Connaissance de la Vigne et du Vin,
Journal International des Sciences de la Vigne et du Vin, 1989, **23,** N° 2, 95-118.

# OBSERVATIONS SUR L'UTILISATION DE L'OSMOSE INVERSE EN VINIFICATION EN ROUGE

G. GUIMBERTEAU*, M. GAILLARD** et R. WAJSFELNER***

* Institut d'Œnologie, 351, cours de la Libération, 33405 Talence Cedex (France).
** Institut Technique du Vin, 2 bis, place Auger-Gaillard, 81800 Rabastens (France).
*** Société Degremont, 183, avenue du 18-Juin 1940, 92508 Rueil Malmaison Cedex (France).

**Résumé :** *Les auteurs, dans une première partie, font brièvement le point sur les membranes semi-perméables (structure, classement) et leur utilisation en osmose inverse (modules, installations, facteurs influençant le fonctionnement d'unité industrielle).*

*Dans une deuxième partie, ils rendent compte d'essais industriels de concentration partielle par osmose inverse de moût de raisin. Ils montrent que cette technique est parfaitement utilisable en vinification en rouge. Comparativement à la chaptalisation ils ont obtenu des vins plus riches et plus structurés. Par rapport aux vins élaborés par saignée avant fermentation et addition de saccharose, les vins provenant d'osmose inverse sont analytiquement peu différents, par contre ils sont jugés gustativement meilleurs dans 50 % des cas.*

Les procédés de séparation par membranes sont connus depuis une centaine d'années. Il a fallu, toutefois, attendre les années 1960 pour voir, avec le développement des membranes synthétiques, la concrétisation industrielle de ces techniques. Depuis les années 70, ces procédés de séparation ont connu un développement considérable quant aux :

— nombre des membranes mises sur le marché,

— performances, et donc au potentiel d'applications industrielles dans le domaine du traitement de différents fluides.

L'intérêt de la plupart des procédés à membrane réside dans leur aptitude à séparer certains corps sans changement d'état physique. La séparation s'effectue au travers des membranes sous l'action de différentes forces (chimique, électrique, mécanique) et il en résulte différentes techniques (dialyse, électrodialyse, microfiltration, ultra-filtration et osmose inverse).

Dans l'industrie sucrière on utilise l'ultrafiltration pour l'épuration des jus, le fractionnement des sirops, pour protéger les résines échangeuses d'ions; l'osmose inverse est employée pour la préconcentration des jus avant évaporation, ainsi que pour la concentration des sirops d'érable et de bouleau. Dans l'industrie laitière et fromagère les installations d'ultrafiltration et d'osmose inverse sont courantes pour la récupération à partir de lactosérum ou la réalisation de préfromages dans le cas de

pâte molle; l'électrodialyse est parfois utilisée pour la déminéralisation du lactosérum. Dans l'industrie des boissons fermentées ou non et des produits pharmaceutiques la microfiltration est devenue une pratique courante pour obtenir la stérilité. Pour dessaler les eaux saumâtres et pour obtenir des eaux potables, l'osmose inverse est une des techniques les plus utilisées.

Actuellement, les procédés à membrane sont donc banalisés dans toutes les industries et plus particulièrement dans l'agroalimentaire. Dans la branche vin, on a assisté, ces dernières années, à un important développement des techniques de microfiltration pour assurer la stabilité microbiologique des produits en bouteilles. Mais les autres procédés à membrane, en particulier l'osmose inverse, ont également intéressé les œnologues. Dès 1968, des essais conduits avec des membranes d'acétate de cellulose ont montré que l'utilisation de l'osmose inverse pour éliminer l'eau du moût de raisin était une excellente technique (PEYNAUD et ALLARD, 1970). WUCHERPFENNING (1972) confirma ces résultats. Il montra d'une part que dans les vins obtenus à partir de moûts enrichis par osmose inverse, les teneurs en acide malique étaient supérieures à celles observées dans les vins provenant de moûts chaptalisés et, d'autre part que dans le cas de raisins de qualité médiocre, l'osmose inverse renforçait les caractères végétaux.

Le développement des membranes composites présentant des possibilités de rétention et surtout de régénération accrue par rapport aux membranes en acétate de cellulose a suscité de nouvelles observations (GUIMBERTEAU et BOUCHEREAU, 1985).

Dans ce travail, après avoir fait le point sur l'osmose inverse, nous donnons les résultats d'observations effectuées avec du matériel industriel au cours de la campagne de vinification 1988.

## MEMBRANES ET OSMOSE INVERSE

### I — GÉNÉRALITÉS SUR LES MEMBRANES

Est appelé *membrane* tout matériau qui, mis sous la forme de parois minces (0,05 mm à 2 mm), a la propriété d'opposer une résistance sélective au transfert des différents constituants d'un fluide et donc de permettre la séparation de certains des éléments, (suspensions, solutés ou solvants), composant ce fluide.

#### A — *STRUCTURE DES MEMBRANES*

Depuis l'introduction des premières membranes en acétate de cellulose, un grand nombre de membranes organiques (polymères) ou même minérales (obtenues par exemple par frittage de grains céramiques tels que carbone, alumine, carbure de silicium, zirconium) sont venues peu à peu s'ajouter à la liste. Elles peuvent être caractérisées par leur structure.

1°) *Membranes homogènes*

Les membranes sont percées de trous quasi-cylindriques, en général par une technique de bombardement suivi d'une attaque chimique.

*2°) Membranes asymétriques*

Les membranes sont préparées en une seule étape à partir du même matériau polymère mais dans lesquelles la couche permsélective (partie active semi-perméable de la membrane) est réduite à une «peau» très fine, ceci afin de limiter au minimum la résistance au transfert qui est proportionnelle à l'épaisseur de cette couche. Celle-ci s'appuie sur une couche à pores beaucoup plus lâches, mais plus épaisse dont le rôle est d'assurer de bonnes propriétés mécaniques à la membrane sans freiner significativement le débit. On peut encore améliorer artificiellement ces propriétés en «coulant» la membrane sur un support textile renforçant la couche lâche.

*3°) Membranes composites*

Des techniques apparues plus récemment permettent de déposer une couche permsélective sur un support poreux pré-existant (lui-même souvent asymétrique). Les deux matériaux associés étant normalement de nature différente, ceci permet d'utiliser au mieux les propriétés de deux matériaux, mécaniques pour l'un, sélectivité pour l'autre.

B — *MÉCANISMES DE TRANSFERT ET CLASSIFICATION*

Les mécanismes de transfert à travers une membrane sont schématisés sur la figure 1. Historiquement, l'osmose inverse est considérée comme filtration, dans laquelle l'eau traverse préférentiellement une membrane. Des membranes, de structures voisines, sont utilisées pour la séparation des gaz, on parle de perméation ; le terme de dialyse est employé lorsqu'on sépare un soluté.

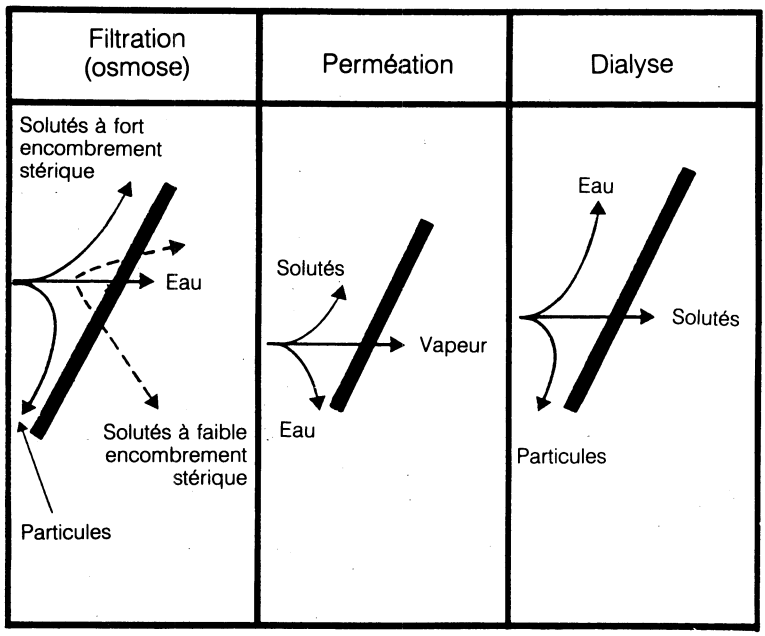



Fig. 1. — Mécanismes de transfert au travers des membranes.

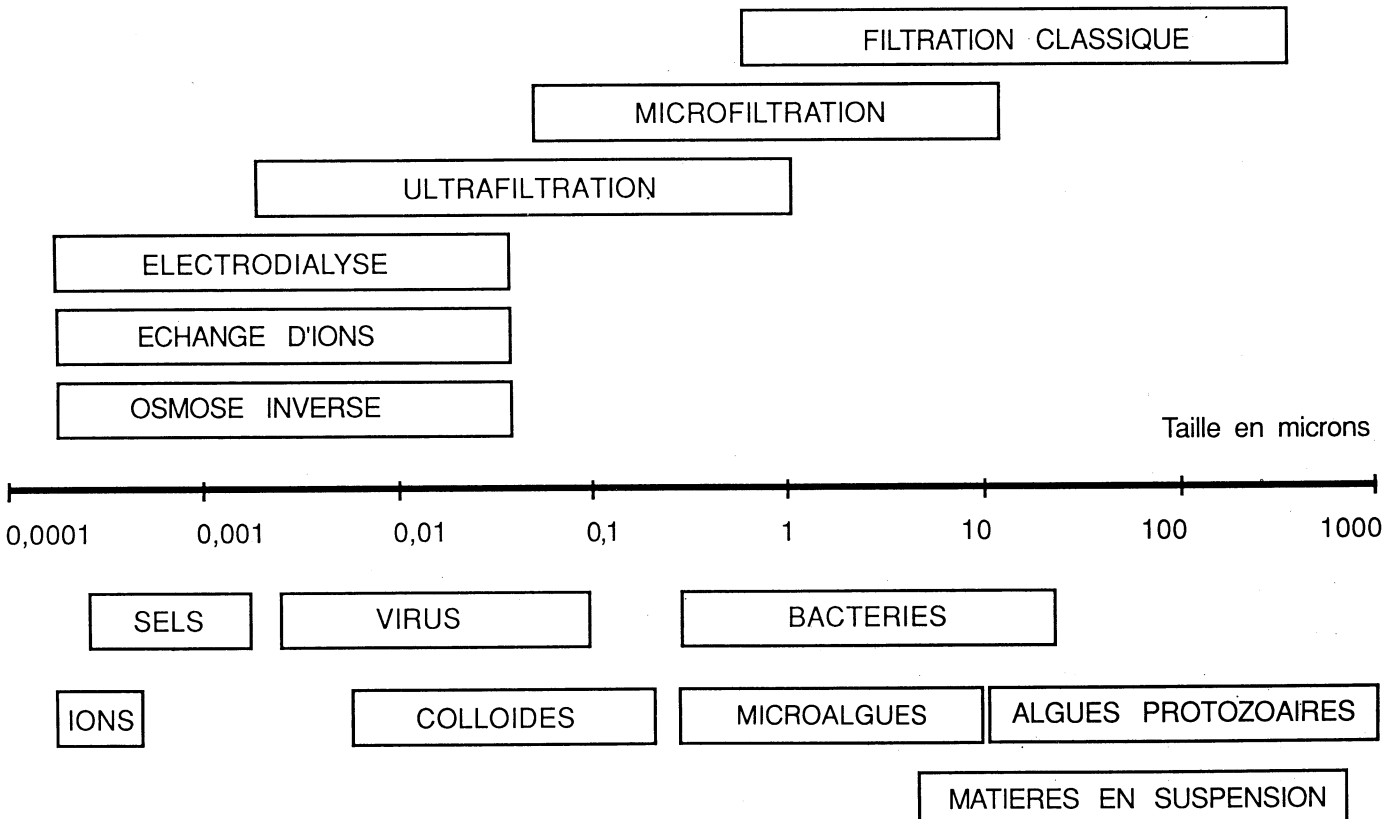



Fig. 2. — Types de filtration sur membranes.

Les membranes sont la plupart du temps classifiées en fonction de leur taille de pores, (figure 2).

Cette classification, très habituelle, est toutefois sujette à discussion car :

— il est difficile de caractériser correctement la taille des pores par les méthodes habituelles (point de bulle, porosimétrie à mercure, microscopie optique, microscopie électronique), dès que l'on atteint le domaine de l'osmose,

— les mécanismes de transfert classiques de la filtration (transfert convectif de l'eau en milieu poreux et filtration / tamisage des particules d'une taille supérieure à celle des pores) qui s'appliquent bien à la microfiltration et à l'ultrafiltration, sont inadéquats dès que l'on aborde les membranes de nanofiltration et d'hyperfiltration plus proprement appelée aujourd'hui osmose inverse.

## II — OSMOSE INVERSE

### A — *GÉNÉRALITÉS*

L'osmose inverse est basée sur les propriétés des membranes semi-perméables dans lesquelles l'eau migre relativement librement, alors que tous les solutés sont rejetés à l'exception de quelques molécules organiques très voisines de l'eau (bas poids moléculaire, polarité forte).

Les phénomènes d'osmose sont schématisés figure 3. Si l'on sépare une solution saline concentrée (A) d'une solution plus diluée (B) par une telle membrane, la différence de potentiel chimique tendra à faire passer l'eau du compartiment à bas potentiel vers celui à potentiel plus élevé pour diluer celui-ci (osmose directe, figure 3a). La diffusion de l'eau va s'arrêter lorsque la pression à l'intérieur du compartiment A contrebalance exactement celle qui tend à faire diffuser l'eau à travers la membrane. A l'équilibre, la différence de pression est appelée pression osmotique du système (figure 3b). Considérons maintenant le même système que précedemment, mais exerçons sur le compartiment A une pression supérieure à la pression osmotique du système : le sens de diffusion de l'eau s'inverse. Ce phénomène est appelé *osmose inverse* (figure 3c).

Une équation simple relie la pression osmotique et la concentration : $\pi = CRT$

$\pi$ : Pression osmotique (Pa);

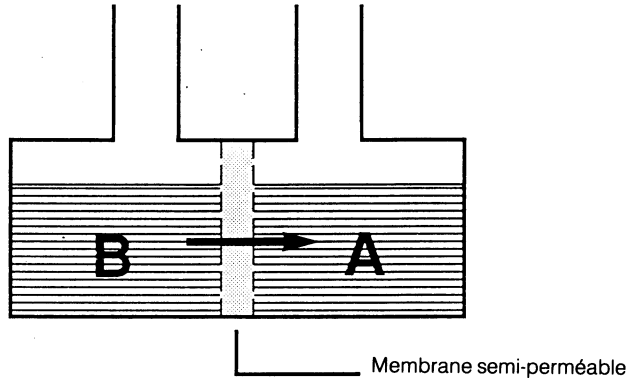
C : Différence de concentration en $mol.m^{-3} = \dfrac{kg.m^{-3}}{\text{masse molaire}}$

R : Constante molaire des gaz parfaits : 8,314 (mol.K)

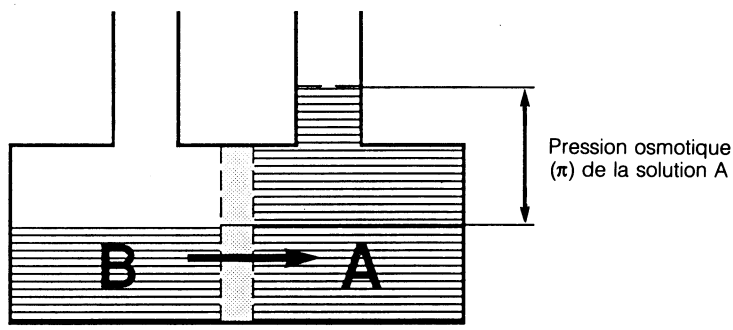
T : Température absolue (° K).

On constate que plus la molécule est petite (faible masse molaire) plus la pression osmotique créée par une même différence de concentration est élevée : ceci explique que l'ultrafiltration subisse une contre-pression osmotique bien plus faible que celle de l'osmose inverse.

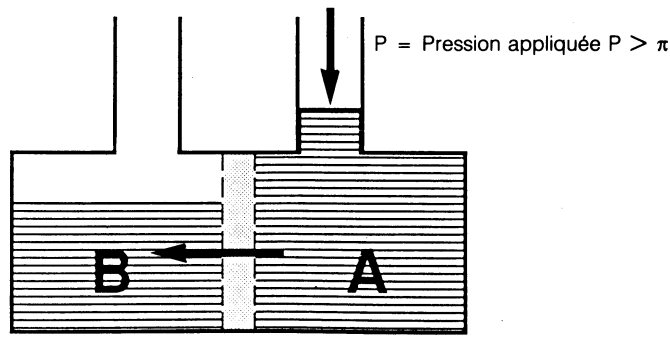
Ceci est illustré par les figures 4 et 5 qui montrent que la loi théorique n'est plus valable pour les concentrations les plus élevées.




a) OSMOSE DIRECTE




b) ÉQUILIBRE OSMOTIQUE




c) OSMOSE INVERSE

Fig. 3. — Phénomène osmotique

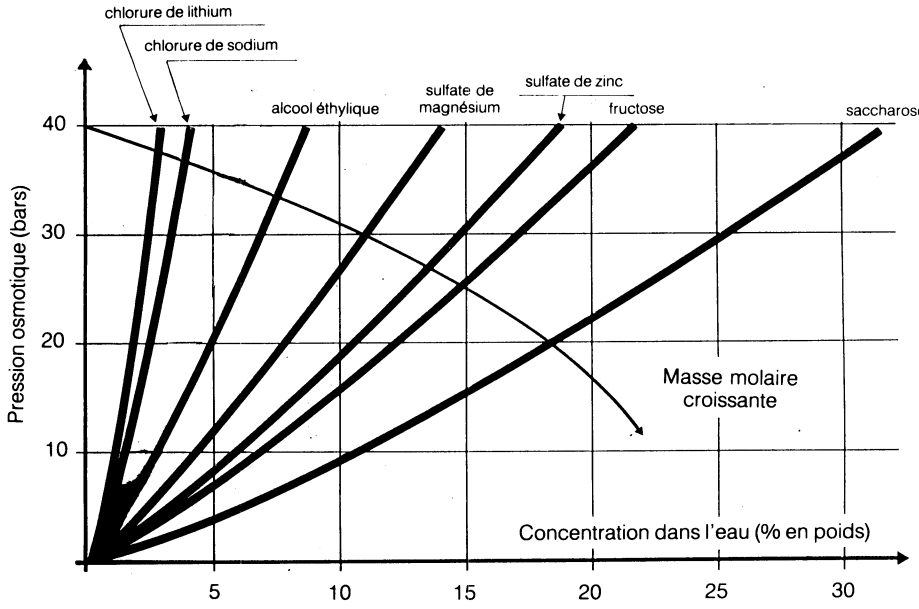



Fig. 4. — Variations de la pression osmotique en fonction de la concentration pour différentes solutions

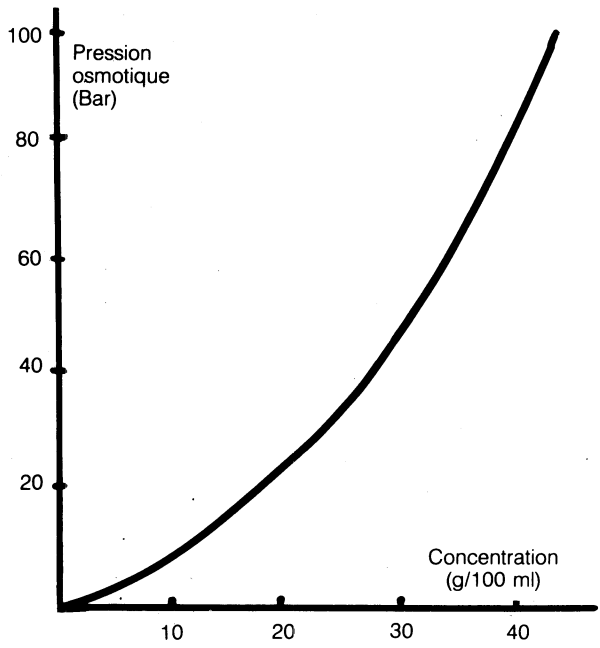



Fig. 5. — Pression osmotique du jus d'orange en fonction de la concentration.

En fait, pour éliminer de «l'eau pure» à partir d'une solution «saline» il faut donc dépasser la pression osmotique de la solution et l'on peut même dire que pour obtenir des débits économiquement intéressants, il faudra travailler au moins à deux fois la pression osmotique.

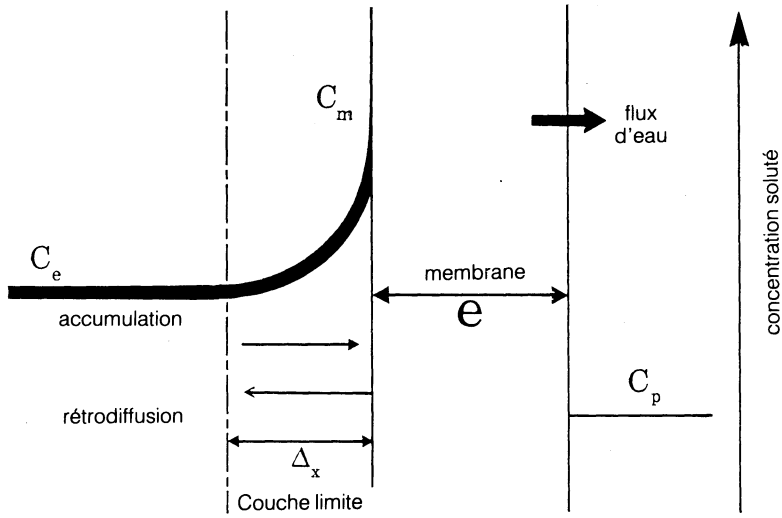



Fig. 6. — Polarisation de concentration.

Un deuxième phénomène amplifie cet effet. Comme l'illustre la figure 6, en raison des flux qui traversent la membrane les molécules totalement ou partiellement retenues ont tendance à s'accumuler au voisinage de la membrane; il n'y a pas dépôt mais augmentation de la concentration en ces molécules par rapport à celle du liquide à traiter, ce phénomène a pour effet d'augmenter la salinité réellement «traitée» par la membrane et donc la pression osmotique qui doit être «vaincue» pour «dessaler» la solution. Ceci se traduit par un coût énergétique plus élevé, mais aussi le risque d'entraîner des précipitations si le produit de solubilité d'un des couples cation / anion présent est dépassé dans la couche limite le long de la membrane.

Ce phénomène appelé *polarisation* de concentration de la membrane est caractérisé par le coefficient :

$$\psi = \frac{Cm}{Ce}$$

avec :

Cm : concentration du liquide au contact de la membrane,
Ce : concentration du liquide à traiter.

Ce phénomène peut être minimisé par un balayage, de la face amont, de la membrane pour éviter l'augmentation de l'épaisseur de la couche «limite» et faciliter la rétrodiffusion des solutés rejetés mais ceci revient à réduire la fraction «d'eau dessalée».

Pour décrire mathématiquement ces phénomènes il existe des modèles sur lesquels nous n'insisterons pas.

## II — DIFFÉRENTS TYPES DE CONFIGURATION DE MEMBRANES ET DE MODULES UTILISÉS EN OSMOSE INVERSE

Les membranes d'osmose inverse sont incluses dans un module, sorte de caisson, qui comporte une entrée de la solution à traiter, une sortie pour le perméat et une sortie pour la solution traitée. A l'intérieur du module, les membranes se présentent sous différentes formes : planes, spirales, tubulaires et fibres creuses.

*a) Membranes planes* (Figure 7)

Ces modules sont constitués d'un empilement de membranes et de plaques-supports.

Le fluide à traiter circule entre les membranes de deux plaques adjacentes. L'épaisseur de la lame liquide est de 0,5 à 3 mm. Les plaques assurent en même temps le soutien mécanique de la membrane et le drainage du perméat. Leur agencement permet de réaliser des circulations en parallèle et en série.

Moyennement compacts, ces modules présentent l'avantage d'être facilement démontables permettant ainsi le remplacement des membranes si nécessaire et surtout le nettoyage complet.

*b) Membranes spirales* (Figure 8)

Une feuille poreuse souple est placée entre deux membranes planes (10). Le sandwich ainsi réalisé est scellé sur trois de ses bords (12). Le côté ouvert constituant un tube cylindrique collecteur (11). Plusieurs sandwichs sont ainsi fixés, séparés les uns des autres par un espaceur en plastique souple (9). Le fluide à traiter circule dans l'espaceur (9) et la feuille poreuse (11) assure le drainage du perméat vers le collecteur axial.

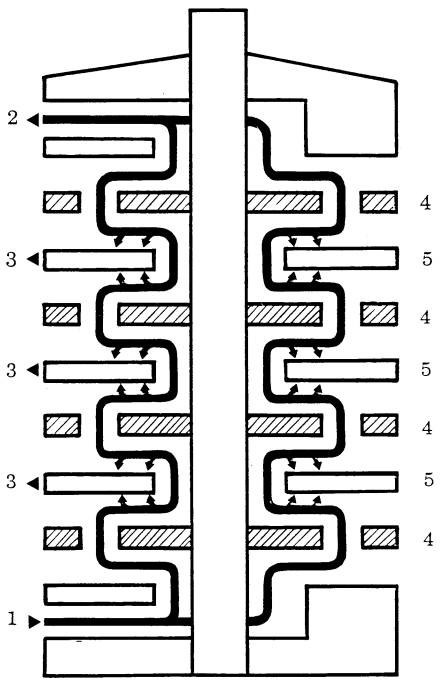
Le diamètre d'un élément peut aller jusqu'à 30 cm et sa longueur jusqu'à 1,5 m. Plusieurs éléments peuvent être mis en série dans un carter cylindrique.

Beaucoup plus compact et offrant moins de perte de charge que le module à plaques, il est en revanche plus sensible à l'encrassement, l'écoulement dans l'espaceur ne pouvant être réalisé à grande vitesse.

*c) Membranes tubulaires* (Figure 9)

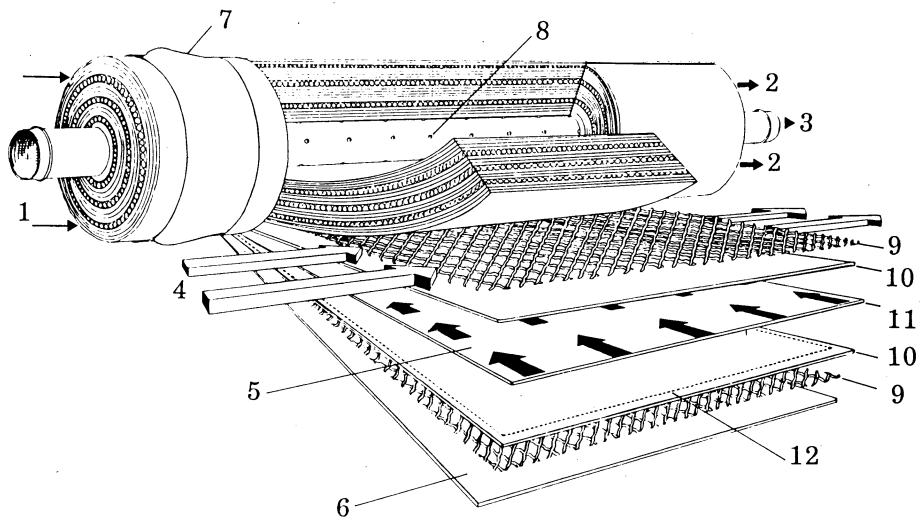
Les membranes sont placées ou formées à l'intérieur d'un tube support poreux ou percé de trous de drainage de diamètre variant de 10 à 40 mm. Ces tubes sont ensuite placés en parallèle ou en série dans une enveloppe cylindrique pour constituer le module unitaire.

L'hydrodynamique de l'écoulement est parfaitement définie et des vitesses de circulation aussi élevées que 6 $m.s^{-1}$ peuvent être utilisées si un régime de forte turbulence est nécessaire.




**1 : Alimentation**
**2 : Concentrat**
**3 : Perméat**
**4 : Porte membrane**
**5 : Plaque intermédiaire**

Fig. 7. — Module à plaques.




1 : Alimentation
2 : Rejet
3 : Sortie de perméat
4 : Sens d'écoulement du produit à traiter
5 : Sens d'écoulement du perméat
6 : Matériau de protection
7 : Joint d'étanchéité entre module et enveloppe
8 : Perforations collectant le perméat
9 : Espaceur
10 : Membrane
11 : Collecteur de perméat
12 : Ligne de soudure des deux membranes

Fig. 8. — Module a enroulement spiral.

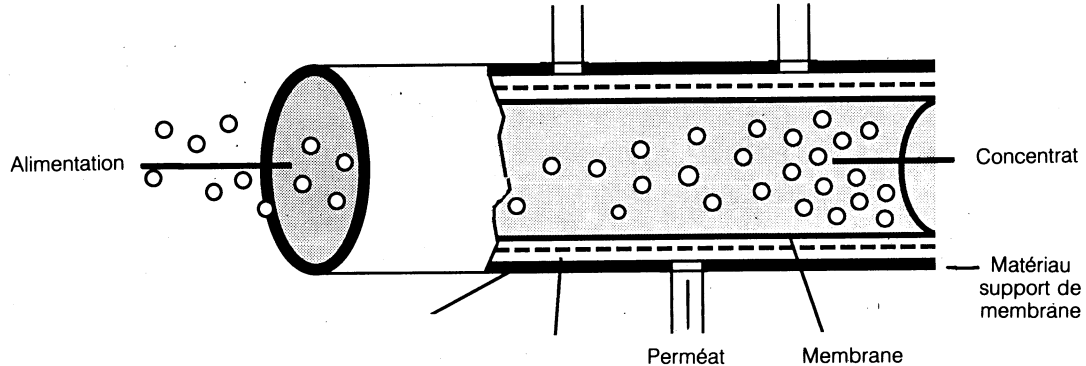
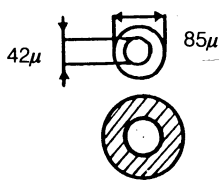
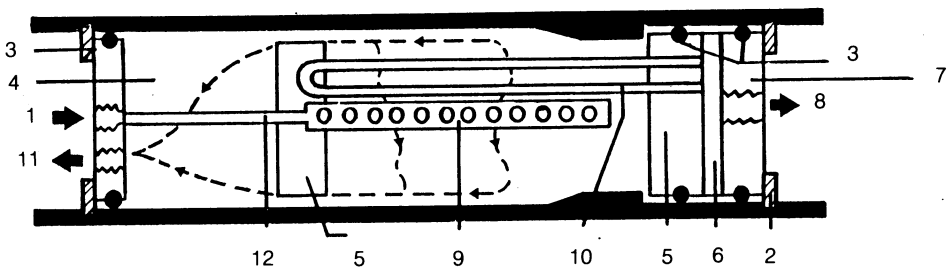



Fig. 9. — Module tubulaire.




1 : Alimentation
2 : Serre-clips
3 : Joints toriques
4 : Espace vide
5 : Plaque époxy
6 : Disque poreux
7 : Plaque de tête
8 : Perméat
9 : Tube poreux distributeur
10 : Fibre creuse
11 : Rejet
12 : Tube non poreux

Fig. 10. — Module à fibres creuses.

*d) Membranes fibres creuses* (Figure 10)

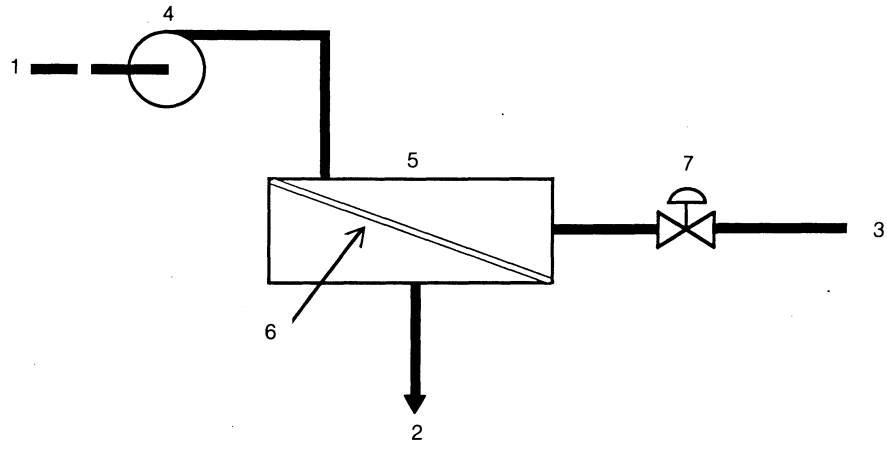
Les fibres creuses sont produites par extrusion au travers de filières annulaires. D'un diamètre variant entre quelques dizaines de micromètres et quelques millimètres, elles sont dites «autosupportées» puisqu'elles peuvent résister à des pressions internes ou externes importantes. Les fibres sont ensuite regroupées en un faisceau de plusieurs milliers voire millions de fibres.

L'écoulement du liquide à traiter s'effectue soit à l'intérieur des fibres (peau interne) soit à l'extérieur (peau externe). Dans le premier cas, les fibres sont le plus souvent ouvertes aux deux extrémités, l'étanchéité entre les écoulement internes et externes est réalisée par un «empotage» à l'aide de résine. Après durcissement, l'ensemble est sectionné de sorte qu'apparaissent les extrémités ouvertes de toutes les fibres.

Dans le second cas, les fibres ne sont ouvertes qu'à l'une des extrémités. Le faisceau est souvent dans ce cas disposé en U.

C — *DIFFÉRENTS TYPES D'AGENCEMENT*

Le schéma de principe de la mise en œuvre d'un module est donné figure 11.




1 - Liquide à traiter
2 - Perméat
3 - Liquide concentré
4 - Pompe haute pression
5 - Module d'osmose inverse
6 - Membrane semi-perméable
7 - Vanne de détente

Fig. 11. — Schéma de principe de fonctionnement d'une unité d'osmose (ou d'ultrafiltration tangentielle).

Une pompe assure la mise sous pression de l'alimentation (1) et la circulation le long de la membrane. Le perméat est soutiré en (2) et une vanne est placée sur la canalisation de rejet (3).

Le choix de la pompe ainsi que le réglage de la vanne (7) permettent de fixer indépendamment la *pression d'alimentation* et le *taux de conversion Y* (rapport entre le débit de perméat et le débit d'alimentation).

Pour un module donné, il y a tout intérêt à travailler à fort taux de conversion, ceci limite en effet l'énergie consommée par la circulation de rejet.

Cependant, si Y est très élevé, le facteur de concentration dans le module peut atteindre des valeurs telles que :

— soit le produit de solubilité des différents composés est dépassé, on peut craindre des précipitations,

— soit la suspension à traiter devient trop chargée et un colmatage progressif se produira.

Comme indiqué précédemment, une vitesse tangentielle importante permet de limiter ces phénomènes de polarisation et donc de maintenir la production d'un module à une valeur élevée.

Ces considérations font que les taux de conversion varient selon le type de module et le type de procédé.

D — *FACTEURS INFLUENÇANT LE FONCTIONNEMENT D'UNE UNITÉ D'OSMOSE INVERSE*

Il a été montré, dans le cas de l'eau puis du moût de raisin, que les principaux facteurs influençant le fonctionnement d'une unité d'osmose inverse sont la température du liquide à traiter, la pression exercée sur le liquide et bien évidemment la concentration initiale en solutés et la polarisation.

Dans le cas du moût de raisin, plus la température et la pression sont élevées plus les débits de perméat sont importants; bien entendu il faut trouver un compromis pour éviter le dépôt sur la membrane de sels d'acide tartrique, si la température est trop basse, et un départ en fermentation, si la température est trop élevée. Quant à la pression, on n'est uniquement limité que par la résistance mécanique des matériaux utilisés.

## OBSERVATIONS SUR L'UTILISATION DE L'OSMOSE INVERSE PENDANT LES VINIFICATIONS 1988

I — MATÉRIEL ET MÉTHODES

Après une étude systématique de la plupart des membranes existant actuellement sur le marché, nous avons opté pour des membranes planes composites; rappelons que les premières membranes utilisées pour la concentration partielle des moûts de raisin en 1968 par PEYNAUD et ALLARD étaient en acétate de cellulose.

Les observations se sont déroulées dans quatre châteaux du Médoc :

— Château A (grand cru classé) : surface de membrane : 152 m²;
— Château B (grand cru classé) : surface de membrane : 114 m²;
— Château C (cru bourgeois) : surface de membrane : 19 m²;
— Château D (cru bourgeois) : surface de membrane : 76 m².

Nous avons comparé, les effets de la concentration partielle par osmose inverse, d'une part à l'enrichissement par addition de saccharose et d'autre part à la saignée de la cuve suivie d'une addition de saccharose.

**TABLEAU I**

**Récapitulation des essais effectués en bordelais en 1988.**

| Château | Cépage<br>âge des vignes | Essais<br>comparatifs | Volume de vin<br>obtenu (hl) |
|---|---|---|---|
| A | Merlot<br>jeunes vignes | osmose inverse<br>chaptalisation | 62<br>66 |
| | Cabernet-Sauvignon<br>vieilles vignes | osmose inverse<br>chaptalisation | 118<br>147 |
| | Cabernet-Sauvignon<br>jeunes vignes | osmose inverse<br>chaptalisation<br>saignée et chaptalisation | 98<br>112<br>105 |
| B | Merlot<br>vieilles vignes | osmose inverse<br>chaptalisation<br>saignée et chaptalisation | 122<br>154<br>122 |
| | Cabernet-Sauvignon<br>jeunes vignes n° 1 | osmose inverse<br>chaptalisation | 116<br>146 |
| | Cabernet-Sauvignon<br>jeunes vignes n° 2 | osmose inverse<br>saignée et chaptalisation | 145<br>145 |
| | Cabernet-Sauvignon<br>vieilles vignes | osmose inverse<br>chaptalisation<br>saignée et chaptalisation | 123<br>123<br>145 |
| C | Cabernet-Sauvignon<br>jeunes vignes | osmose inverse<br>chaptalisation | 89<br>112 |
| D | Cabernet franc + Merlot<br>jeunes vignes | osmose inverse<br>chaptalisation<br>saignée et chaptalisation | 117<br>122<br>114 |

Jeunes vignes : vignes de moins de 10 ans.

Dans le tableau I, nous donnons le nombre d'essais comparatifs effectués.

Pour chaque essai, nous avons noté :

— la quantité de vendange mise en œuvre, le volume de moût saigné, le volume d'eau éliminé ainsi que les volumes de vin obtenus (goutte, presse).

— au cours de chaque cycle de travail, nous avons enregistré les débits de perméat (dans nos observations ils ont varié de 1 à 5 litres par heure et par $m^2$) ainsi que l'évolution de la pression ; les températures à l'entrée et à la sortie du module sont également notées.

Pour un bon fonctionnement des unités d'osmose inverse deux facteurs sont à respecter :

— absence de fermentation dans le moût à traiter.

— clarification préalable; il ne s'agit pas d'obtenir un moût parfaitement limpide mais dépourvu de grosses impuretés (pépins, particules végétales) qui gêneraient le fonctionnement des pompes. Avec le type de matériel utilisé (membranes planes), une clarification poussée (microfiltration tangentielle par exemple) est inutile.

Nous avons utilisé suivant les cas deux méthodes de préparation des moûts.

— le débourbage à basse température (10 à 13° C)

— la flottation.

Dans le premier cas (figure 12a), après avoir rempli la cuve de vendange éraflée et foulée on écoule immédiatement un volume de moût représentant environ 50 p. 100 du volume du vin qui coulera après fermentation. Ce moût est refroidi, conservé à basse température pendant environ 24 heures. Après ce laps de temps, le moût limpide est envoyé dans l'appareil d'osmose inverse et après concentration remis dans la cuve initiale.

Dans le deuxième cas, on a éliminé les grosses particules par flottation soit à partir du moût refroidi soit directement à la sortie de la cuve de vinification; dans cette dernière méthode le travail est continu (figure 12b).

Sur les moûts à osmoser, sur les moûts de saignée ainsi que sur les moûts après concentration, nous avons déterminé, la turbidité, le volume des bourbes (en %) après centrifugation (2.000 g pendant 10 mn); le degré réfractométrique; l'acidité totale; le pH; la couleur; l'indice de phénols; les acides tartrique et malique; le potassium.

Après écoulage, les vins de goutte et les vins de presse sont analysés : à côté des déterminations classiques, des analyse fines, des composés phénoliques et des substances volatiles, sont effectuées; une dégustation comparative a été organisée en janvier 1989.

Sur les perméats, en plus des analyses de routine, nous avons dosé le glucose, le fructose, les substances minérales et azotées et nous avons recherché les composés volatils.

## II — RÉSULTATS

### A — *COMPOSITION ANALYTIQUE DES MOÛTS*

On note, dans tous les cycles, une bonne correspondance entre l'augmentation de la teneur en sucre et la diminution du volume.

La rétention de sucre par la membrane est excellente; le taux de rétention est supérieur à 99,6 p. 100.

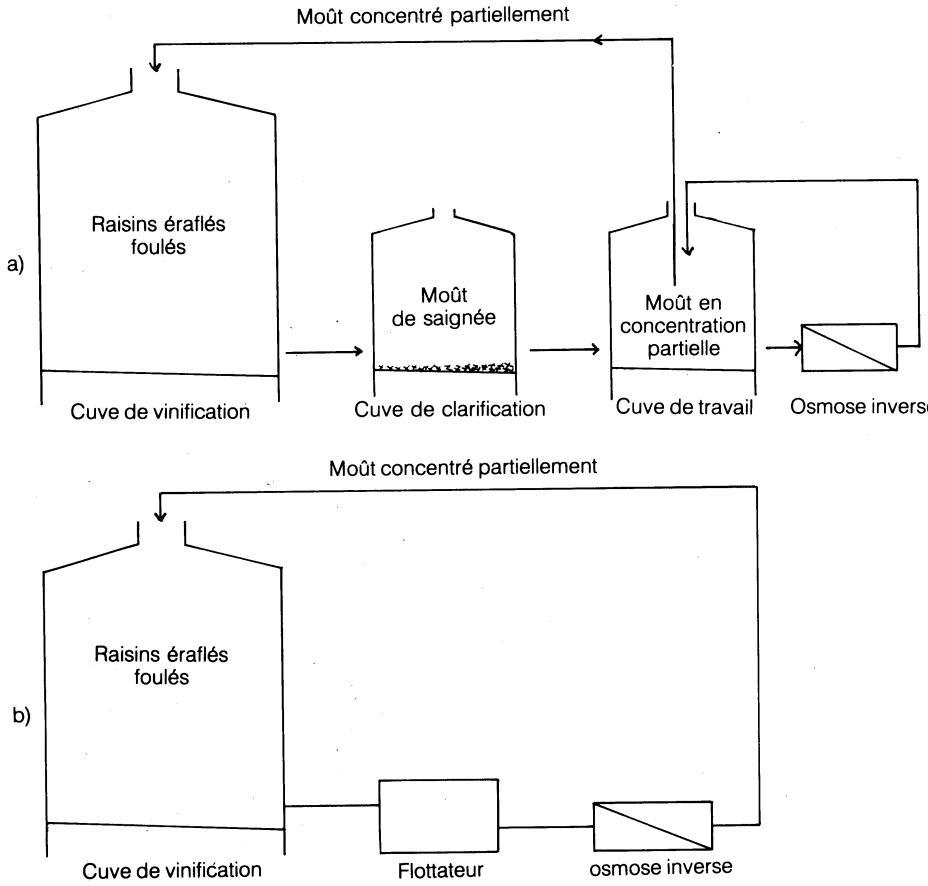



Fig. 12. — Principe de traitement des moûts de raisins.

L'évolution de l'acidité totale sur les moûts est la suivante :

— Lors de la décantation à froid, on observe une diminution de l'acidité totale par précipitation de bitartre de potassium.

— au cours de la concentration, l'acidité totale augmente mais plus faiblement que le sucre.

La variation du pH est faible ; l'effet des précipitations tartriques et de la concentration se compensent.

L'acide tartrique précipite sous forme de bitartrate de potassium lors de la décantation à froid. Pendant l'osmose, la précipitation continue et compense en grande partie l'effet de la concentration.

L'acide malique a un comportement différent de l'acide tartrique. Du fait de la solubilité de ses sels, il est concentré dans des proportions identiques aux sucres. Son taux de rétention est de 97 à 98 p. 100.

Le potassium évolue de manière comparable à l'acide tartrique.

Les composés phénoliques sont concentrés. Ils sont retenus à plus de 99 p. 100.

Nous donnons, dans le tableau II, un exemple de l'évolution de la constitution des moûts.

**TABLEAU II**

**Évolution de la composition d'un moût au cours d'une opération d'osmose inverse.**

| | Avant osmose (1) | Avant osmose (2) | Après osmose |
|---|---|---|---|
| Volume de bourbes (%) | 0,4 | 0,2 | 0,5 |
| Turbidité (NTU) | 604 | 399 | 677 |
| Sucres réducteurs (g/l) | 196 | 196 | 223 |
| Acidité totale (3) | 3,60 | 3,40 | 4,10 |
| pH | 3,46 | 3,46 | 3,43 |
| Acide tartrique (g/l) | 4,10 | 3,50 | 4,40 |
| Acide malique (g/l) | 2,30 | 2,50 | 3,50 |
| Potassium (mg/l) | 1455 | 1270 | 1655 |
| Indice de phénol (D 280) | 14 | 14 | 21 |

(1) à la sortie de la cuve.
(2) après décantation à basse température.
(3) en g d'acide sulfurique par litre.

B — *FERMENTATION*

Nous n'avons pas observé de différences significatives dans la cinétique de la fermentation.

C — *COMPOSITION ANALYTIQUE DES VINS*

Les analyses des vins de tous les essais sont faites, d'une part à l'écoulage sur les vins de goutte et les vins de presse, d'autre part après fermentation malolactique et la stabilisation par le froid. Nous donnons dans le tableau III les résultats des analyses courantes pour deux des essais comparatifs.

*Acidité volatile* — Il n'y a pas de différence de l'acidité volatile liée à l'osmose inverse.

*Acidité totale* — Avant fermentation malolactique et stabilisation par le froid, les acidités totales sont en général plus élevées sur les échantillons provenant de moûts osmosés. Ces différences se retrouvent, mais sont faibles, sur les vins après fermentation malolactique et stabilisation par le froid. Elles sont nulles ou négligeables sur Mer-

## TABLEAU III

**Comparaison analytique de vins provenant de vendange enrichie par trois techniques différentes.**

| | Merlot | | | Cabernet Sauvignon | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | Osmose inverse | Saignée chaptalisation | Chaptalisation | Osmose inverse | Saignée Chaptalisation | Chaptalisation |
| Titre alcoométrique % vol. | 13°00 | 12°90 | 12°95 | 12°50 | 12°05 | 12°10 |
| Extrait sec densimétrique (g/l) | 29,20 | 28,10 | 26,80 | 30,00 | 29,10 | 25,00 |
| Acidité totale (1) | 3,63 | 3,53 | 3,43 | 3,82 | 3,72 | 3,63 |
| Acidité volatile (1) | 0,27 | 0,27 | 0,24 | 0,24 | 0,29 | 0,22 |
| pH | 3,65 | 3,60 | 3,62 | 3,72 | 3,70 | 3,64 |
| Acide tartrique (g/l) | 2,61 | 2,67 | 2,61 | 2,20 | 2,49 | 2,08 |
| Acide lactique (g/l) | 2,30 | 2,15 | 2,35 | 3,30 | 2,77 | 2,68 |
| Acide succinique (g/l) | 0,80 | 0,80 | 0,74 | 0,92 | 0,88 | 0,80 |
| Acide phosphorique (mg/l) | 394 | 340 | 360 | 380 | 360 | 290 |
| Potassium (mg/l) | 1410 | 1410 | 1335 | 1590 | 1590 | 1410 |
| Calcium (mg/l) | 116 | 104 | 142 | 133 | 139 | 133 |
| Magnésium (mg/l) | 109 | 101 | 101 | 106 | 96 | 90 |
| Colloïdes glucidiques (g/l) | 2,12 | 1,98 | 1,80 | 2,40 | 2,30 | 1,92 |
| Glycérol (g/l) | 5,86 | 5,42 | 5,05 | 8,30 | 7,60 | 7,00 |

(1) en g d'acide sulfurique par litre.

lot, un peu plus importantes sur Cabernet-Sauvignon en particulier issu de jeune vigne, mais cela correspond également à l'intensité de la concentration réalisée.

*pH* — Sur les vins, avant stabilisation par le froid, il n'y a pas de variation systématique du pH dans un sens ou dans l'autre qui soit significative.

Sur les vins après stabilisation par le froid, il y a très peu de différence : quand il y en a, il semble que le pH soit supérieur dans les vins provenant de moûts osmosés. Ce résultat est compréhensible et explicable. La quantité d'acide tartrique et de potassium dans le vin est limitée par la solubilité du bitartrate de potassium. La quantité de potassium en mole est supérieure à la quantité d'acide tartrique, toute précipitation se traduit par une augmentation du rapport potassium / acide tartrique, et donc une augmentation du pH. La concentration de l'acide tartrique provoquée par l'osmose ne se retrouve pas dans le vin. La macération augmentant dans les vins avec l'osmose (ou la saignée), se traduit également par un enrichissement en potassium. L'augmentation de la teneur en acide lactique dans les cuves osmosées provenant de la teneur supérieure en acide malique, ne provoque pas de diminution de pH, sa force étant faible devant celle de l'acide tartrique.

*Extrait sec densimétrique* — L'osmose inverse se traduit dans tous les essais par une augmentation de l'extrait sec. Cette augmentation est importante par rapport aux vins chaptalisés, mais également notable, en moyenne, par rapport aux vins provenant des cuves saignées.

*Acide tartrique et potassium* — Dans les vins provenant de moûts enrichis par osmose inverse, l'acide tartrique a tendance à être légèrement plus faible et le potassium légèrement plus élevé. Les vins ayant bénéficié d'une saignée ont un comportement intermédiaire entre ceux provenant de moûts enrichis par chaptalisation et ceux enrichis par osmose inverse.

*Acide lactique* — La teneur en acide lactique est supérieure dans les cuves osmosées par rapport aux cuves saignées ou chaptalisées. Cette augmentation est plus importante sur le Cabernet-Sauvignon ; elle est liée au facteur de la concentration des moûts. Les valeurs trouvées en acide lactique sont sensiblement en correspondance avec les teneurs en acide malique des moûts.

*Glycérol* — Ce composé, sous-produit de la fermentation alcoolique, est un élément du gras, et de la rondeur du vin.

Les teneurs en glycérol sont les plus faibles sur les vins chaptalisés, légèrement plus élevées sur les vins obtenus après saignée. Les valeurs les plus élevées sont obtenues sur les vins provenant de moûts osmosés (7 cas sur 8).

*Colloïdes glucidiques* — Les analyses ont été faites avec répétition et calcul de l'intervalle de confiance. Le comportement des colloïdes glucidiques est intéressant à observer bien que leur rôle dans les vins soit mal élucidé, mais ils participent au gras des vins et ont un rôle dans la stabilisation de la couleur.

La teneur dans les vins provenant de moûts enrichis par osmose inverse est très supérieure à celle des vins issus d'une vendange chaptalisée et légèrement supérieure aux vins obtenus par saignée (tableau III).

**TABLEAU IV**

**Composés phénoliques de trois vins provenant d'une même vendange de Merlot enrichie par trois techniques différentes.**

| | Osmose inverse | Saignée chaptalisation | Chaptalisation |
|---|---|---|---|
| Indice de phénols D 280 | 68 | 66 | 57 |
| Tanins (g/l) | 3,71 | 3,44 | 3,09 |
| Indice HCL (%) | 19 | 21 | 16 |
| Indice éthanol (%) | 12 | 13 | 11 |
| Indice de dialyse (%) | 24 | 23 | 23 |
| Indice de gélatine (%) | 63 | 62 | 42 |
| Anthocyanes (mg/l) | 864 | 833 | 746 |
| Indice de PVP (%) | 19 | 17 | 24 |
| Indice d'ionisation (%) | 30 | 31 | 30 |
| Intensité colorante | 1,61 | 1,75 | 1,51 |
| Teinte | 0,53 | 0,51 | 0,52 |
| Origine de la couleur (%) : | | | |
| Anthocyanes libres | 39,6 | 33,9 | 31,9 |
| Anthocyanes combinées aux tanins décolorables par un excès de $SO_2$ | 44,9 | 42,3 | 44,4 |
| Anthocyanes combinées aux tanins non décolorables par un excès de $SO_2$ | 15,5 | 23,8 | 23,7 |

*Composés phénoliques* — Les teneurs en phénols totaux, en tanin et en anthocyanes des vins provenant de moûts osmosés sont, du fait de la concentration par élimination d'eau, très nettement supérieures à celles des vins chaptalisés.

Les différences entre cuves saignées et osmosées sont très faibles. Les teneurs en tanin sont dans quelques cas très légèrement supérieures dans les cuves saignées; les volumes de la saignée et de l'eau enlevée par osmose n'étant pas rigoureusement identiques.

Nous donnons dans le tableau IV une comparaison des teneurs en composés phénoliques pour un essai conduit avec du Merlot.

*Composés volatils* — Les vins provenant de moûts enrichis par osmose inverse présentent pour la plupart des composés volatils des teneurs sensiblement voisines de celles obtenues à partir de moûts enrichis par les autres techniques. On note toutefois pour le méthanol, une légère augmentation par rapport aux cuves chaptalisées et aux cuves saignées et chaptalisées. Le même phénomène est observé pour le phényl-2 éthanol. Nous donnons, à titre d'exemple dans le tableau V, les valeurs trouvées pour un essai conduit sur Cabernet-Sauvignon.

D — *CARACTÈRES GUSTATIFS DES VINS*

Les vins rouges des essais sont des vins de garde, aussi l'incidence organoleptique de l'osmose inverse ne pourra être objectivement jugée qu'après élevage en barriques et même vieillissement en bouteilles. D'ailleurs dans ce but chaque lot est actuellement élevé séparément et fera l'objet d'une mise en bouteilles.

Toutefois, une première dégustation a été faite en janvier 1989. Elle a été effectuée par un jury d'expert et les résultats exploités par analyse de variance.

De cette première dégustation il est possible de conclure :

• tous les vins provenant de vendange chaptalisée sont significativement différents des vins issus de moûts enrichis par d'autres techniques et dans 7 cas sur 9 ils sont jugés moins structurés, moins complets; dans deux cas les vins chaptalisés sont perçus plus fins et plus fruités et ils sont mieux notés.

• la différence entre vin provenant de cuves saignées et vin issu de vendange concentrée partiellement par osmose inverse est significative dans 50 p. 100 des cas. Les vins des cuves osmosées sont alors jugés plus riches, plus complexes et plus gras que les vins des cuves saignées (ces vins correspondent à des vendanges de vieilles vignes); dans le cas où ils ne sont pas différenciables, les vins de saignée ou d'osmose inverse sont parfois jugés trop durs.

E — *COMPOSITION DES PERMÉATS*

Sur tous les perméats nous avons dosé l'extrait sec, les cendres, le glucose, le fructose et les principaux anions et cations. Sur certains d'entre eux on a déterminé en plus l'azote total et les substances volatiles. Nous donnons dans le tableau VI, la constitution moyenne des perméats. Les chiffres montrent que l'eau qui est éliminée ne contient que des quantités très faibles des substances initialement présents dans les moûts. Certains perméats sont marqués par des odeurs sulfurées désagréables; nous avons d'ailleurs mis en évidence un produit sulfuré que nous n'avons pas identifié mais qui serait d'un poids moléculaire plus élevé que le diéthylsulfure.

F — *NETTOYAGE DES MEMBRANES*

Plusieurs types de nettoyages ont été utilisés. Nettoyage préventif (eau plus ou moins chaude) et de nettoyages plus profonds permettant d'éliminer tous les dépôts qui finissent par s'accumuler sur les membranes (solution plus ou moins diluée de soude ou d'acide sulfurique).

## TABLEAU V

**Composés volatils de trois vins provenant d'une même vendange de Cabernet-Sauvignon enrichie par trois techniques différents.**

Teneurs exprimées en mg/l

| | Osmose inverse | Saignée chaptalisation | Chaptalisation |
|---|---|---|---|
| Méthanol | 187 | 170 | 165 |
| Propanol-1 | 38 | 35 | 37 |
| Méthyl-2 propanol-1 | 104 | 110 | 102 |
| Méthyl-2 butanol-1 | 120 | 109 | 112 |
| Méthyl-3 butanol-1 | 406 | 384 | 377 |
| Butyrate d'éthyle | 0,11 | 0,14 | 0,14 |
| Hexanoate d'éthyle | 0,24 | 0,29 | 0,27 |
| Octanoate d'éthyle | 0,28 | 0,35 | 0,35 |
| Décanoate d'éthyle | 0,18 | traces | traces |
| Acétate d'isoamyle | 0,80 | 0,59 | 0,62 |
| Acétate de phényl-2 éthyle | 0,08 | 0,05 | 0,04 |
| Hexanol | 1,85 | 1,78 | 1,69 |
| Phényl-2-éthanol | 65 | 54 | 53 |
| Acide isobutyrique | 1,72 | 2,24 | 1,62 |
| Acide butyrique | 0,16 | 0,28 | 0,57 |
| Acide isovalérianique | 1,43 | 1,59 | 1,42 |
| Acide valérianique | 0,11 | 0,14 | traces |
| Acide hexanoïque | 1,50 | 1,78 | 1,60 |
| Acide octanoïque | 1,68 | 1,94 | 1,79 |
| Acide décanoïque | 0,37 | 0,47 | 0,43 |
| Acide dodécanoïque | 0,03 | 0,02 | 0,01 |

Butanol-1, Butanol-2 : absence; Acétate d'hexyle : traces.

Nous n'avons pas constaté pour l'instant d'usure anormale de la membrane et les nettoyages ont été dans tous les cas satisfaisants.

**TABLEAU VI**

**Composition moyenne des perméats obtenus au cours des essais en 1988.**

| | | | |
|---|---|---|---|
| Extrait sec (g/l) | 1,8 | Magnésium (mg/l) | 6 |
| Fructose (mg/l) | 820 | Sodium (mg/l) | < 2 |
| Glucose (mg/l) | 640 | Azote total (mg/l) | 8 |
| Acide tartrique (mg/l) | 45 | Éthanol (mg/l) | 164 |
| Acide malique (mg/l) | 28 | Méthanol (mg/l) | 54 |
| Cendres (mg/l) | 60 | Hexanol (mg/l) | 0,20 |
| Potassium (mg/l) | 15 | | |

## CONCLUSION

Les membranes d'osmose inverse sont actuellement d'une excellente tenue mécanique et chimique. Les installations sont devenues très performantes et ont leur place dans un très grand nombre d'industries agro-alimentaires dès qu'il faut éliminer de l'eau de produits thermosensibles.

Les essais à l'échelle industrielle de concentration partielle des moûts de raisins par osmose inverse conduits en 1988 dans quatre châteaux du Bordelais ont montré :

— la possibilité dans tous les cas sur des vins rouges, d'obtenir l'enrichissement souhaité ;

— les débits moyens de perméation par cycle, varient avec les installations et les fréquences de nettoyage ;

— la préparation des moûts (débourbage - flottation) est parfaitement maîtrisée ;

— analytiquement sur moût, on constate une concentration des sucres, de l'acide malique, des tanins ; l'acidité totale, l'acide tartrique et le potassium ne sont pas concentrés dans la même proportion, du fait des précipitations de bitartrate de potassium ;

— par rapport à la chaptalisation, les vins obtenus sont nettement plus colorés, plus riches en tanin, en anthocyanes, en extrait sec, en colloïdes totaux et en glycérol ; à la dégustation ils sont plus complets, mieux structurés ;

— par rapport à l'enrichissement par élimination, avant fermentation, de moût par saignée partielle de la cuve et chaptalisation, les vins obtenus par osmose inverse ne sont pas analytiquement différents, mais gustativement ils sont jugés dans 50 p. 100 des cas plus complexes et plus gras.

Manuscrit reçu le 2 juin 1989; accepté pour publication le 20 juillet 1989.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

GAILLARD M., 1989. Auto-enrichissement de la vendange par osmose inverse : appareil Degremont. *Vigne Vin,* N° 4.

GUIMBERTEAU G. et BOUCHEREAU J. 1985. Concentration partielle des moûts de raisin par osmose inverse. *Comptes-rendus de fin de contrat ANVAR* N° 830 9020 M.

PEYNAUD E. et ALLARD J.J., 1970. Concentration du moût de raisin par osmose inverse. *Comptes-rendus Académie d'Agriculture* **56,** N° 18, 1476-1478.

ROUEL J.M. et ALLARD J.J., 1973. Traitement des moûts de pomme, de raisin et leurs dérivés par osmose inverse. *Comptes-rendus de fin de contrat DGRST,* N° 71.7.2990.

WAJSFELNER R., 1989. — Application de la flottation à la clarification des moûts. *Connaissance Vigne Vin,* N° 1, 53-57.

WUCHERPFENNING K. 1978. Amwendungs möglichkeit der Druck filtration durch Membranen (ultra und Hyperfiltration) bei der Getrauke herstellung. *V^e Symposium International d'Oenologie,* Auckland (Nouvelle Zélande).