Journal International des Sciences de la Vigne et du Vin, 1992, **26**, N° 2, 97-116

ÉTUDE DE DIFFÉRENTES MEMBRANES DE MICROFILTRATION TANGENTIELLE. COMPARAISON AVEC LA FILTRATION SUR PRÉCOUCHE DE DIATOMÉES

M. SERRANO, B. PONTENS et P. RIBÉREAU-GAYON

Institut d'Œnologie de Bordeaux,
Université de Bordeaux II, 351, Cours de la Libération, 33405 Talence Cedex (France)

Résumé : *Différentes membranes de microfiltration tangentielle de nature minérale et organique sont testées sur des vins après collage et soutirage et sur les vins résiduels obtenus. Leurs performances sont comparées à celles des précouches de diatomées.*

Les médias testés ont une incidence sur la composition macromoléculaire des vins moins importante que les membranes testées antérieurement. Cependant, les débits obtenus sont encore trop faibles pour que la microfiltration tangentielle puisse actuellement concurrencer les filtrations sur précouche de diatomées.

INTRODUCTION

Le développement des techniques de filtration des vins en flux tangentiel est relativement récent.

En France, les premiers essais ont été réalisés avec des membranes d'ultrafiltration (SERRANO et *al.*, 1984; GAILLARD et BERGET, 1984) dont les seuils de coupure se sont révélés trop bas. Très vite, des membranes de microfiltration avec des diamètres de pore plus élevés ont été appliquées à la filtration des vins (POIRIER et *al.*, 1984; BARILLERE et *al.*, 1985; GAILLARD, 1985). Les résultats obtenus ont montré qu'il était possible d'obtenir, en une seule opération, à partir de vins très troubles, des produits brillants, pauvres en germes ou stériles. Cependant, les expérimentations mettaient en évidence l'insuffisance des débits, liée à un colmatage relativement rapide, ainsi qu'une rétention plus ou moins importante de certains composés macromoléculaires pouvant affecter la constitution et la dégustation des vins.

Depuis ces premiers essais, les médias filtrants n'ont cessé d'évoluer, avec l'apparition de nouveaux matériaux de nature organique ou minérale capables de résister à des contraintes plus sévères.

Nous étudions, dans ce travail, plusieurs membranes de microfiltration tangentielle; elles sont utilisées pour la clarification de vins qui présentent des teneurs en particules variables. Les performances de ces différents médias sont comparées à celles des précouches de diatomées. Les essais sont réalisés dans les conditions pratiques de la filtration des vins aux différents stades de leur élaboration.

Une première partie est consacrée à l'étude de la clarification de vins blancs et rouges après collage et soutirage. La comparaison est établie avec un filtre classique à précouche de diatomées fonctionnant sous pression.

La deuxième partie est une expérimentation similaire sur des vins résiduels, obtenus après collage et soutirage. Un parallèle est réalisé avec un filtre rotatif sous vide.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

I — MEMBRANES ÉTUDIÉES, EXPÉRIMENTATIONS

1) Clarification des vins soutirés après collage.

Deux membranes de nature minérale et une membrane organique plane ont été testées à l'aide de matériels pilote.

Un vin blanc sec millésime 1987 et un vin rouge de l'année 1986 ont servi aux expérimentations. Ils proviennent du vignobles bordelais.

Ces deux vins sont collés respectivement à l'albumine de sang (8 g x hl^{-1}) et à la gélatine (8 g x hl^{-1}), leurs caractéristiques analytiques sont données tableau I.

TABLEAU I

Caractéristiques analytiques des vins soutirés après collage

	Vin blanc	Vin rouge
Titre alcoométrique (% vol)	11,97	12,10
Turbitidé (NTU)	7,00	3,00
Teneur en particules (% vol)	0,05	0,10
Indice de colmatage (ml en 5')	V5 = 120	V5 = 130
Viscosité (cPo)	1,40	1,42

Après soutirage, ils sont divisés en six lots, clarifiés de façon différente :

a) par soutirage (témoin);

b) par filtration frontale sur précouche de diatomées;

c) par filtration tangentielle sur membrane CORTANE 6 µm. Il s'agit d'un média minéral multicanaux constitué d'un support alumine - titane et d'une couche filtrante en oxyde de titane;

d) par filtration tangentielle sur membrane SCT (CERAVER) 0,2 µm. C'est un média minéral tubulaire avec un support alumine et une couche filtrante en oxyde de zirconium.

e) par filtration tangentielle sur la membrane précédemment décrite SCT (CERAVER) 0,2 µm mais avec décolmatage par inversion de flux du filtrat avec une contre pression de 6 bars.

f) par filtration tangentielle sur la membrane RHONE POULENC 0,4 µm. Il s'agit d'un média organique plan à base de polyvinyl difluoré.

Au cours des différents essais, les conditions hydrodynamiques sont enregistrées; des échantillons sont prélevés à la sortie des appareils de façon à contrôler la qualité des filtrations pendant la durée des cycles de travail.

Après chaque expérimentation, les filtrats recueillis dans des fûts inox stériles de 50 litres, sont mis en bouteilles de façon aseptique après réajustage de l'anhydride sulfureux libre. Les vins sont ensuite conservés en chambre thermostatée à 12°C afin de réaliser les analyses physico-chimiques et organoleptiques après six et douze mois de conservation.

2) Clarification des vins résiduels après collage

Des matériels pilotes ont permis de tester cinq membranes minérales et deux membranes organiques.

Les essais ont été réalisés sur les produits résiduels après collage et soutirage d'un vin blanc sec et d'un vin rouge appellation Bordeaux, millésime 1987. Les colles employées sont respectivement l'albumine de sang (10 g x hl^{-1}) et la gélatine (4 g x hl^{-1}). Ces lies de collage représentent 6 p. cent du volume des vins à soutirer. Après homogénéisation et réajustage de l'anhydride sulfureux libre, elles sont stockées dans une petite cuve expérimentale munie d'un agitateur. Les sept membranes sont comparées à un filtre rotatif sous vide. Les caractéristiques analytiques de ces fonds de cuves sont données dans le tableau II.

Chacun des ces deux vins résiduels est séparé en en huit lots et clarifié de la manière suivante :

a) par filtration frontale avec un filtre rotatif sous vide (précouche de diatomées);

b) par filtration tangentielle sur membrane CORTANE 2 µm. C'est un média minéral multicanaux constitué d'un support alumine - titane et d'une couche filtrante en oxyde de titane;

TABLEAU II

Caractéristiques analytiques des vins résiduels après collage

	Vin blanc	Vin rouge
Titre alcoométrique (% vol)	11,80	11,95
Turbitidé (NTU)	393	1.550
Teneur en particules (% vol)	0,4	6,0
Indice de colmatage	non mesurable	non mesurable
Viscosité (cPo)	1,80	1,82

c, d et e) par filtration tangentielle sur les membranes SCT (CERAVER) 0,2 µm, 1,4 µm et 2 µm. Il s'agit de médias minéraux tubulaires : support alumine, couche filtrante en oxyde de zirconium;

f) par filtration tangentielle sur la membrane CARBONE LORRAINE 0,2 µm. C'est une membre minérale tout carbone.

g et h) par filtration tangentielle sur les membranes RHONE POULENC 0,4 µm et 0,8 µm. Il s'agit d'éléments organiques plans à base de polyvinyl difluoré.

Au cours des différents essais, les conditions hydrodynamiques sont enregistrées et des échantillons sont prélevés à la sortie des appareils de façon à contrôler la qualité des filtrations au cours des cycles de travail.

Les filtrats, recueillis dans des fûts inox stériles de 50 litres, sont réajustés en anhydride sulfureux libre et mis en bouteilles de façon aseptique. Les vins sont ensuite placés en chambre thermostatée à 12°C pour subir, après un mois de conservation, une série d'analyses physico-chimiques et organoleptiques.

II — ANALYSES

La qualité des clarifications est évaluée par la mesure de la turbidité (néphélomètre SIGRIST PHOTOMETER modèle KTL), la détermination de l'indice de colmatage (LAURENTY, 1974) et le dénombrement des germes viables (LAFON-LAFOURCADE et JOYEUX, 1979).

Les analyses courantes sont réalisées avec les méthodes décrites par RIBÉREAU-GAYON et *al.*, (1982).

Les polysaccharides sont dosés selon la technique donnée par DUBOURDIEU (1982).

La chromatographie en phase gazeuse est utilisée pour le dosage des composés aromatiques (BERTRAND, 1981).

La couleur des vins blanc est déterminée avec la méthode décrite par VOYATZIS (1984).

L'analyse de la couleur des vins rouges fait appel aux méhodes mises au point par GLORIES (1984)

Sur le plan organoleptique, un jury de dix dégustateurs a participé aux différents examens. Le test de KRAMER au seuil de 5 p. cent (TOMASSONE et FLANZY, 1977) a été utilisé pour apprécier l'existence éventuelle de différences significatives.

RÉSULTATS

I — CLARIFICATION DES VINS SOUTIRÉS APRES COLLAGE

1) Conditions hydrodynamiques

La figure 1 rassemble les débits moyens de filtrat enregistrés au cours des différentes filtrations; pour ces vins déjà préclarifiés par soutirage et collage, ils sont compris entre 57 et 130 l x h^{-1} x m^{-2}. Ces chiffres sont plus élevés qu'en ultrafiltration (VANNIER, 1987) mais ils sont voisins de ceux obtenus en microfiltration tangentielle par d'autres auteurs (GAILLARD BERGER, 1984).

La membrane organique RHÔNE POULENC donne les débits les plus faibles malgré un diamètre de pores de 0,4 µm.

Les membranes minérales CORTANE ET SCT (CERAVER) assurent des débits supérieurs. Le média 6 µm ne donne pas des débits beaucoup plus élevés que la membrane 0,2 µm. Sur cette dernière, le décolmatage par inversion de flux permet une augmentation du débit moyen de près de 80 p. cent (245 l x h^{-1} x m^{-2}), il s'agit là d'un résultat particulièrement intéressant.

Dans tous les cas, les pressions transmembranaires restent faibles (0,7 à 1,3 bar), pour des vitesses tangentielles comprises entre 2 et 3 m x s^{-1}. Les pourcentages de concentrat sont dans tous les cas inférieurs à 0,2 p. cent.

Les pertes de débit instantané en fin de cycles sont importants (50 à 90 p. cent); le colmatage des membranes n'est pas négligeable. Pour un média donné, il est lié à sa configuration géométrique (plane ou tubulaire), aux conditions hydrodynamiques utilisées (pression transmembranaire, vitesse tangentielle) et à la nature des particules qui constituent la couche de polarisation. C'est pour ces différentes raisons qu'une membrane d'un diamètre de pore de 0,4 µm (média organique plan RHÔNE POULENC) peut donner un débit inférieur à celui d'une membrane de 0,2 µm (média minéral tubulaire SCT (CERAVER). Des observations similaires ont été faites par BELLEVILLE (1991).

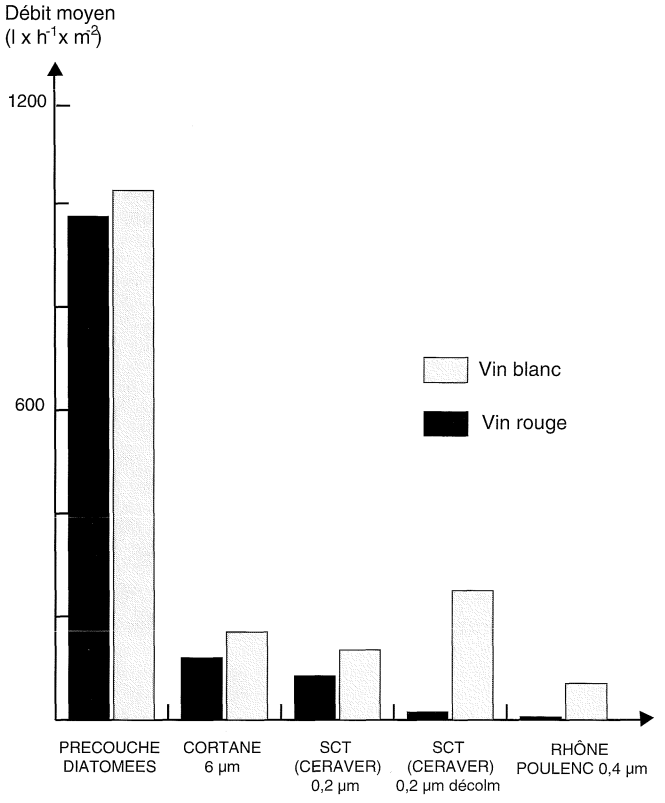


Fig. 1 — Débits moyens de filtration d'un vin blanc et d'un vin rouge.
Vins soutirés après collage

2) Qualité des clarifications

Les résultats sont regroupés dans le tableau III. Les valeurs enregistrées après filtration sur précouche de diatomées sont en accord avec les observations de la pratique lorsque cette technique est mise en œuvre après collage. Les vins sont brillants, les indices de colmatage faibles. les populations microbiennes diminuent de façon acceptable.

La membrane minérale lâche (CORTANE 6 µm) donne les moins bons résultats. Les turbidités sont les plus élevées. Les indices de colmatage sont importants surtout sur le vin blanc, la rétention microbienne est insuffisante.

La membrane minérale SCT (CERAVER) 0,2 µm apporte des résultats convenables, au moins équivalents à ceux de la filtration sur précouche de diatomées. Cependant, avec ce diamètre de pore, les filtrats devraient être stériles. Des contaminations en aval des membranes peuvent être responsables de cette observation. Il est aussi possible que des difficultés liées à la fabrication de ce type de média provoque la formation de pores largement

supérieurs à 0,2 µm. Lorsqu'il y a décolmatage par inversion de flux, la couche de polarisation est détruite de façon séquentielle, la qualité de la clarification est un peu moins bonne mais demeure néanmoins tout à fait suffisante. Cependant, des prélèvements effectués juste après la mise en œuvre de la contre pression montrent que cette pratique peut entraîner une perte de la stabilité microbiologique et une augmentation de la turbidité; ESCUDIER et *al.* (1987) ont fait la même observation.

La membrane organique RHÔNE POULENC 0,4 µm donne les meilleurs résultats, mais les débits obtenus sont faibles.

3) Déterminations analytiques courantes

Ces analyses ne sont pas précisées dans les tableaux car les variations sont peu sensibles. Cependant, la technique tangentielle provoque une légère diminution du titre alcoométrique (0,3 à 0,4 p. cent en volume). De même, les vins ainsi clarifiés ont des teneurs en anhydride sulfureux légèrement plus faibles, preuve d'une légère oxydation par le système de filtration en circuit fermé (batch). Ces vins présentent aussi des teneurs en gaz carbonique plus basses que les vins filtrés sur précouche de diatomées.

4) Analyses spécifiques du vin blanc.

Elles sont rassemblées dans le tableau IV.

La filtration sur précouche de diatomées, comme sur les membranes minérales n'a pas d'incidence notable sur la couleur jaune (DO_{420}) et sur les composés phénoliques totaux (indice d_{280}). Par contre, l'utilisation de la membrane organique RHÔNE POULENC, qui est caractérisée par une ouverture de pore plus large (0,4 µm), entraîne une diminution significative de la couleur de 20 p. cent et de la teneur en phénols totaux (15 p. cent).

Les filtrations sur précouche de diatomées et avec la membrane CORTANE 6 µm n'entraînent pas de rétention significative des polysaccharides. La membrane SCT (CERAVER) 0,2 µm provoque une perte de l'ordre de 40 p. cent; lorsqu'il y a un décolmatage par inversion de flux, les polysaccharides sont un peu moins retenus. Le vin filtré avec la membrane RHÔNE POULENC possède la teneur la pus faible (perte de 50 p. cent) malgré un diamètre de pore de 0,4 µm.

Pour les composés volatils, le vin filtré sur précouche de diatomées présente des valeurs pratiquement équivalentes à celles du témoin. Les membranes minérales induisent des pertes notables, d'autant plus importantes qu'elles possèdent des pores serrés; cependant, le décolmatage par inversion de flux atténue ce phénomène de rétention. La membrane organique RHÔNE POULENC provoque les diminutions les plus conséquentes.

L'évolution des analyses du vin blanc au cours de la conservation n'est pas détaillée ici. Cependant, il est possible de noter que la couleur ne varie pas pendant les six premiers mois pour les différents vins clarifiés. Par la suite, l'oxydation consécutive à la mise en bouteilles entraîne une légère augmentation de la DO_{420}; l'indice d_{280}, n'évolue pas.

TABLEAU III

Influence de différentes techniques de filtration sur la qualité de la clarification d'un vin blanc et d'un vin rouge.
Vins soutirés après collage

	Témoin	Précouche diatomées	CORTANE 6 µm	SCT (CERAVER) 0,2 µm	SCT (CERAVER) 0,2 µm avec décolmatage	RHÔNE POULENC 0,4 µm
Turbidité (NTU) vin blanc	7,00	0,32	0,95	0,26	0,60	0,28
Turbidité (NTU) vin rouge	3,00	0,51	1,08	0,22	0,21	0,10
Indice de colmatage vin blanc	V5 = 120	30	270	24	31	30
Indice de colmatage vin rouge	V5 = 130	32	73	45	57	22
Levures viables (/100 ml) vin blanc	30.000	1.400	2.400	< 1	10	< 1
Levures viables (/100 ml) vin rouge	200.000	4.200	2.580	16	110	4
Bactéries viables (/100 ml) vin blanc	7.200	6.500	6.100	130	850	50
Bactéries viables (/100 ml) vin rouge	—	16.000	48.000	8.500	12.500	500

TABLEAU IV

Influence de différentes techniques de filtration sur la couleur, les composés volatils et les polysaccharides totaux d'un vin blanc soutiré après collage (en mg x l^{-1})

	Témoin	Précouche diatomées	CORTANE 6 µm	SCT (CERAVER) 0,2 µm	SCT (CERAVER) 0,2 µm avec décolmatage	RHÔNE POULENC 0,4 µm
DO_{420}	0,085	0,083	0,085	0,090	0,090	0,066
Indice d_{280}	5,7	5,7	5,6	5,5	5,5	4,9
Polysaccharides totaux	191	187	183	116	139	95
Alcools supérieurs (somme)	476	466	463	461	463	410
Acétates d'alcools supérieurs (somme)	2,8	2,6	2,4	2,2	2,3	2,0
Acides gras volatils (somme)	14,6	14,3	14,8	14,3	13,9	11,8
Esters éthyliques d'acides gras (somme)	2,8	2,8	2,5	2,1	2,4	1,9

TABLEAU V

Influence de différentes techniques de filtration sur les analyses spécifiques d'un vin rouge soutiré après collage

	Témoin	Précouche diatomées	CORTANE 6 µm	SCT (CERAVER) 0,2 µm	SCT (CERAVER) 0,2 µm avec décolmatage	RHÔNE POULENC 0,4 µm
Polysaccharides totaux (mg x l^{-1})	580	540	555	425	450	355
Indiice d_{280}	43	42	42	41	41	36
Tanins (g x l^{-1})	2,7	2,6	2,3	2,3	2,3	2,0
Indice de : • dialyse	21	22	21	21	22	22
• éthanol	12	11	12	9	8	5
• Hcl	28	24	29	35	21	22
• gélatine	45	49	36	39	38	50
Anthocyanes totales (mg x l^{-1})	229	215	205	185	184	157
Indice de : • pvp	45	31	41	57	35	28
• ionisation	30	36	34	45	43	37
ICM	0,621	0,595	0,670	0,748	0,715	0,521
Teinte	0,704	0,735	0,679	0,712	0,689	0,708
d420 %	37	38	36	37	37	38
d520 %	53	52	54	53	53	54
d620 %	10	10	10	10	10	8
dA %	56	54	57	55	56	57
d520 %	0,331	0,310	0,362	0,390	0,383	0,280
dAI %	14	20	12	6	12	18
dTA %	48	58	46	58	50	44
dTAT %	38	28	42	36	38	38

Toutes les substances volatiles diminuent au cours de la conservation; les pertes sont d'autant plus grandes que les teneurs initiales sont élevées. Après douze mois, les différents vins ont des teneurs très voisines. On retrouve ici une observation déjà faite par SERRANO et *al.* (1988).

5) Analyses spécifiques du vin rouge.

Elles sont rassemblées dans le tableau V.

La rétention des polysaccharides est négligeable au cours de la filtration sur précouche de diatomées et avec la membrane CORTANE 6 µm. Le média SCT (CERAVER) 0, 2µm provoque une diminution de ces macromolécules d'environ 25 p. cent et contrairement à l'observation faite sur le vin blanc, il n'y a pas de différence significative lorsque le décolmatage par inversion de flux est utilisé. Après filtration avec la membrane RHONE POULENC 0,4 µm, les polysaccharides diminuent de 40 p. cent.

D'une manière générale, la composition phénolique est plus ou moins affectée selon le type de média filtrant utilisé. La filtration sur précouche de diatomées n'entraîne pas de rétention des composés phénoliques totaux (indice d_{280}) mais provoque plutôt une réorganisation des équilibres phénoliques entre les anthocyanes libres et celles combinées aux tanins; elle est accompagnée d'une légère oxydation du vin (augmentation de la DO_{420}), l'aspect de la couleur est un peu moins rouge.

L'utilisation des membranes CORTANE et SCT (CERAVER) conduit à une très légère rétention des composés phénoliques. Les molécules les plus affectées sont les complexes tanins-anthocyanes et les molécules de tanins les plus combinés (indice ETOH). Il semble y avoir en outre une réorganisation des équilibres d'ordre certainement oxydatif entraînant une augmentation de la couleur du vin. On constate également une diminution de la réactivité des molécules de tanins liée à une baisse d'astringence du milieu (indice gélatine). Le phénomène de rétention est dans pratiquement tous les cas plus accentué avec la membrane de 0,2 µm.

La membrane organique RHÔNE POULENC entraîne la plus grande rétention au niveau phénolique (tanins et anthocyanes) malgré un diamètre de pore de 0,4 µm. Il est possible d'envisager ici que la couche de polarisation joue un rôle important dans l'arrêt des molécules de composés phénoliques qui existent dans le vin à l'état plus ou moins colloïdal.

Après un an de conservation à 12°C, les analyses non données dans ce texte font toujours ressortir une différence sur le plan analytique du vin filtré avec la membrane RHÔNE POULENC (indice d_{280}); cependant, les variations sont beaucoup plus faibles. Les résultats des autres filtrations montrent qu'au cours du temps les caractéristiques phénoliques des vins filtrés deviennent voisines de celles du vin clarifié par sédimentation naturelle.

6) Examen organoleptique.

Pour le vin blanc comme pour le vin rouge, l'application du test de Kramer au seuil de 5 p. cent ne permet pas de relever de différence significative après un, six et douze mois de conservation des échantillons.

TABLEAU VI

Influence de différentes techniques de filtration sur la qualité de la clarification d'un vin blanc et d'un vin rouge. Vins résiduel après collage

	Brut (avant filtration)	Rotatif sous vide	SCT (CERAVER) 0,2 µm	RHÔNE POULENC 0,4 µm	RHÔNE POULENC 0,8 µm
Turbidité (NTU) vin blanc	393	11	0,35	0,20	0,38
Turbidité (NTU) vin rouge	1.550	13	0,01	0,06	1,10
Indice de colmatage vin blanc	non mesurable	V5 = 70	12	16	23
Indice de colmatage vin rouge	non mesurable	V5 = 150	5	12	170
Levures viables (/100 ml) vin blanc	80.000	1.100	< 1	1	65
Levures viables (/100 ml) vin rouge	82.000	1.600	< 1	400	4.000
Bactéries viables (/ 100 ml) vin blanc	4.000	700	< 1	< 1	< 1
Bactéries viables (/ 100 ml) vin rouge	25.000	1.200	< 1	110	6.000

II — CLARIFICATION DES VINS RÉSIDUELS APRES COLLAGE

1) Essai préliminaire

Un essai préliminaire a été réalisé avec les différentes membranes étudiées; les résultats ne sont pas décrits dans ce texte. Cependant, ils montrent que parmi les 6 médias minéraux testés, la membrane SCT (CERAVER) 0,2 µm assure le meilleur compromis entre le débit et la qualité de la clarification. De plus, malgré un faible diamètre de pore, la composition analytique des vins filtrés est peu différente de celle des vins clarifiés sur les autres membranes testées. En outre, elle n'a pas d'incidence organoleptique défavorable.

Pour ces raisons, elle est la seule membrane minérale retenue pour le reste de l'étude.

2) Conditions hydrodynamiques

La figure 2 montre que les débits moyens de filtrat sont faibles, ils restent compris entre 25 et 96 $l \times h^{-1} \times m^{-2}$. Ces valeurs correspondent davantage à l'ultrafiltration plus particulièrement avec le média RHÔNE POULENC. La membrane SCT (CERAVER) 0,2 µm donne les débits les plus élevés malgré un diamètre de pores inférieur à ceux des deux autres médias. Ce résultat confirme les observations faites dans la première partie de ce travail sur les vins soutirés après collage. Les diminutions de débits instantanés en fin de cycle varient entre 47 et 88 p. cent et c'est surtout avec le média RHÔNE POULENC 0,8 µm que le colmatage est le plus marqué. Les pressions transmembranaires sont faibles (0,7 et 1,6 bar) et restent stables du début jusqu'à la fin des cycles, les vitesses tangentielles sont comprises entre 2 et 4 $m \times s^{-1}$. Les pertes de vin en fin de filtration sont négligeables pour les trois filtres tangentiels (< 0,2 p. cent) en comparaison de celles enregistrées avec le filtre rotatif sous vide qui atteignent 3,9 p. cent pour le vin blanc et 6,5 p. cent pour le vin rouge.

3) Qualité des clarifications

Les résultats obtenus lors de la filtration du vin blanc et du vin rouge résiduels après collage et soutirage sont donnés tableau VI.

Le filtre rotatif sous vide ne permet pas d'obtenir de faibles turbidités, les vins ne sont pas brillants, de plus, on trouve des germes viables dans les filtrats. Cependant, ce résultat ne constitue pas réellement un handicap car dans les entreprises où ces vins résiduels sont clarifiés par ce procédé, les filtrats sont le plus souvent réincorporés dans les vins soutirés pour être à nouveau filtrés sur précouche de diatomées.

Quant aux trois membranes étudiées, elles assurent d'excellents résultats. Les turbidités et les indices de colmatage sont très bas, il y a une très forte rétention des populations microbiennes.

Le média SCT (CERAVER) 0,2 µm permet d'obtenir moins d'un germe pour 100 ml. Cependant, comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent les débits obtenus sont très faibles.

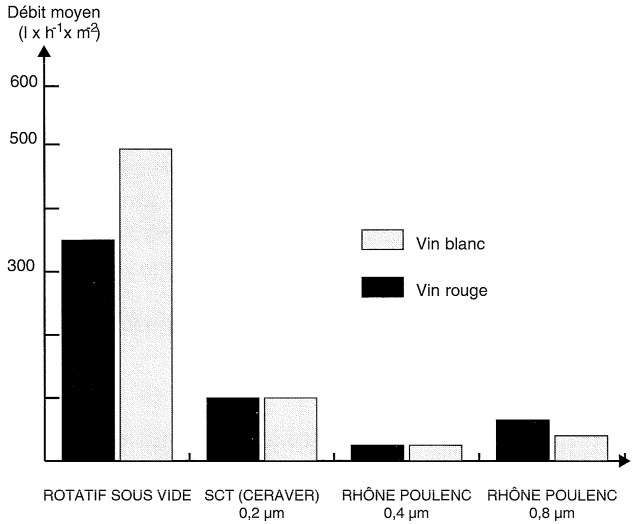


Fig. 2 — Débit moyens de filtration d'un vin blanc et d'un vin rouge. Vins résiduels après collage.

4) Déterminations analytiques courantes

Les analyses concernant les deux vins résiduels ne sont pas détaillées ici. Cependant, il est possible de faire les remarques suivantes.

Les différentes clarifications entraînent une légère diminution du titre alcoométrique. Les vins microfiltrés enregistrent une baisse, en accord avec les résultats déjà observés dans la première partie, de 0,15 à 0,30 p. cent. Le filtre rotatif sous vide provoque une baisse du titre alcoométrique dans des proportions légèrement plus importantes : 0,17 à 0,55 p. cent.

Les deux techniques de filtration entraînent des diminutions de la concentration en anhydride sulfureux et en gaz carbonique. Les variations les plus grandes sont enregistrées avec le filtre rotatif où la perte en gaz carbonique atteint 75 p. cent contre une moyenne de 35 p. cent pour les vins clarifiés tangentiellement. Ce phénomène est à relier directement au principe de fonctionnement des appareils. Dans cette expérimentation, les matériels tangentiels fonctionnement suivant le système en circuit fermé (batch) qui provoque une aération, le filtre rotatif travaille sous vide.

Il n'y a pas de variation importante dans le dosage des cations, à l'exception des teneurs en fer plus faibles dans les trois vins rouges microfiltrés. Il est possible qu'une partie du fer lié à des macromolécules phénoliques, soit ainsi éliminée par des techniques tangentielles.

E n ce qui concerne les autres déterminations analytiques, il n'y a pas de différences significatives entre les différents procédés de clarifications.

5) Analyses spécifiques du vin blanc

Le tableau VII présente les résultats des analyses relatives à la couleur, aux polysaccharides totaux et aux composés volatils.

Les vins microfiltrés subissent une baisse notable de la couleur jaune et des composés phénoliques totaux par rapport aux vins filtrés sur filtre rotatif. La diminution de l'indice d_{280} et de la densité optique à 420 nm est du même ordre pour les trois vins filtrés tangentiellement. Les diminutions sont comparables à celles observées dans la première partie de cette étude et ceci malgré un produit au départ différent quant à sa charge en particules.

Les teneurs en polysaccharides totaux des vins filtrés avec les membranes SCT (CERAVER) 0,2 µm et RHÔNE POULENC 0,4 µm sont inférieures de 30 p. cent à celles des vins clarifiés avec le média RHÔNE POULENC 0,8 µm et le filtre rotatif.

Les teneurs en composés volatils sont plus faibles lorsque la clarification du vin est effectuée avec le filtre rotatif; le vide utilisé lors du fonctionnement de cet appareil explique ce résultat.

6) Analyses spécifiques du vin rouge

Le tableau VIII regroupe les différentes analyses.

les vins filtrés avec la membrane SCT (CERAVER) 0,2 µm et surtout RHÔNE POULENC 0,4 µm présentent les teneurs les plus faibles en polysaccharides.

L'ensemble des résultats des analyses sur la composition phénolique montrent peu de différence entre les techniques tangentielles et la filtration avec l'appareil rotatif sous vide. Le vin filtré avec la membrane RHÔNE POULENC 0,8 µm semble être le moins touché (teneurs tanins et anthocyanes). Cependant, de faibles variations sont enregistrées entre chaque filtration; en effet les deux membranes RHÔNE POULENC affectent davantage les molécules de tanins les plus combinés (indice ETOH).

La rétention vis-à-vis des composés phénoliques a pour conséquence directe une diminution de l'intensité colorante plus accentuée par la microfiltration. Malgré cela, l'aspect de la couleur est identique pour les vins clarifiés avec le filtre rotatif sous vide et avec les matériels tangentiels, excepté les vins filtrés avec la membrane RHÔNE POULENC 0,4 µm qui présentent une nuance rouge plus marquée traduite par un d A% et un d 520 % plus élevé. On constate également des petites variations dans les équilibres anthocyaniques participant à la couleur rouge du vin; le phénomène de microfiltration tangentielle semble réduire l'écart entre les taux des combinaisons anthocyanes-tanins décolorables ou non par un excès de bisulfite (dTA, dTAT).

7) Examen organoleptique

Un jury de dix dégustateurs a classé les vins par ordre de préférence un mois après les diverses clarifications. Les résultats montrent qu'il n'y a pas de différences significatives au seuil de 5 p. cent entre les vins clarifiés avec le filtre rotatif sous vide et ceux filtrés avec les trois matériels tangentiels.

TABLEAU VII

Influence de différentes techniques de filtration sur la couleur, les composés volatils et les polysaccharides totaux d'un vin blanc résiduel après collage (en mg x l^{-1})

	Rotatif sous vide	SCT (CERAVER) 0,2 µm	RHÔNE POULENC 0,4 µm	RHÔNE POULENC 0,8 µm
DO_{420}	0,163	0,085	0,97	0,098
Indice d_{280}	4,2	3,8	3,8	3,8
Polysaccharides totaux	175	126	122	180
Alcools supérieurs (somme)	400	427	416	431
Acétates d'alcools supérieurs (somme)	1,8	2,2	1,8	1,9
Acides gras volatils (somme)	6,9	8,2	7,6	7,6
Esters éthyliques d'acides gras (somme)	1,0	1,2	1,0	1,1

Il n'y a pas de témoin avant filtration compte tenu d'une teneur très élevée en matières solides.

TABLEAU VIII

Influence de différentes techniques de filtration sur les analyses spécifiques d'un vin rouge résiduel après collage

	Rotatif sous vide	SCT (CERAVER) 0,2 µm	RHÔNE-POULENC 0,4 µm	RHÔNE-POULENC 0,8 µm
Polysaccharides totaux (mg x l^{-1})	693	627	553	697
Indice d_{280}	36	37	35	39
Tanins (g x l^{-1})	2,3	2,4	2,3	2,5
Indice de : • dialyse	20	20	21	23
• éthanol	19	19	15	15
• Hcl	24	21	21	41
• gélatine	54	53	53	54
Anthocyanes totales (mg x l^{-1})	238	252	246	268
Indice de : • pvp	29	34	38	34
• ionisation	24	23	21	23
ICM	0,63	0,56	0,47	0,56
Teinte	0,76	0,78	0,62	0,78
d420 %	38	39	34	39
d520 %	51	50	55	50
d620 %	11	11	11	11
dA %	50	50	60	50
d520 %	0,316	0,284	0,260	0,280
dAI %	24	27	26	25
dTA %	30	34	34	41
dTAT %	46	39	40	34

Il n'y a pas de témoin avant filtration compte tenu d'une teneur très élevée en matières solides.

CONCLUSION

Au cours de deux années d'essais, différentes membranes de microfiltration tangentielle ont été testées sur des vins après stabilisation par collage et soutirage et sur les vins résiduels obtenus. Ces médias de filtration de nature minérale et organique ont des diamètres de pore compris entre 0,2 et 6 µm; leurs performances sont comparées à celles des précouches de diatomées. Les résultats obtenus suggèrent les observations suivantes :

1) Bien que des améliorations soient enregistrées par rapport aux observations antérieures, la microfiltration tangentielle est loin de permettre d'obtenir des débits de filtrat suffisamment élevés (57 à 170 $l \times h^{-1} \times m^{-2}$) pour concurrencer les procédés classiques de filtration frontale comme la technique sur précouche de diatomées (1.000 $l \times h^{-1} \times m^{-2}$).

2) Les membranes organiques testées se montrent moins performantes que les membranes minérales. Sur ces dernières, le décolmatage par inversion de flux, avec les membranes dont le diamètre de pore est de 0,2 µm donne des résultats encourageants.

3) Les filtrations en flux tangentiel, permettent d'obtenir une qualité de clarification supérieure aux techniques sur précouche de diatomées, principalement sur le plan de la rétention des microorganismes viables.

4) La microfiltration tangentielle provoque une légère baisse du titre alcoométrique et de la teneur en gaz carbonique; toutefois cette dernière est beaucoup plus affectée par le filtre rotatif sous vide. Les membranes étudiées provoquent encore une diminution des teneurs en composés phénoliques et en polysaccharides, signalée à plusieurs reprises; cependant les médias minéraux ont une action moins drastique que les membranes organiques.

5) Sur le plan organoleptique, les qualités gustatives des vins ne sont pas modifiées de façon significative quelles que soient les techniques de clarification.

6) Parmi les membranes étudiées, la membrane tubulaire minérale 0,2 µm assure le meilleur compromis entre le débit, la qualité de clarification suffisante et l'influence sur la composition macromoléculaire des vins.

Sur le plan pratique, la microfiltration tangentielle des vins après collage et soutirage permet d'obtenir une aussi bonne limpidité qu'une filtration sur précouche de diatomées. L'incidence sur la composition macromoléculaire est moins importante qu'avec les membranes testées antérieurement. Cependant, en fin de cycle de filtration le concentrat constitue un résidu sous forme liquide qu'il faut retraiter pour limiter les volumes de rejets polluants. De plus, même les membranes les plus performantes ne fournissent pas un débit suffisamment élevé pour assurer une rentabilité économique du procédé.

Quant à la clarification des vins résiduels obtenus après collage, la microfiltration tangentielle connaît les mêmes limites qu'avec les vins soutirés. Par rapport au filtre rotatif sous vide, elle présente toutefois l'avantage d'entraîner des pertes en gaz carbonique et en composés volatils moins importantes.

A ce jour, la filtration sur précouche de diatomées se montre plus performante, au niveau des débits, que la microfiltration tangentielle. Cependant si des progrès sont réalisés dans la conception et la performance des membranes, la microfiltration tangentielle pourrait connaître, en œnologie, un développement dans les années à venir.

Manuscrit reçu le 15 avril 1992; accepté pour publication le 12 mai 1992.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BARILLERE J. M., ESCUDIER J. L., MOUTOUNET M. et BENARD P., 1985. Quelques applications de la microfiltration tangentielle en œnologie. *Rev. Fr. Œnol.*, 9-15.

BELLEVILLE M. P., 1991. Etude d'une membrane minérale de microfiltration tangentielle par les constituants macromoléculaires du vin. *Thèse Doctorat Biochimie, Biologie celllulaire et moléculaire,* Université de Montpellier II.

BERTRAND A., 1981. Formation des substances volatiles au cours de la fermentation alcoolique. Incidence sur la qualité des vins. *Colloque Société Française de Microbiologie*, Reims, 251-267.

DUBOURDIEU D., 1982. Recherches sur les polysaccharides sécrétés par *Botrytis cinerea* dans la baie de raisin. *Thèse de Doctorat d'Etat ès Sciences*, Université de Bordeaux II.

ESCUDIER J. L., MOUTOUNET M. et BENARD P., 1987. Filtration tangentielle. I. Influence de l'ultrafiltration sur la cinétique de cristallisation du bitartrate de potassium. *Rev. Fr. Œnol.,* **108**, 52-57.

GAILLARD M. et BERGER J. L., 1984. Ultrafiltration et microfiltration tangentielle. Résultats d'essais sur moût et sur vin. *Rev. Fr. Œnol.*, **95**, 39-62.

GAILLARD M., 1985. Résultats de l'observation du fonctionnement d'un appareil d'ultrafiltration industriel. Wine processor : société I.D.E. In Institut Technique du Vin (Ed.). *Ultrafiltration et Microfiltration Tangentielle en Œnologie*, 109-120.

GLORIES Y., 1984. La couleur des vins rouges. II. Mesure, origine et interprétation. *Connaissance Vigne Vin*, **18**, 253-271.

LAFON-LAFOURCADE S. et JOYEUX A., 1979. Techniques simplifiées pour le dénombrement et l'identification des microorganismes vivants dans les moûts et les vins. *Connaissance Vigne Vin*, **13**, 4, 295-309.

LAURENTY J., 1974. La filtration stérilisante. Colloque International ITV d'Arc et Senans, *Vigne et Vin*, numéro spécial.

POIRIER D., MARIS F., BENNASAR M., GILLOT J., GARCERA D. et TORADO DE LA FUENTE B., 1984. Clarification et stabilisation des vins par filtration tangentielle sur membranes minérales. *Ind. Aliment. Agric.,* **101**, 6, 481-490.

RIBÉREAU-GAYON J., PEYNAUD E., SUDRAUD P. et RIBÉREAU-GAYON P., 1982. *Sciences et techniques du vin.* Ed. Dunod, Paris, tomes I, III, IV.

SERRANO M., SACHS S. B. et RIBÉREAU-GAYON P., 1984. Utilisation d'un microfiltre tangentiel en œnologie. *Connaissance Vigne Vin*, **18**, 2, 135-154.

SERRANO M., VANNIER A.C. et RIBÉREAU-GAYON P., 1988. Clarification des vins par filtration en flux tangentiel (ultrafiltration). Incidence sur la composition chimique et les qualités organoleptiques. Evolution des produits au cours du vieillissement. *Connaissance Vigne Vin*, **22**, 1, 49-71.

TOMASSONE R. et FLANZY C., 1977. Présentation synthétique de diverses méthodes d'analyses de données fournies par un jury de dégustateurs. *Ann. Technol. Agric.*, **26**, 4, 278-418.

VANNIER A. C., 1987. Etude d'un matériel pilote d'ultrafiltration. Incidences sur la clarification et la constitution des moûts et des vins. *Thèse*, Université de Bordeaux II.

VOYATZIS I., 1984. Recherches sur les composés phénoliques des vins blancs. Interprétation de la couleur. *Thèse de Doctorat de troisième cycle.* Université de Bordeaux II.