Connaissance Vigne Vin, 1987, **21,** N° 4, 279-287.

ÉTUDE COMPARÉE DE TRENTE-HUIT DIATOMÉES DE DIFFÉRENTES ORIGINES

M. SERRANO, Ph. CATHERINAUD et M. PAETZOLD,

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

Depuis une quinzaine d'années les filtrations sur précouche de diatomées sont très utilisées dans le domaine du vin : filtration peu de temps après les vinifications ; clarification avant et après collage et/ou traitement par le froid ; filtration avant la mise en bouteilles.

Pour réaliser toutes ces opérations les fabricants et les distributeurs d'adjuvants de filtration proposent de nombreuses diatomées. Cependant, il est souvent difficile pour l'utilisateur de connaître les correspondances entre les diverses fabrications.

Comme nous l'avons fait pour les plaques filtrantes (SERRANO et GUIMBERTEAU, 1978, SERRANO et *al.,* 1975), nous donnons dans ce travail les résultats d'une étude comparée de trente-huit diatomées de différentes origines, couramment utilisées pour la clarification des vins.

Les principales caractéristiques physiques et hydrodynamiques sont mesurées. Après contact du vin avec ces différents adjuvants, on étudie les enrichissements possibles en certains cations ainsi que les risques d'apparition d'odeurs étrangères.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

I. — DENSITÉ APPARENTE

Cette détermination est réalisée par la méthode Métafilter décrite par GAUTIER (1984).

La densité apparente représente le poids sec de diatomées nécessaires pour établir une couche d'adjuvant de 1 dm^3 par voir humide, le liquide étant de l'eau distillée.

La mesure de cette valeur est importante : plus la densité est faible moins grande sera la quantité de diatomées à utiliser pour la précouche et l'alluvionnage continu.

II. — DÉBITS D'EAU DISTILLÉE

Ils sont mesurés avec la bombe Dicalite dont l'application au vin a été donnée par DUBOURDIEU et *al.,* 1976.

Les déterminations sont faites avec de l'eau distillée sous une pression constante de 1 bar et pour une épaisseur de gâteau de 1cm. Les valeurs sont exprimées en $hl/h.m^2$.

La connaissance des débits d'eau permet une première approche du déroulement d'une filtration industrielle et la comparaison des performances de deux ou plusieurs adjuvants.

Il faut rappeler qu'au cours de la filtration des vins les débits sont compris entre 10 et 20 hl/h.m².

III. — PERMÉABILITÉ

La mesure est réalisée avec un perméamètre CECA selon la procédure EBC décrite par GUILLON (1977).

La perméabilité est exprimée en Darcy. Un adjuvant a une perméabilté égale à une Darcy lorsque, formant une précouche de 1 cm d'épaisseur, il laisse passer, sous pression différentielle de 1 bar, 1 cm³ / sec. cm² d'un liquide de viscosité 1 centipose.

Les mesures sont réalisées avec de l'eau distillée. Les adjuvants utilisés en filtration présentent des perméabilités comprises entre 0,02 et 10 Darcy.

La mesure de la perméabilité permet de classer les différentes diatomées en fonction de leur performances. En effet, en règle générale, les adjuvants qui présentent les plus faibles perméabilités permettent d'obtenir les meilleures qualités de filtration; cependant ils n'autorisent que de faibles débits.

IV. — ENRICHISSEMENT POSSIBLES EN DIFFÉRENTS CATIONS.

Les diatomées contiennent différents cations dont les teneurs varient en fonction de leurs origines géographiques; ils peuvent être cédés au vin pendant la filtration. Certains comme le fer, le potassium, le calcium peuvent provoquer des troubles ou des dépôts.

Nous réalisons une macération dans un vin blanc des trente-huit diatomées étudiées. Le protocole expérimental est voisin de celui décrit par ROMAT (1986). 200 mg de chacun des adjuvants sont mis à macérer dans 100 ml de vin blanc. Ces quantités correspondent aux conditions extrêmes de la pratique industrielle. Après une heure de contact, les diatomées sont séparées par filtration sur membrane 0,45 μm. Sur les filtrats, le potassium et le sodium sont dosés en émission de flamme, le calcium, le magnésium et le fer en absorption atomique avec une flamme air-acétylène servant d'atomiseur. Les techniques sont décrites par RIBÉREAU-GAYON et *al.*, (1982).

V. — APPARITIONS D'ODEURS ÉTRANGÈRES.

Lorsqu'ils sont en contact avec le vin, certains adjuvants peuvent entraîner l'apparition de mauvaises odeurs et de mauvais goûts.

Comme dans l'étude sur l'enrichissement en divers cations, 200 mg de chacune des diatomées sont mis à macérer dans de l'eau, dans du vin blanc et dans du vin rouge. Après une heure de contact on procède à un examen organoleptique.

Parallèlement à cet examen on mesure la perte à la calcination par différence de pesée de 2 g de diatomées portés à 600 °C durant une heure. Quand la perte est

élevée, les diatomées contiennent une quantité non négligeable de matière organique; on peut craindre des déviations organoleptiques. La perte à la calcination doit être inférieure à 1 p. 100 (GAUTIER, 1984).

VI. — DIATOMÉES ÉTUDIÉES

Nous avons sélectionné quatre fabricants d'adjuvants américains (MANVILLE, DICALITE, EAGLE PICHER et WITCO) et deux fabricants d'adjuvants français (CECA et MANVILLE). De plus, nous avons retenu deux sociétés françaises (LAFFORT et SPINDAL) qui distribuent aussi des diatomées pour la filtration des vins.

Pour chacune des huits marques commerciales nous avons étudié quatre à cinq diatomées qui sont le plus utilisées lors de la filtration des vins. Les plus grossières sont mises en œuvre pour la filtration des vins bruts, les plus fines, de couleur rose, sont utilisées au cours de la dernière filtration sur précouche qui précède les opérations d'embouteillage.

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Les caractéristiques physiques et hydrodynamiques des trente-huit diatomées sont données dans le tableau I.

Les densités sont faibles, les valeurs les plus basses sont égales à 0,263 (1 litre de diatomée pèse 263 grammes).

Les débits d'eau sont compris entre 4 et 519 hl/h.m^2.

Les perméabilités varient entre 0,042 et 7,690 Darcy. Dans le tableau I, pour chaque marque commerciale, les références des diatomées sont classées d'après les documentations techniques des fabricants par ordre décroissant de finesses de filtration. Les chiffres enregistrés confirment ce classement. Les valeurs des perméabilités permettent aussi de comparer entre eux les produits filtrants de différentes fabrications. Nous donnons tableau II l'équivalence que nous avons établie entre les trente-huit diatomées étudiées.

Le tableau III fournit les teneurs en divers éléments d'un vin blanc après macération des trente-huit diatomées. Les teneurs en potassium, en magnésium et en sodium ne varient pas de façon significative. Par contre certains adjuvants entraînent des augmentations des teneurs en fer et en calcium. Cependant, il faut remarquer, que dans la pratique des chais, les quantités d'adjuvants en contact avec le vin sont plus faibles et on n'observe pas d'élévation anormale des teneurs en ces différents cations.

Le tableau IV donne les résultats des examens organoleptiques réalisés avec de l'eau, avec un vin blanc et avec un vin rouge après macération des trente-huit diatomées. L'apparition d'odeurs étrangères est plus marquée dans l'eau que dans le vin blanc. On ne détecte pas de modification organoleptique pour le vin rouge. Dans tous les cas l'intensité est faible. Il y a peu d'adjuvants qui communiquent des odeurs étrangères; ce sont presque toujours des diatomées roses : il s'agit de produits naturels non activés qui présentent souvent les pertes à la calcination les plus importantes. En

TABLEAU I

Caractéristiques physiques et hydro-dynamiques de trente-huits diatomées.

Fabricant ou distributeur	Référence commerciale	Couleur	Densité apparente	Débit (hl/h x m²)	Perméabilité (darcy)
MANVILLE diatomées américaines (Célites)	Filter-Cel	Rose	0,312	12	0,044
	Standard Super-Cel	Rose	0,303	83	0,294
	Hyflo Super-Cel	Blanc	0,263	104	1,310
	Celite 545	Blanc	0,294	214	2,880
DICALITE diatomées américaines	Superaid	Rose	0,333	10	0,126
	Speedflow	Rose	0,384	24	0,268
	Speedplus	Blanc	0,312	97	2,210
	Dicalite 4200	Blanc	0,322	182	2,667
	Dicalite 5000	Blanc	0,312	519	3,950
EAGLE PICHER diatomées américaines	Celatom FN-2	Rose	0,316	13	0,077
	Celatom FP-4	Rose	0,322	55	0,205
	Celatom FW-6	Rose	0,333	54	0,654
	Celatom FW-14	Blanc	0,312	98	1,418
	Celatom FW-50	Blanc	0,312	229	3,750
WITCO diatomées américaines	Kénite 200	Rose	0,357	65	0,016
	Kénite 700	Blanc	0,312	93	0,903
	Kénite 3000	Blanc	0,294	224	2,810
	Kénite 5200	Blanc	0,357	244	3,320
CECA diatomées françaises	Clarcel CBL	Rose	0,263	24	0,704
	Clarcel DIF BO	Blanc	0,333	86	0,930
	Clarcel DIC	Blanc	0,322	97	1,930
	Clarcel DIC S	Blanc	0,550	154	1,977
	Clarcel DIT R	Blanc	0,550	265	3,980
MANVILLE diatomées françaises (Primisils)	Primisil 121	Rose	0,303	4	0,066
	Primisil 241	Rose	0,270	14	0,218
	Primisil 511	Blanc	0,312	68	1,002
	Primisil 741	Blanc	0,344	159	2,368
	Primisil 1202	Blanc	0,263	519	7,690
LAFFORT diatomées françaises	Colmatore P6	Rose	0,384	20	0,042
	Colmatore P5	Rose	0,357	37	0,073
	Colmatore P4	Rose	0,312	56	0,184
	Colmatore P2	Blanc	0,312	108	0,972
	Colmatore P1	Blanc	0,333	147	1,310
SPINDAL diatomées françaises	Spindalite N	Rose	0,312	28	0,088
	Spindalite R	Rose	0,294	36	0,134
	Spindalite XX	Blanc	0,357	76	1,132
	Spindalite AM	Blanc	0,294	293	4,400
	Spindalite TT	Blanc	0,277	336	4,880

TABLEAU II

Équivalence des perméabilités de trente-huit diatomées.

Perméabilité (Darcy)	MANVILLE diatomées américaines (Célites)	DICALITE diatomées américaines	EAGLE PICHER diatomées américaines	WITCO diatomées américaines	CECA diatomées françaises	MANVILLE diatomées françaises (Primisils)	LAFFORT diatomées françaises	SPINDAL diatomées françaises	Perméabilité (Darcy)
8						Primisil 1202			8
7									7
6									6
5								Spindalite TT Spindalite AM	5
4		Dicalite 5000	Celatom FW-50		Clarcel DIT R				4
3	Célite 545	Dicalite 4200		kénite 5200 kénite 3000		Primisil 741			3
2		Speedplus			Clarcel DIC S Clarcel DIC				2
1	Hyflo Super-Cel		Celatom FW-14	kénite 700	Clarcel DIF BO Clarcel CBL	Primisil 511	Colmatose P1 Colmatose P2	Spindalite XX	1
	Standard Super-Cel	Speedflow	Celatom FW-6 Celatom FP-4			Primisil 241	Colmatose P4		
0	Filter-Cel	Superaid	Celatom FN-2	kénite 200		Primisil 121	Colmatose P5 Colmatose P6	Spindalite R Spindalite N	0

TABLEAU III

Variation des teneurs en divers éléments d'un vin après macération de trente-huit diatomées.

Fabricant ou distribution	Référence commerciale	Couleur	K (mg/l)	Mg (mg/l)	Ca (mg/l)	Na (mg/l)	Fe (mg/l)
	Vin témoin	—	90	65	75	30	4,5
MANVILLE diatomées américaines (Célites)	Filter-Cel	Rose	90	65	75	30	5,0
	Standard Super-Cel	Rose	90	65	100	30	5,0
	Hyflo Super-Cel	Blanc	90	65	75	30	5,0
	Célite 545	Blanc	90	65	95	30	5,0
DICALITE diatomées américaines	Superaid	Rose	90	65	95	30	5,0
	Speedflow	Rose	90	65	95	30	5,0
	Speedplus	Blanc	90	65	95	30	5,0
	Dicatite 4200	Blanc	90	65	95	30	5,0
	Dicatite 5000	Blanc	90	65	95	30	5,0
EAGLE PICHER diatomées américaines	Celatom FN-2	Rose	90	65	95	30	5,0
	Celatom FP-4	Rose	90	65	95	30	5,0
	Celatom FW-6	Rose	90	65	95	30	5,0
	Celatom FW-14	Blanc	90	65	95	30	5,0
	Celatom FW-50	Blanc	90	65	115	30	5,0
WITCO diatomées américaines	Kénite 200	Rose	90	65	90	30	5,0
	Kénite 700	Blanc	90	65	90	30	5,5
	Kénite 3000	Blanc	90	65	95	30	5,0
	Kénite 5200	Blanc	90	65	75	30	4,5
CECA diatomées françaises	Clarcel CBL	Rose	90	65	95	30	5,5
	Clarcel DIF BO	Blanc	90	65	95	30	5,0
	Clarcel DIC	Blanc	90	65	100	30	5,0
	Clarcel DIC S	Blanc	90	65	95	30	5,0
	Clarcel DIT R	Blanc	90	65	95	30	5,0
MANVILLE diatomées françaises (Primisils)	Primisil 121	Rose	90	65	95	30	5,0
	Primisil 241	Rose	90	65	95	30	5,0
	Primisil 511	Blanc	90	65	95	30	5,0
	Primisil 741	Blanc	90	65	95	30	5,0
	Primisils 1202	Blanc	90	65	95	30	5,0
LAFFORT diatomées françaises	Colmatose P6	Rose	90	65	95	30	5,0
	Colmatose P5	Rose	90	65	95	30	5,0
	Colmatose P4	Rose	90	65	95	30	5,5
	Colmatose P2	Blanc	90	65	95	30	5,0
	Colmatose P1	Blanc	90	65	95	30	5,0
SPINDAL diatomées françaises	Spindalite N	Rose	90	65	95	30	5,0
	Spindalite R	Rose	90	65	95	30	5,0
	Spindalite XX	Blanc	90	65	95	30	5,0
	Spindalite AM	Blanc	90	65	95	30	5,0
	Spindalite TT	Blanc	90	65	95	30	5,0

TABLEAU IV

Perte à la calcination. Apparitions d'odeurs étrangères après macération de trente-huit diatomées dans de l'eau et dans du vin.

Fabricant ou distributeur	Référence commerciale	Couleur	Perte à la calcination %	Odeurs étrangères après macération		
				eau	vin blanc	vin rouge
MANVILLE diatomées américaines (Célites)	Filter-Cel	Rose	5,31	+	—	—
	Standard Super-Cel	Rose	0,23	—	—	—
	Hyflo Super-Cel	Blanc	0,37	+	—	—
	Célite 545	Blanc	0,13	—	—	—
DICALITE diatomées américaines	Superaid	Rose	0,55	+	—	—
	Speedflow	Rose	0,20	—	—	—
	Speedplus	Blanc	0,18	—	—	—
	Dicatite 4200	Blanc	0,29	—	—	—
	Dicatite 5000	Blanc	0,01	—	—	—
EAGLE PICHER diatomées américaines	Celatom FN-2	Rose	0,20	+	+	—
	Celaton FP-4	Rose	1,07	—	—	—
	Celatom FW-6	Rose	0,34	—	—	—
	Celatom FW-14	Blanc	0,18	—	—	—
	Celatom FW-50	Blanc	0,45	—	—	—
WITCO diatomées américaines	Kénite 200	Rose	0,39	+	+	—
	Kénite 700	Blanc	0,26	—	—	—
	Kénite 3000	Blanc	0,24	—	—	—
	Kénite 5200	Blanc	0,70	+	—	—
CECA diatomées françaises	Clarcel CBL	Rose	0,37	+	+	—
	Clarcel DIF BO	Blanc	0,45	—	—	—
	Clarcel DIC	Blanc	0,22	—	—	—
	Clarcel DIC S	Blanc	0,43	—	—	—
	Clarcel DIT R	Blanc	0,20	—	—	—
MANVILLE diatomées françaises (Primisils)	Primisil 121	Rose	1,18	+	—	—
	Primisil 241	Rose	1,17	—	—	—
	Primisil 511	Blanc	0,98	—	—	—
	Primisil 741	Blanc	0,10	—	—	—
	Primisil 1202	Blanc	0,10	—	—	—
LAFFORT diatomées françaises	Colmatose P6	Rose	0,42	—	—	—
	Colmatose P5	Rose	0,84	—	—	—
	Colmatose P4	Rose	1,07	+	+	—
	Colmatose P2	Blanc	0,07	—	—	—
	Colmatose P1	Blanc	0,20	—	—	—
SPINDAL diatomées françaises	Spindalite N	Rose	0,48	+	+	—
	Spindalite R	Rose	0,37	+	—	—
	Spindalite XX	Blanc	0,19	—	—	—
	Spindalite AM	Blanc	0,19	—	—	—
	Spindalite TT	Blanc	0,69	—	—	—

Odeurs étrangères : + présence ; — absence.

fonction de ces résultats, pour éviter tout risque de contamination gustative pendant la filtration industrielle, il est recommandé de procéder à un test de laboratoire dans les conditions expérimentales précédemment définies.

Cette étude a été réalisée sur des produits filtrants proposés dans le commerce au début de l'année 1986. Il est possible que certaines diatomées aient aujourd'hui des caractéristiques légèrement différentes.

Remerciements

Les auteurs remercient l'Institut de la Filtration et des Techniques séparatives d'Agen qui a mis à leur disposition le perméamètre CECA avec lequel a été déterminée la perméabilité des adjuvants.

RÉSUMÉ

Cette étude propose la comparaison de trente-huit diatomées utilisées pour la filtration des vins.

Les principales caractéristiques physiques sont mesurées ainsi que les enrichissements possibles en certains cations et les risques d'apparition d'odeur étrangères. L'équivalence des différents adjuvants étudiés est donnée sous forme de tableau.

SUMMARY

This study is about a comparison of 38 diatoms used in wine filtration.

The main physical characteristics, the enrichment of some cations and the risks of particular smells were measured. The values relating to the different adjuvants are tabulated.

ZUSAMMENFASSUNG

Diese Studie schlägt einen Vergleich von achtunddreissig Kieselguren für die Weinfiltration vor.

Es wurden die wichtigsten physikalischen Eigenschaften, eventuelle Anreicherungen bestimmter Kationen und das Erscheinen von Fremdgerüchen untersucht. Die Vergleichswerte werden tabellarisch aufgeführt.

RESUMEN

Este estudio propone de comparar treinta y ocho diatomeas utilizadas para la filtración de los vinos.

Las principales caracteristicas físicas son mesuradas así como los enriquecimientos posibles en algunos catións y los riesgos de aparición de olores extranas. La equivalencia de los diferentes diatomeas estudiados esta dada en un cuadro.

RIASSUNTO

Questo studio propone il paragone di trentotto diatomee utilizzate per la filtrazione dei vini.

Le principali caratteristiche fisiche sono misurate cosi come gli arricchimenti possibili in certi cationi ed i rischi d'apparizioni di odori estanei. L'equivalenza dei differenti adiuvanti studiati é data sotto forma di quatro.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

DUBOURDIEU D., LEFEBVRE A. et RIBÉREAU-GAYON P., 1976. Influence d'un traitement physique d'ultra-dispersion sur la filtration des vins. *Connaissance Vigne Vin,* **10,** N° 1, 73-92.

GAUTIER B., 1984. Aspects pratiques de la filtration des vins. Bourgogne-Publications éd., La Chapelle-de-Guinchay.

GUILLON J.F., 1979. Recent developpments in the use of filter aids in the field of beverage industry. Filtration in the beer and other beverages industries SBF.

RIBÉREAU-GAYON J., PEYNAUD E., SUDRAUD P. et RIBÉREAU-GAYON P., 1982. Sciences et techniques du vin, tome I. Analyse et contrôle des vins. Dunod éd., Paris.

ROMAT H., 1986. Étude de l'utilisation des parois métalliques poreuses frittées pour la fitration des vins. *Thèse d'université. Université de Bordeaux II.*

SERRANO M. et GUIMBERTEAU G., 1978. Étude comparative des plaques filtrantes avec et sans amiante. Connaissance Vigne Vin, **12,** N° 3, 195-217.

SERRANO M. PRICART J.P. et RIBÉREAU-GAYON P., 1985. Étude comparée de dix-huit plaques filtrantes de différentes origines. *Connaissance Vigne Vin,* **19,** N° 3, 171-189.