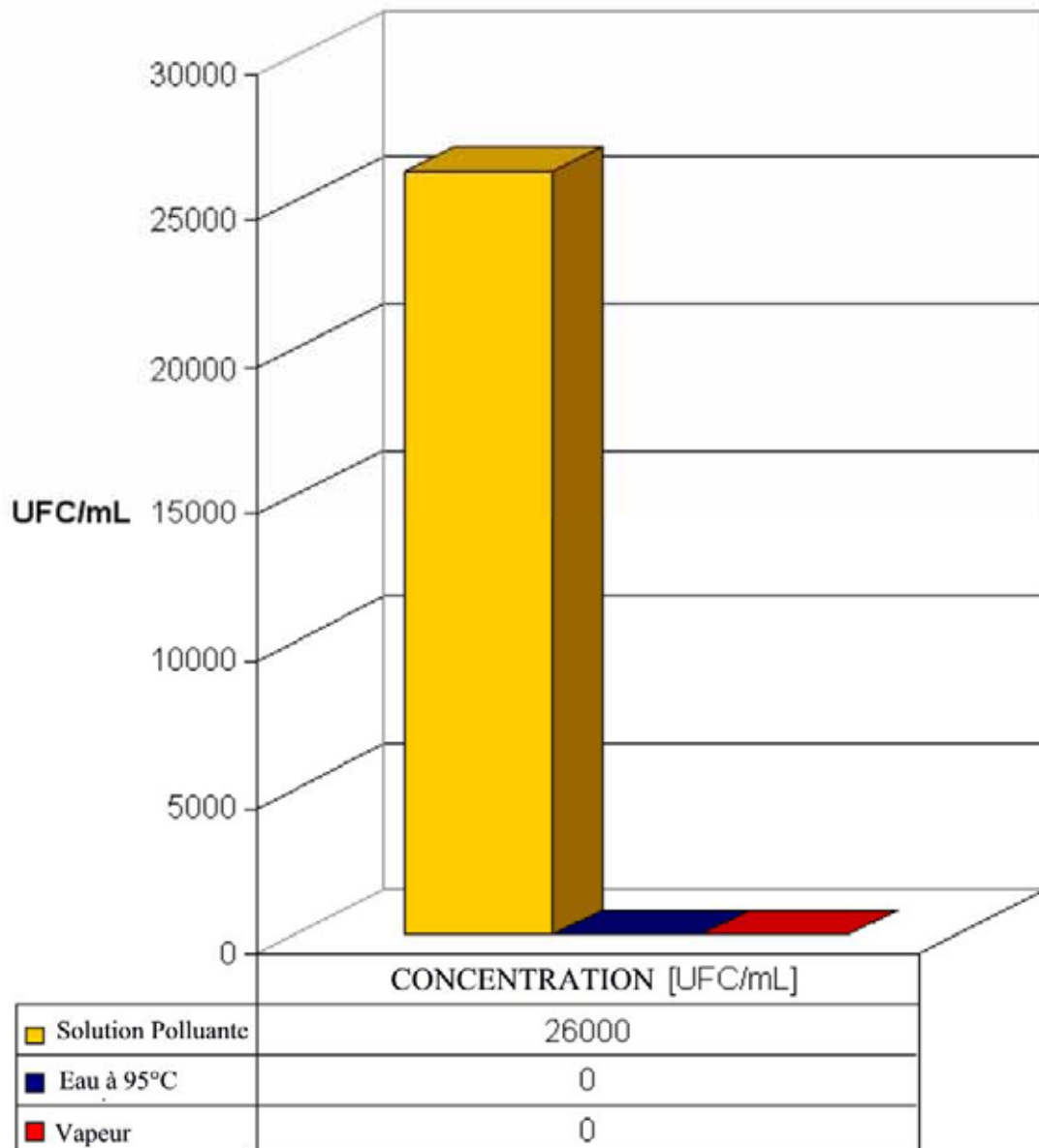
### STERILISATION DE LA TIREUSE



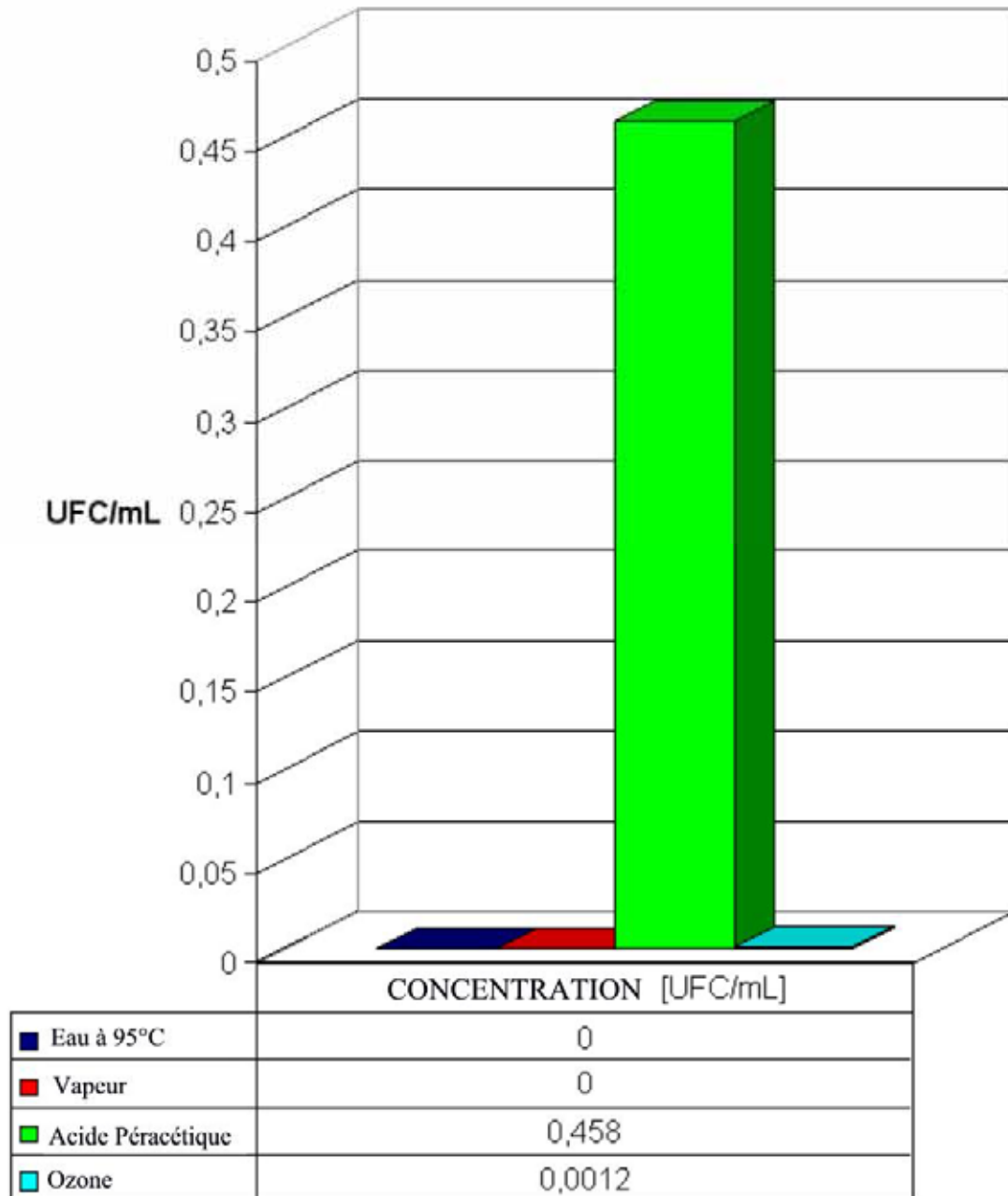
Ce tableau met en évidence que l'efficacité de l'ozone est de l'ordre de 400 fois supérieure à celle de l'acide péracétique.



## STERILISATION DE LA TIREUSE



## STERILISATION DE LA TIREUSE



## **STERILISATION DE LA BOUTEILLE PENDANT LE RINÇAGE**

Pour vérifier l'efficacité de l'ozone comme moyen de stérilisation pendant le rinçage, on a fait des essais en polluant les bouteilles avec des levures. On fait une comparaison de la charge de résidu après le rinçage avec de l'eau et après le rinçage avec de l'eau ozonée.

### **Préparation de la solution polluante**

5 grammes de levures ont été mis dans l'eau. Suivant la réduction de concentration, on a obtenu une solution polluante qui possède nominalelement  $10^6$  micro-organismes vivants par litre. 10 ml de la solution polluante ont été introduits dans chaque bouteille témoin. Avec 3 bouteilles, on a fait des essais en laboratoire pour mesurer la charge réelle présente.

### **Rinçage avec l'eau**

Pour vérifier la charge microbienne résiduelle dans la bouteille après le rinçage avec de l'eau, on a introduit dans chaque bouteille, 10ml de solution polluante et 10ml de solution d'eau micro-filtrée à  $0,45\mu$  avec 50 g/l de sucre qui joue le rôle d'adhérence. Toutes les bouteilles ont été agitées pour bien faire adhérer les levures à la surface. Puis, les bouteilles ont été rincées avec de l'eau en utilisant une rinceuse 12 postes, qui à la vitesse de 2000 bouteilles/heure donne un temps utile de 12 secondes par bouteille. Après le rinçage dans les bouteilles, reste + ou - 2ml d'eau. Dans chaque bouteille ont été ajoutés 2ml d'une solution d'eau micro-filtrée à  $0,45\mu$  avec 18 g/l de NaCl pour maintenir en vie les levures.

### **Rinçage avec ozone**

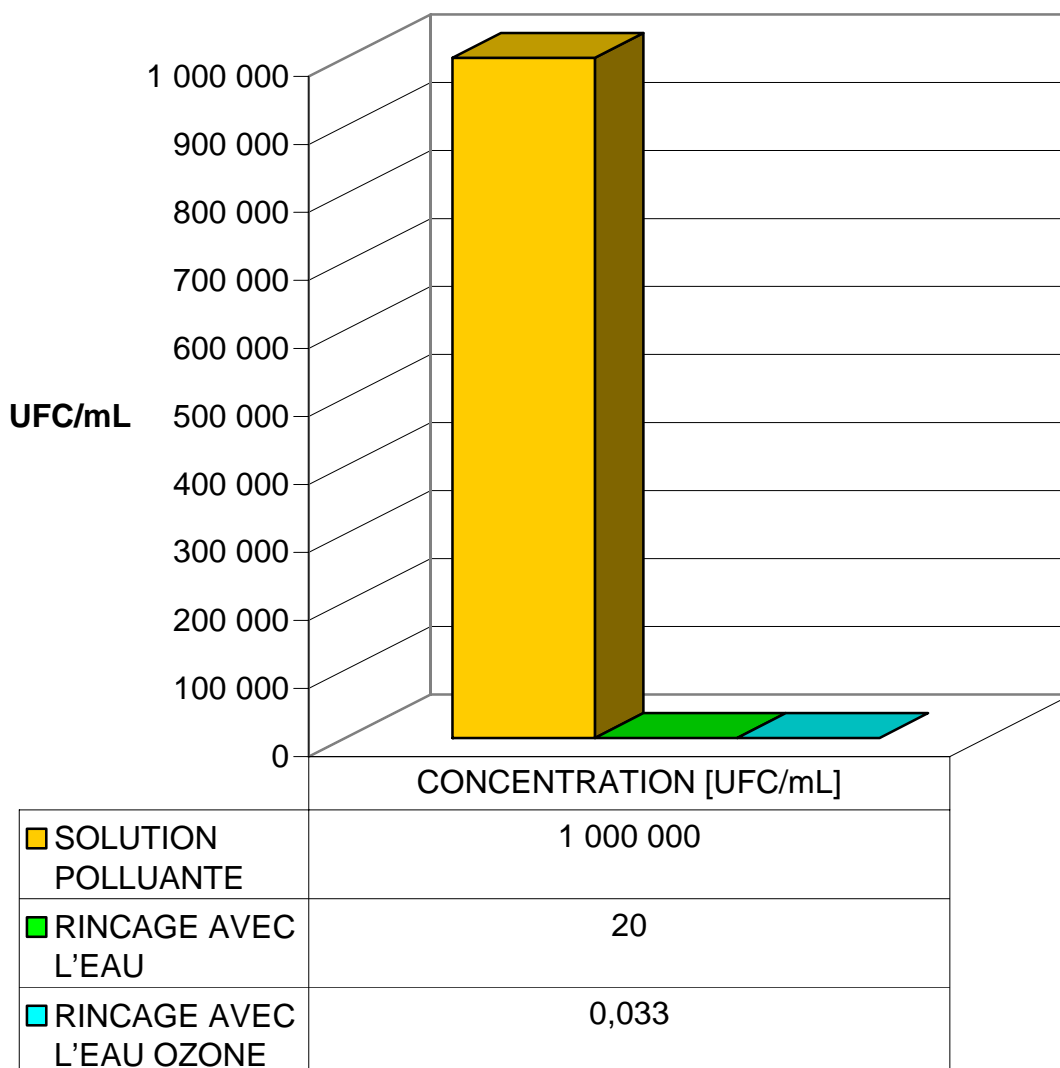
Pour vérifier la charge microbienne dans la bouteille après le rinçage utilisant de l'eau ozonée, les bouteilles sont polluées avec la même procédure que le cas précédent. Les bouteilles ont été rincées dans les mêmes conditions précédentes en utilisant de l'eau ozonée. On a utilisé 4 g/h d'ozone qui à la vitesse de 2000 bouteilles/heure donne une quantité théorique d'ozone de 2 mg par bouteille. Après le rinçage, les bouteilles ont été traitées de la même façon que le cas précédent.

**En comparant les résultats des deux essais, on voit que l'ozone donne une réduction de la charge bactérienne de 99,83%.**

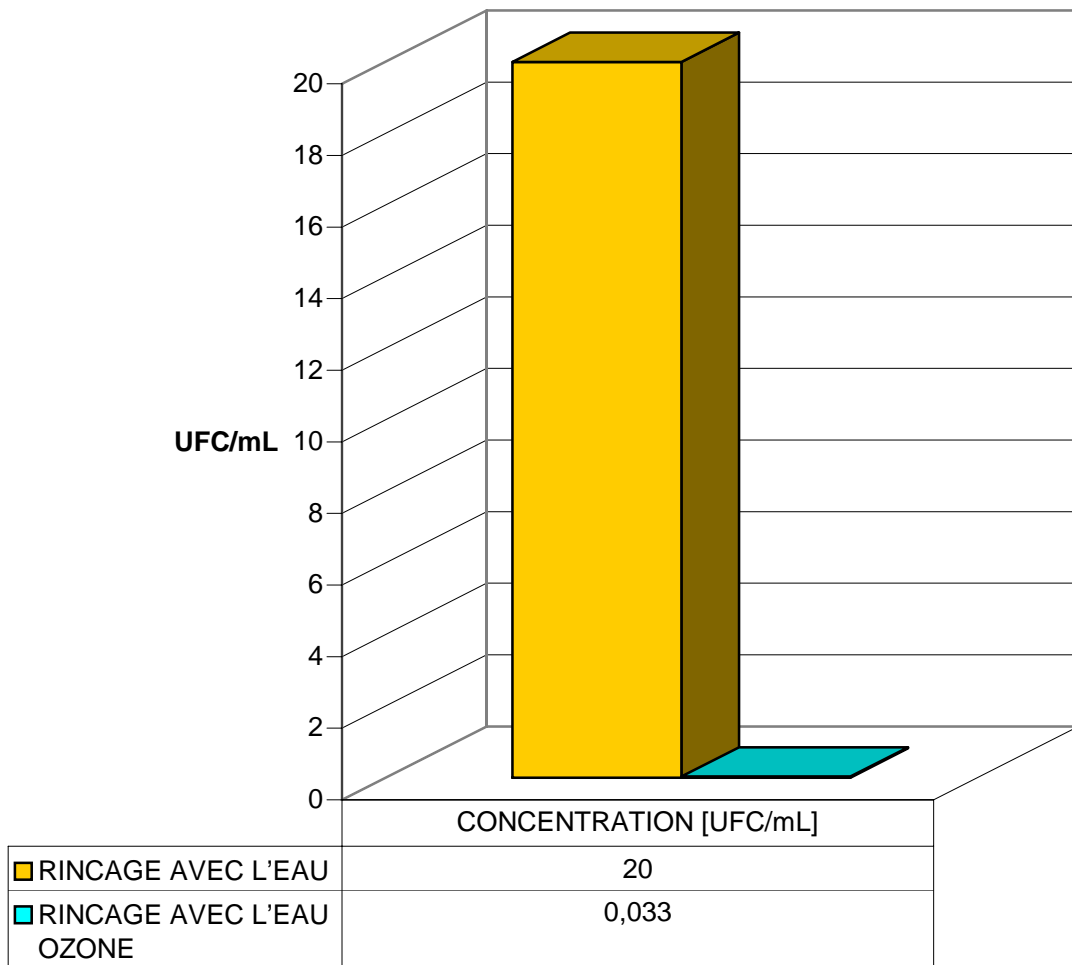
On passe de 20 UFC/ml dans les bouteilles rincées à l'eau et 0,033 UFC/ml dans les bouteilles rincées à l'ozone avec réduction de la charge microbienne de  $10^4$ . Le résultat obtenu pour ces essais vérifie le grand pouvoir de stérilisation de l'ozone pendant le temps bref de rinçage (12 secondes).

<b>ESSAI DE STERILISATION DE LA BOUTEILLE</b>					
SOLUTION POLLUANTE		RINCAGE AVEC L'EAU		RINCAGE AVEC L'EAU OZONEE	
	UFC/mL		UFC/mL		UFC/mL
VALEUR MOYENNE	1,0x10 <sup>6</sup>	VALEUR MOYENNE	20	VALEUR MOYENNE	0,033

### ESSAI DE STERILISATION DE LA BOUTEILLE



ESSAI DE STERILISATION DE LA BOUTEILLE



## **MESURE DE L'OXYDATION DURANT L'EMBOUITEILLAGE**

Le producteur de vin de qualité porte une attention de plus en plus importante au problème de l'oxydation du vin.

La Société GAI depuis plusieurs années, étudie les solutions modernes et fonctionnelles afin de réduire au minimum la quantité d'oxygène pris par le vin pendant l'embouteillage. L'oxydation du vin pendant l'embouteillage peut être divisée en deux parties.

### **1) Oxygène pris par le vin pendant le remplissage de la bouteille**

### **2) Oxygène dans le dégarni.**

Le dégarni est le volume emprisonné entre le bouchon et le vin.

Pour réduire la quantité d'oxygène pris par le vin au tirage, les monoblocs GAI sont équipés d'une station de désaération pour réduire au minimum la quantité d'oxygène présente dans le dégarni. La société GAI propose sur ses monoblocs une station injection de gaz et l'utilisation du vide sur la boucheuse.

## **STATION DE DESAERATION**

En 1984, la société GAI fut la première à introduire une station de désaération sur un monobloc, en précédant une demande qui serait arrivée sur le marché plus tard. A partir de ce moment, la société GAI a fait des études afin de faire évoluer la station de désaération pour réduire au minimum l'oxydation du vin pendant le tirage.

Pour réduire l'oxygène dans le vin, la station de désaération fait une aspiration de l'air contenu dans la bouteille en utilisant une pompe à vide et la substitution de l'air avec un gaz inerte de façon à réduire substantiellement l'oxydation du vin dans la bouteille. On peut voir le schéma de fonctionnement de la station de désaération à la PAGE 31.

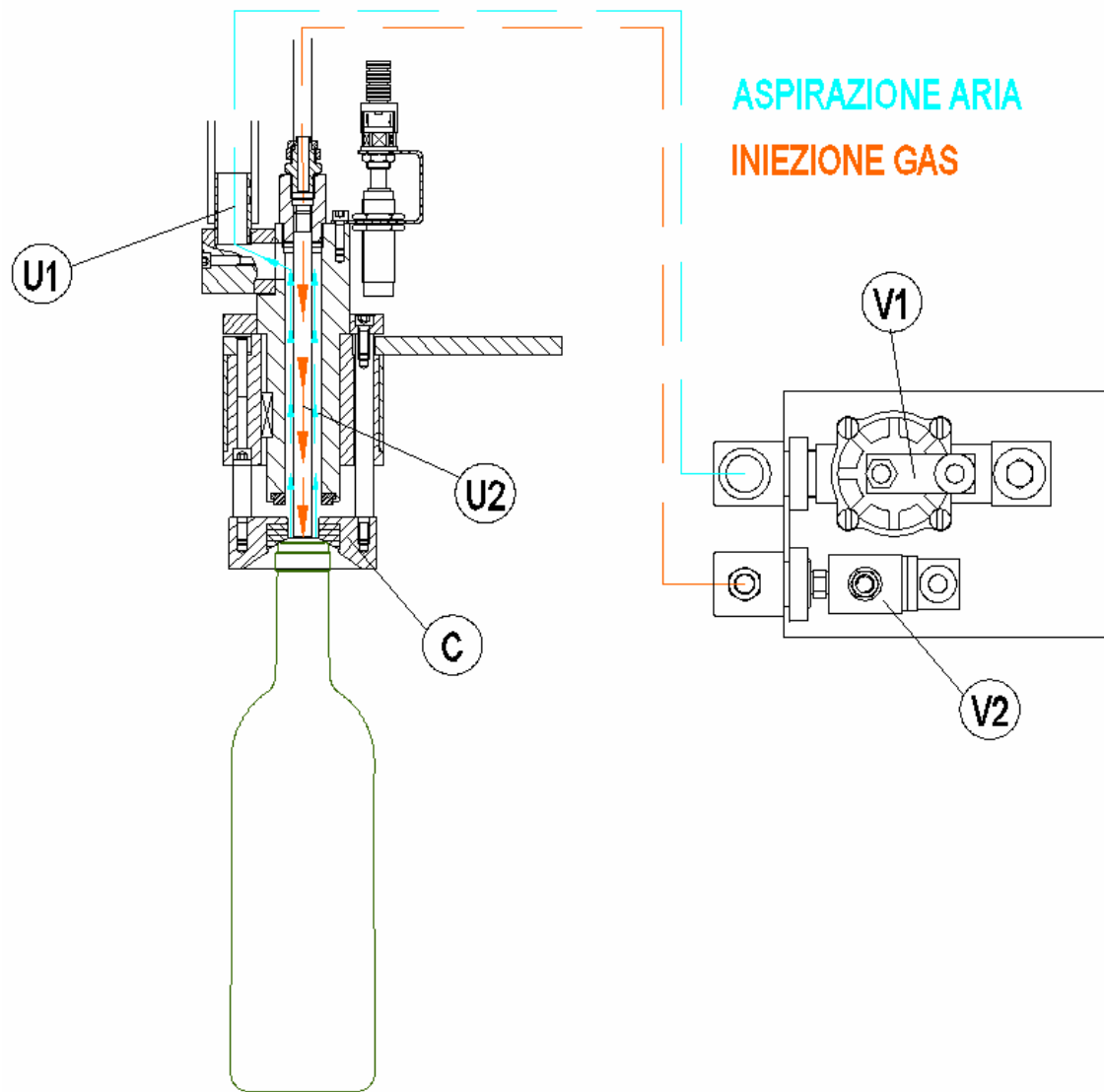
En correspondance de la station de désaération est monté un arbre actionné par le motoréducteur de la machine. Cet arbre permet d'effectuer dans la séquence de travail toutes les opérations se déroulant dans la station de désaération.

Le mouvement vertical alternatif de la station de désaération est commandé par la came C3 qui est une roue solidaire de l'arbre du désaérateur.

Pour effectuer le contact entre le col de la bouteille et la garniture située sur la partie inférieure du cône centreur CC, il y a un soulèvement relatif du cône centreur par rapport à la tête T. Ce mouvement relatif donne la lecture de la cellule de proximité P3, qui constatant la présence de la bouteille, autorise le fonctionnement des électrovannes V1 et V2.

Dans ce mode, quand il n'y a pas de bouteille, le système reste fermé et évite le gaspillage de gaz neutre et la perte du vide dans le conduit d'aspiration. Deux cellules de proximité lisent deux cames solidaires de l'arbre : tout d'abord la came relative à l'aspiration de l'air qui commande l'ouverture de l'électrovanne V1. Dans ce cas, le conduit U1 est relié à la pompe d'aspiration créant ainsi le vide dans la bouteille. Ensuite la came C2 est lue, et grâce à la cellule P2, ouvre l'électrovanne V2 qui fournit l'injection de gaz à travers le conduit U2.





## **INJECTEUR DE GAZ**

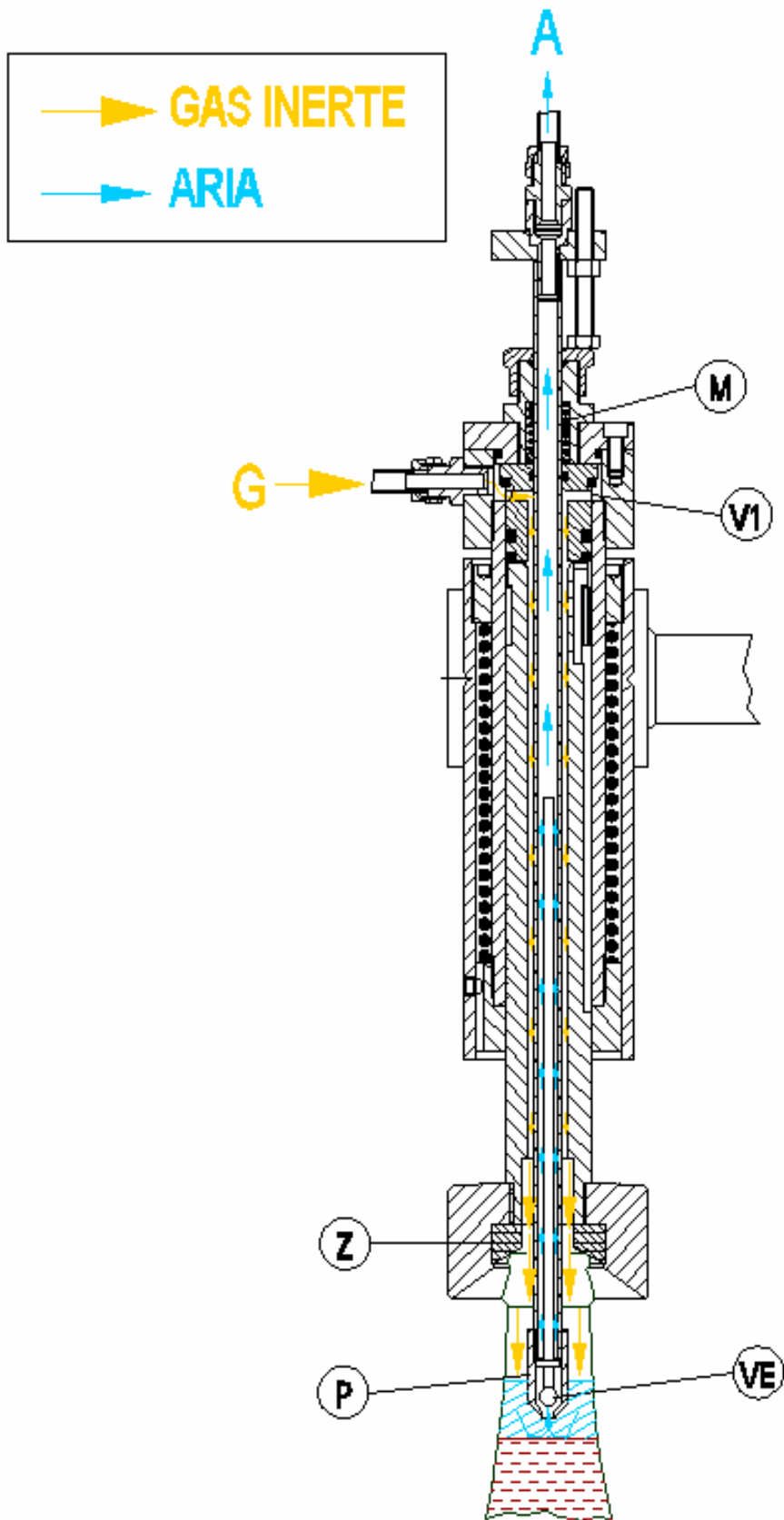
L'injecteur de gaz substitue l'air présent dans le col de la bouteille par un gaz inerte.

Nous pouvons évaluer son fonctionnement selon le schéma Page 34.

L'injecteur descend dans la bouteille et la pointe P pénètre dans le col. Le joint Z fait étanchéité, isolant l'intérieur de la bouteille de l'air ambiant externe. En absence de contact entre le col et le joint, le ressort M reste détendu empêchant le passage de gaz inerte. Le contact du joint Z sur le col de la bouteille et la descente de l'injecteur de gaz provoque la compression du ressort M, ce qui permet l'ouverture du passage V1 et le gaz peut descendre dans la bouteille.

L'entrée de gaz dans le col de la bouteille et l'étanchéité assurée par le joint Z crée une surpression. L'air est ainsi contraint de s'échapper par la vanne antiretour VE située à l'extrémité inférieure de l'injecteur.

En conséquence, la présence d'oxygène dans le dégarni est réduite substantiellement.



## **BOUCHAGE SOUS VIDE**

Le bouchage sous vide permet de réduire ultérieurement la quantité d'oxygène dans le dégarni, comme illustré par le schéma Page 36.

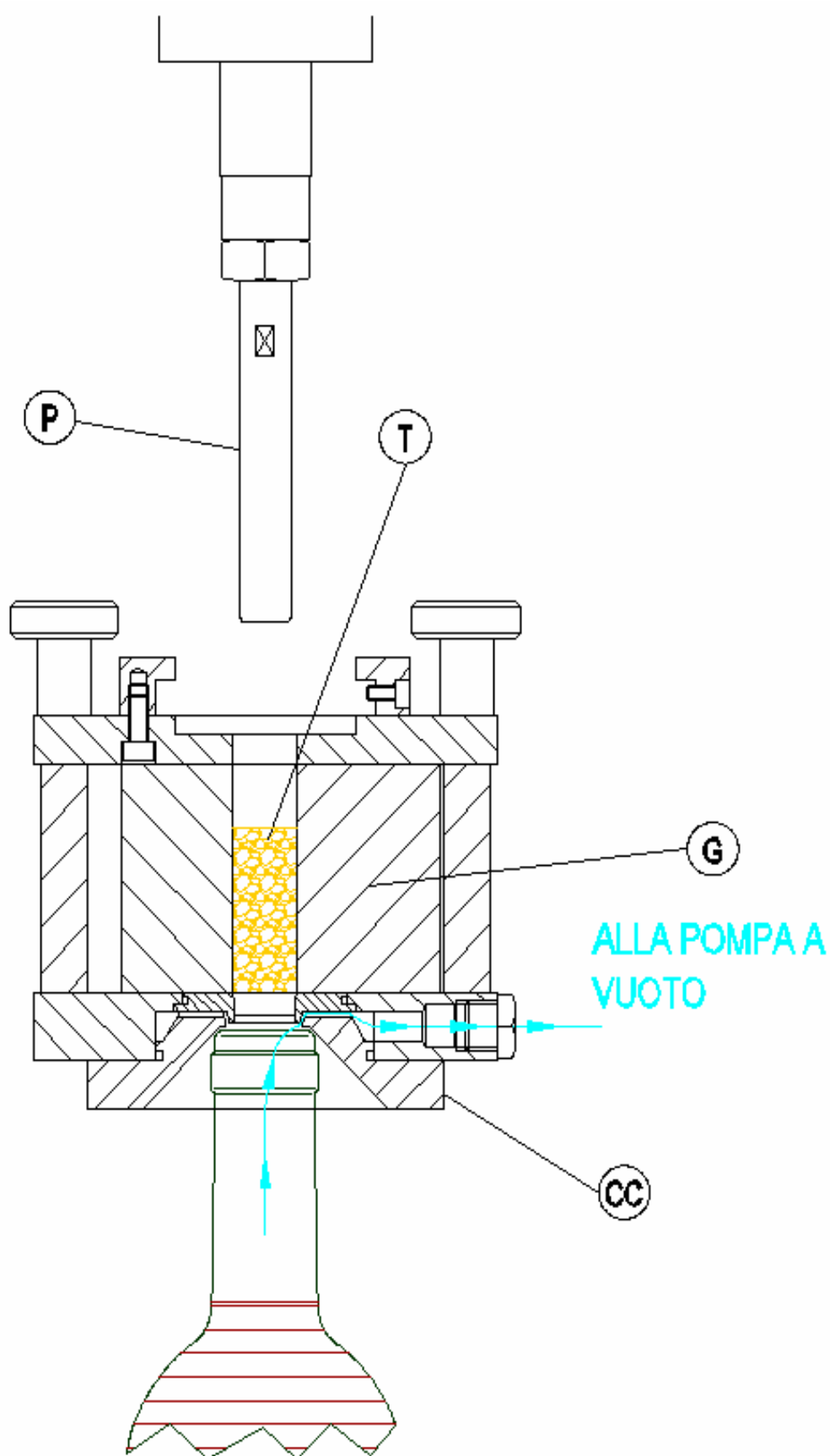
La bouteille est soulevée par une sellette, puis le col de la bouteille va venir faire étanchéité contre le cône centreur CC de la boucheuse.

Les mâchoires G compressent le bouchon à un diamètre de 16mm.

La présence du bouchon comprimé dans les mors et l'étanchéité créée par le col de la bouteille sur le cône centreur assurent l'isolement de l'intérieur de la bouteille par rapport à l'air ambiant externe.

Cette étanchéité étant assurée, une électrovanne s'ouvre reliant le col de la bouteille à la pompe à vide. Comme cela, il est possible d'aspirer une bonne partie du gaz précédemment injecté et les traces éventuelles d'oxygène encore présentes.

Ensuite, le piston P enfonce le bouchon dans le col de la bouteille.



## **DEROULEMENT DES ESSAIS**

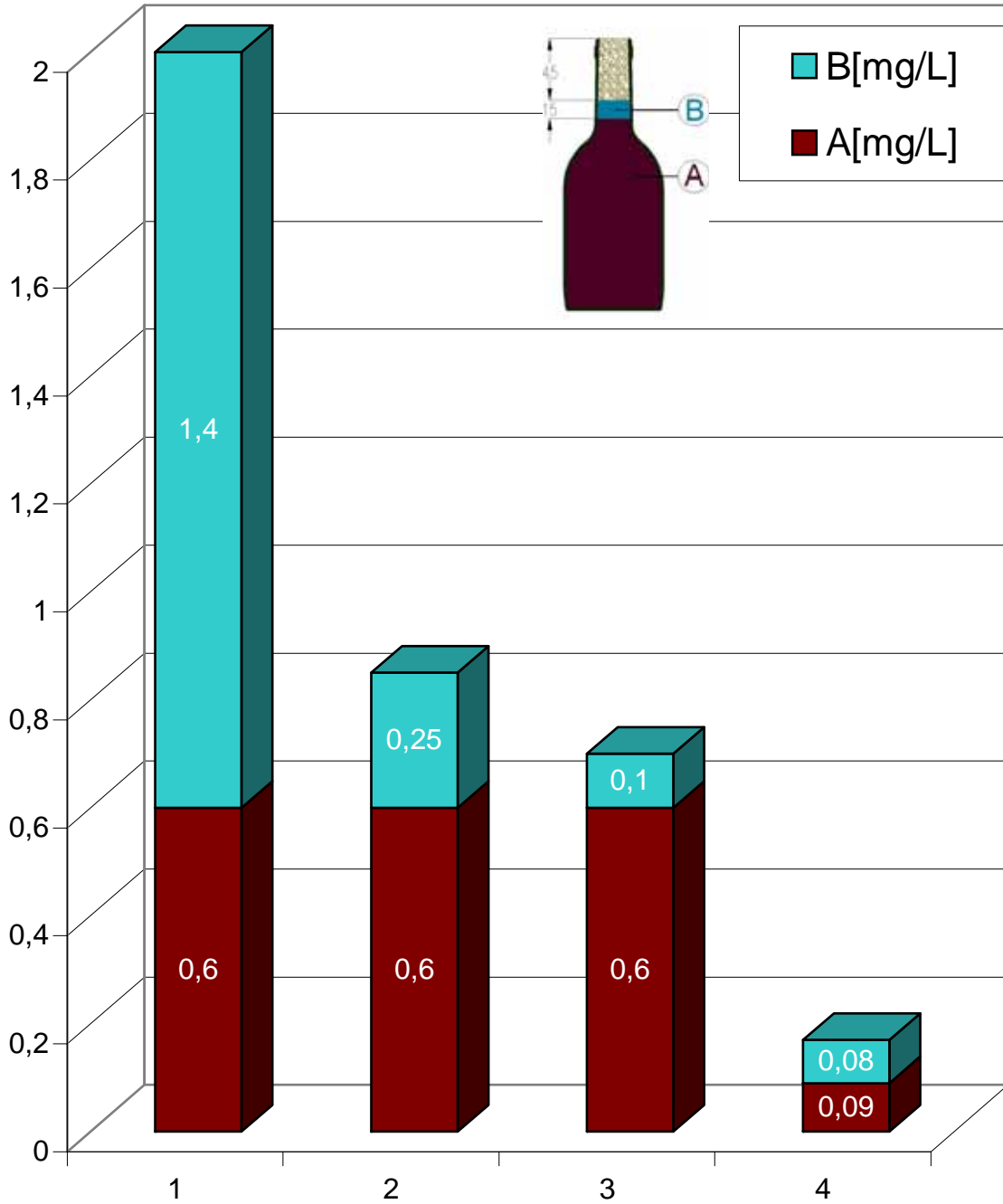
Ces essais sont faits afin de déterminer expérimentalement la quantité d'oxygène incorporé au vin pendant la phase d'embouteillage. Avec les mêmes essais, on a été capable de démontrer l'efficacité des dispositifs pour limiter l'oxydation du vin, qui équipent les monoblocs GAI.

Pour mesurer l'oxygène pris par le vin, on a utilisé un contrôleur d'oxygène commercialisé par les Laboratoires Orbisphère.

Avant de faire des essais sur les bouteilles, il est nécessaire de mesurer la quantité d'oxygène dans le liquide à l'entrée de la machine. Les essais ont été faits en utilisant progressivement les stations qui équipent les monoblocs GAI. Cela a permis de vérifier et de démontrer l'aide importante de chaque station pour éliminer l'oxydation. On a vérifié la quantité d'oxygène pris par le liquide pendant le tirage et l'oxygène dans le dégarni. Les conditions de l'essai sont :

MACHINE	2405 TOP
VITESSE	2000 Bouteilles/heure
Bouchon	45 mm
niveau	60mm
titre alcalimétrique	8° français
Ph de l'eau	7,4

	RINCEUSE	DESAERATEUR	TIREUSE	INJECTEUR DE GAZ	VIDE BOUCHEUSE	BOUCHEUSE	A[mg/L]	B[mg/L]	A+B[mg/L]
1	X		X			X	0,60	1,40	2,00
2	X		X	X		X	0,60	0,25	0,85
3	X		X	X	X	X	0,60	0,10	0,70
4	X	X	X	X	X	X	0,09	0,08	0,17



Durant la seconde partie des essais, on a vérifié la variation de l'oxydation si l'on utilise la rinceuse comme insuffleuse.

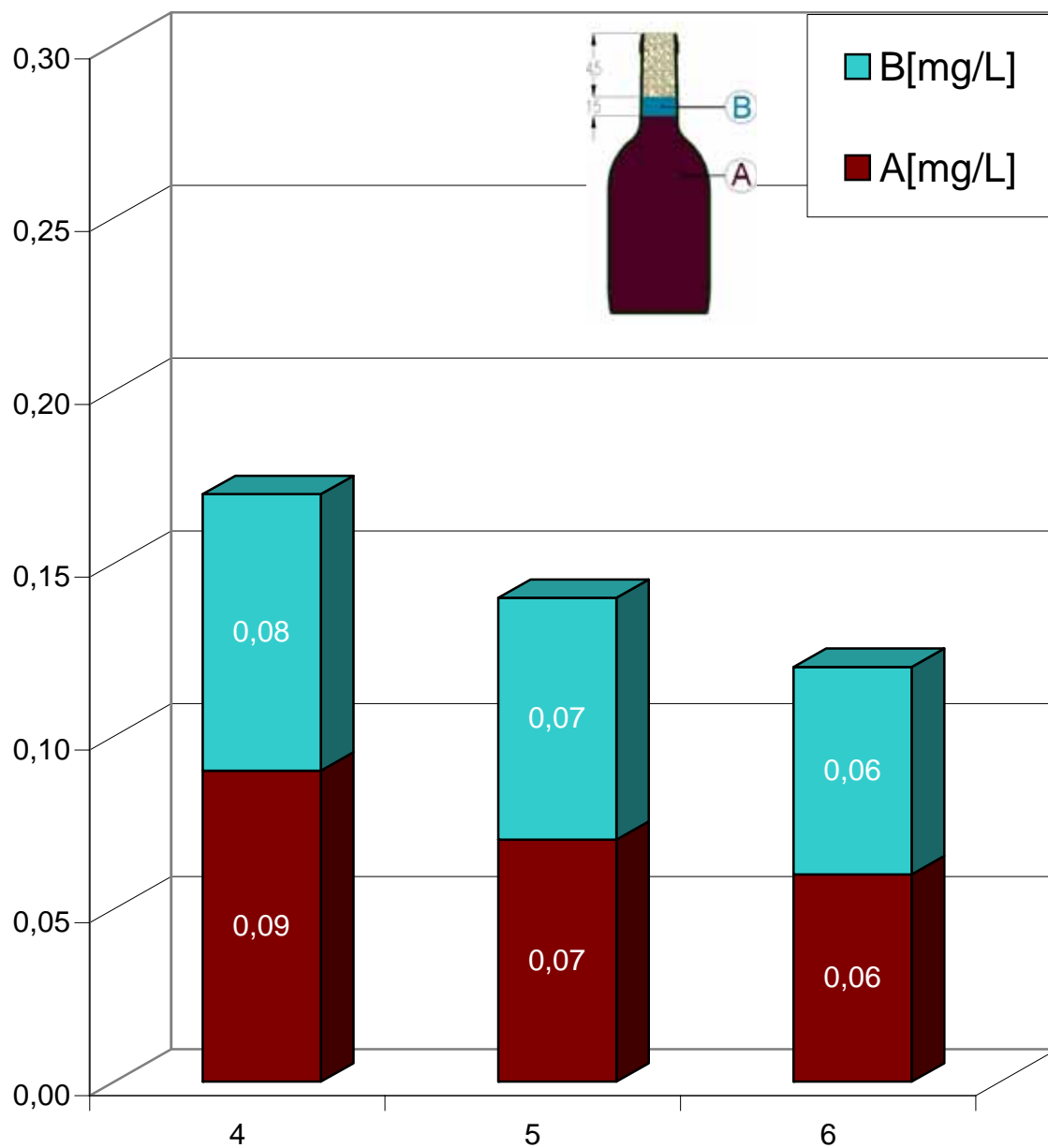
On a vérifié en particulier l'oxydation avec un souffle d'azote à 2 bars. Les conditions d'essai sont les suivantes :

MACHINE	2405 TOP
VITESSE	2000 Bouteilles/heure
Bouchon	45 mm
niveau	60mm
titre alcalimétrique	8° français
Ph de l'eau	7,4

Souffle d'azote à 2 bars à l'insuffleuse pour un temps de 1,2 seconde par bouteille

On calcule que dans les conditions d'essai, l'insuffleuse utilise 3 NL d'azote par bouteille, donc on a substitution d'un volume d'air avec quatre volumes d'azote. Avec la station on consomme 0,75 NL d'azote par bouteille, donc on a substitution d'un volume d'air avec un volume d'azote d'où une meilleure consommation d'azote avec la station de désaération comparé à l'insuffleuse. Le résultat obtenu avec l'insuffleuse pour la station de désaération est similaire. Cet essai vérifie l'efficacité de la station de désaération, avec laquelle on obtiendra le même résultat de l'insuffleuse avec une consommation d'azote 75% moins importante.

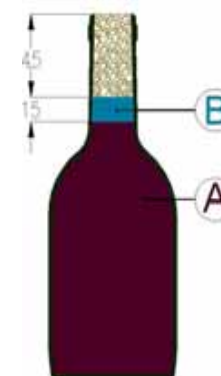
	rinceuse	insufleuse	desaeration	tireuse	Injecteur de gaz	Vide bouchage	bouchage	A[mg/L]	B[mg/L]	A+B[mg/L]
4	X		X	X	X	X	X	0,09	0,08	0,17
5	X	X		X	X	X	X	0,07	0,07	0,14
6	X	X	X	X	X	X	X	0,06	0,06	0,12

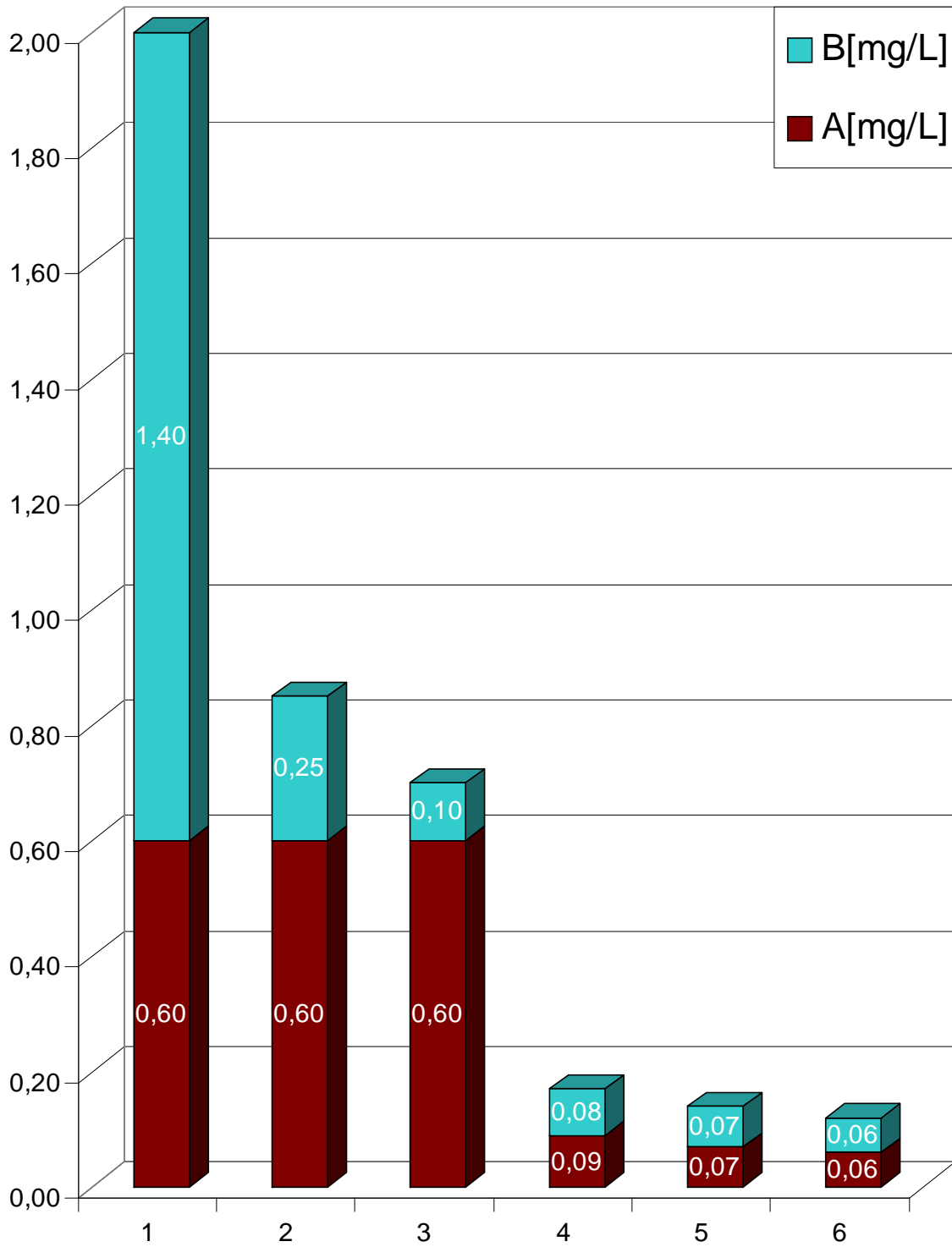


## TABLEAU RESUME

	rinceuse	insuffleuse	desaerateur	tireuse	Injecteur de gaz	Vide bouchage	bouchage	A[mg/L]	B[mg/L]	A+B[mg/L]
1	X			X			X	0,60	1,40	2,00
2	X			X	X		X	0,60	0,25	0,85
3	X			X	X	X	X	0,60	0,10	0,70
4	X		X	X	X	X	X	0,09	0,08	0,17
5	X	X		X	X	X	X	0,07	0,07	0,14
6	X	X	X	X	X	X	X	0,06	0,06	0,12

Condition d'essai	
machine	2405 TOP
vitesse	2000 bott/h
bouchon	45mm
niveau	60mm
Titre alcalimetrique	8°FRANCAIS
PH	7,4
Un souffle d'azote à deux bars à l'insuffleuse	





Dans la troisième partie des essais, nous avons utilisé la rinceuse pour la stérilisation des bouteilles avec l'eau ozonée.

Cet essai a prouvé une grande importance au moment où on a démontré la grande efficacité de l'ozone comme moyen de stérilisation des bouteilles à la rinceuse.

MACHINE	2405 TOP
VITESSE	2000 Bouteilles/heure
Bouchon	45 mm
niveau	60mm
titre alcalimétrique	8° français
Ph de l'eau	7,4

Rinceuse avec eau ozonée.

Sur les tableaux suivants , on peut voir que l'utilisation de l'ozone à la rinceuse n'a aucun effet sur l'oxydation.

rinceuse	ozone	desaerateur	tireuse	Injecteur de gaz	Vide bouchage	bouchage	A[mg/L]	B[mg/L]	A+B[mg/L]
X		X	X	X	X	X	0,09	0,08	0,17
X	X	X	X	X	X	X	0,09	0,08	0,17

