Connaissance Vigne Vin, 1986, **20,** N° 4, 215-231.

ÉTUDE DE L'UTILISATION DES PAROIS MÉTALLIQUES POREUSES FRITTÉES POUR LA FILTRATION DES VINS

H. ROMAT*, J.-J. DESCOUT** et G. GUIMBERTEAU*
* Institut d'Œnologie, Université de Bordeaux II
351, cours de la Libération, 33405 Talence (France)
** Ets Pasquier Desvignes, « Le Marquisat »
Saint-Lager, 69220 Belleville (France)

INTRODUCTION

La clarification d'un liquide peut être effectuée par des techniques séparatives différentes selon la taille des particules.

L'élimination des particules supérieures à 10 µm s'effectue classiquement par sédimentation gravitaire ou centrifuge, par filtration sur précouche et parfois sur plaques cellulose-diatomées.

Pour éliminer les particules inférieures à 10 µm il faut avoir recours aux techniques de microfiltration. Deux procédés sont employés : la filtration transversale (utilisant des media de nature organique) et la filtration tangentielle (utilisant des media de nature organique ou minérale). La filtration transversale est actuellement le procédé le plus utilisé pour les vins ; elle s'effectue sur plaques cellulose-diatomées et sur membranes organiques microporeuses.

Pour les membranes organiques, des études ont conduit à des matériaux d'une part plus fiables et d'autre part régénérables (la régénération étant toutefois limitée dans le temps).

Par contre, les plaques cellulose-diatomées ont peu évolué, leur réutilisation est encore délicate. La conception des filtres à plaques présente de nombreux inconvénients (stérilisation difficile, perte de liquide, etc.).

Dans le but de remplacer les plaques cellulose-diatomées, pour la filtration transversale des liquides alimentaires et en particulier du vin, nous avons pensé aux parois métalliques poreuses frittées, généralement utilisées pour la filtration des gaz et des liquides dans l'industrie chimique.

Des premières observations, effectuées avec des fabrications standards fournies par la Société Alliages Frittés METAFRAM (PECHINEY), nous ont montré qu'il était effectivement possible de filtrer des vins sur ces media, mais que leurs performances étaient insuffisantes. A notre demande, cette

firme a réalisé des media plus complexes à parois multicouches qui ont fait l'objet du brevet N° 84 01 717 (Brevet conjoint PASQUIER-DESVIGNES/METAFRAM).

Dans ce travail, on détermine successivement les lois de colmatage à pression constante et la qualité de la filtration sur divers alliages frittés afin de sélectionner le type le plus approprié. Les résultats des observations au stade industriel sur un matériel pilote, sont ensuite donnés. Enfin, on étudie les risques de pollution métallique que peut entraîner l'utilisation de ce media.

MATERIEL ET METHODES

A. — LES PAROIS METALLIQUES POREUSES FRITTEES.

Les membranes minérales sont fabriquées à partir de poudres ou de fibres, de nature métallique, dont la cohésion est assurée par un processus de frittage (compression à haute température). On distingue les céramiques et les parois métalliques frittées.

Les céramiques, les plus anciennes, sont constituées par des ensembles de grains minéraux appartenant principalement à la famille des oxydes (oxyde d'aluminium, oxyde de zirconium) ; elles sont sensibles aux chocs mécaniques et thermiques.

Les parois métalliques frittées sont élaborées à partir de fibres ou de grains métalliques calibrés. Les métaux les plus utilisés sont le bronze, le nickel et les aciers inoxydables. Leur résistance aux chocs thermiques et mécanique est très importante.

L'utilisation des parois métalliques frittées pour la filtration des gaz et des liquides date d'une cinquantaine d'années.

Plus récemment, il s'est développé des parois métalliques minces de nickel, présentant des pores de 0,05 à 1 µm de diamètre, obtenues par frittage de grains très petits ; celles-ci offrent des utilisations très particulières, comme la séparation des isotopes par diffusion gazeuse ; mais elles ne sont pas utilisables dans le domaine alimentaire, en particulier pour les vins, elles cèdent du nickel.

Les parois métalliques poreuses frittées se présentent sous des formes très diverses (plaques, tubes, etc.), dont les propriétés dépendent fortement des conditions de frittage.

Cependant il est possible d'adapter les méthodes de fabrication pour obtenir des parois composites, c'est-à-dire élaborer une paroi constituée de deux ou plusieurs couches de grains différents et de les fritter ensemble. La fabrication d'un tel type de paroi multiplie l'intérêt des filtres métalliques frittés. Cela permet d'utiliser l'épaisseur du media (nécessaire à sa

résistance mécanique) pour une meilleur filtration, en utilisant un media composé de parois possédant des seuils d'arrêt absolu décroissants on peut augmenter sa capacité de rétention.

Le choix du matériau repose sur trois critères : a) la tenue à la corrosion ; b) la tenue mécanique ; c) la facilité de montage et d'assemblage.

Les parois métalliques poreuses frittées en acier inoxydable austénitique chrome-nickel 18/10 et surtout 18/12 au molybdène se sont particulièrement développées dans la filtration des liquides. Ce sont les seules utilisables.

B. — LES PAROIS METALLIQUES POREUSES FRITTEES EN ACIER INOXYDABLES.

Parmi les frittés en acier inoxydable, il faut distinguer les porals (grains) et les fibroporals (fibres). Nous avons principalement utilisé les porals ; ils sont constitués de grains non sphériques et présentent une épaisseur minimum importante de 2 à 3 mm (de manière à leur assurer une rigidité suffisante). Ces media peuvent travailler en tamisage, mais ils ont une grande capacité de rétention dans la masse.

a) *Caractéristiques générales.*

On caractérise un media filtrant par ses propiétés géométriques et physiques : granularité, surface spécifique, porosité, perméabilité.

Dans le cas des frittés, les seules grandeurs pouvant être facilement prises en considération sont la porosité (%), la perméabilité P_o (μm^2) et le débit ($l.h.^{-1}\ cm^{-2}\ .mbar^{-1}$) ; le diamètre du plus gros pore est également un élément intéressant ; on le détermine par la mesure de la pression de la première bulle (à l'alcool).

Les parois frittées que nous utilisons pour la microfiltration ont les caractéristiques suivantes :

— Porosité ..... 30-40 %
— Débit ..... 0,1-0,2 $l.h.^{-1}\ .cm^{-2}\ .mbar^{-1}$
— Perméabilité ..... 0,1-0,3 μm^2
— 1re bulle ..... 100-140 bar
— Diamètre du plus gros pore .. 7-20 μm

b) *Structure.*

Pour mieux connaître les parois métalliques poreuses frittées, nous avons effectué des observations à l'aide d'un microscope électronique à balayage. Elles montrent que la rétention des particules s'effectue d'une part par tamisage et d'autre part en profondeur. Compte tenu du diamètre du plus gros pore des media utilisés, il semble que la rétention dans la masse est prépondérante.

C. — MATERIEL DE FILTRATION.

a) *Filtration de laboratoire.*

L'étude a été conduite à l'aide d'un matériel de filtration comprenant un réservoir d'une capacité de 10 litres équipé d'un manomètre et d'une vanne de raccordement. Dans le cas où les tests sont conduits à pression constante, les différentes cellules de filtration sont adaptées directement au réservoir. Dans le cas où les tests sont conduits à débit constant, un débimètre PLATON GTV, adapté en série, permet de régler le débit.

b) *Filtration industrielle.*

Nous avons fait construire un carter de filtration pouvant contenir 7 cartouches de métal poreux, d'une surface filtrante unitaire de 0,1414 m^2, soit une surface utilisable de 1 m^2. Ce matériel nous a permis de tester les possibilités de filtration d'un tel media dans les différentes situations que l'on peut rencontrer dans la pratique.

Dans tous les cas les volumes sont enregistrés en fonction du temps ; des prélèvements stériles permettent de mesurer la turbidité et de dénombrer les microorganismes.

D. — CONTROLE DE LA LIMPIDITE.

a) *Mesure de la turbidité.*

Nous avons utilisé deux types de turbidimètre : un néphélomètre SIGRIST KTL 65 (étalonné en NTU) au stade du laboratoire et un turbidimètre MONITEK 151 (étalonné en milligrammes de silice par litre) au stade industriel. La correspondance entre les deux unités est : 1 NTU = 3,2 mg de SiO_2 par litre.

b) *Dénombrement des microorganismes.*

Nous avons principalement utilisé les techniques spécifiques pour les vins décrites par LAFON-LAFOURCADE et JOYEUX (1979). Pour le dénombrement des bactéries en milieu synthétique, nous avons été amené à employer le milieu DUBOIS modifié (CARRE, 1982). La sélection entre les différents microorganismes se fait par les conditions de culture en milieu solide.

E. — EXPERIMENTATION.

Les filtrations sont effectuées d'une part avec une solution synthétique hydroalcoolique (éthanol 10 p. 100 vol. ; acide tartrique 3 g par litre ; pH 3,3) enrichie en microorganismes (levures sèches *S. cerivisiae* et/ou bactéries congelées *L. oïnos*), et d'autre part sur des vins blancs et rouges.

RÉSULTATS

A. — LOI DE FILTRATION A PRESSION CONSTANTE.

Parmi les techniques séparatives, la filtration transversale constitue une méthode très largement utilisée d'où découlent des lois de filtration en écoulement laminaire à pression constante, développées par HERMANS et BREDEE (1935) (Tableau I). Ces lois ont trouvé de nombreuses applications (GAILLARD, 1976 ; DUBOURDIEU, 1978 ; SERRANO, 1981) ; elles correspondent à un type de dépôt et/ou un colmatage considéré.

TABLEAU I

Expression des lois de filtration à pression constante

Lois	Expression
Colmatage brusque des pores (m = 2)	$q = q_o - K_1 V$
Colmatage progressif des pores (m = 3/2)	$\frac{t}{V} = \frac{1}{q_o} + K_2 t$
Filtration sur gâteau (m = o)	$\frac{t}{V} = \frac{1}{q_o} + K_3 V$
Colmatage intermédiaire des pores (m = 1)	$\frac{1}{q} = \frac{1}{q_o} + K_4 t$

Une application immédiate de la connaissance de la loi de filtration est le calcul du volume maximum filtrable.

Pour les parois métalliques poreuses frittées en acier inoxydable, il apparaît que les lois vérifiées sont différentes suivant le type de parois et la turbidité du vin ; cependant la loi applicable dans les cas les plus proches de la réalité est la loi du colmatage intermédiaire.

Nous nous sommes proposé de déterminer le volume maximum filtrable pour cette loi.

L'équation vérifiée est : $$\frac{1}{q_i} = Kt_i + \frac{1}{q_o}$$

où q_i est le débit instantané observé en temps t_i, k une constante et q_o le débit initial du temps t_o.

On peut définir q_i par l'enregistrement des volumes aux temps t_i — a et t_i + a (2a représente l'intervalle de mesure).

Il existe un élément j du même ensemble que i tel que :

Il vient : $$V_{(t_i - a)} = V_{(t_j + a)} = \frac{2a\, q_o}{K q_o t_i + 1} + V_{(t_j - a)}$$

Par récurrence on obtient une expression du volume maximum filtra- noté V_{max}.

$$V_{max} = 2a \left[\sum_{i=k}^{\infty} \frac{1}{K t_i + \frac{1}{q_o}} \right] + V_{(t_k - a)}$$

où k est un élément du même ensemble que i et j ; le temps t_k — a représente l'instant où la première mesure est effectuée.

Cependant on ne peut calculer la limite d'une suite que dans le cas où elle est convergente. Or dans tous les cas, le cœfficient k (représentant la pente) est inférieur à 1 ; suivant le critère de CAUCHY cette suite est divergente et n'admet pas de limite.

Le volume maximum filtrable est théoriquement infini. Cependant il est possible de définir un colmatage par un débit minimum acceptable noté Q_m.

Il existe un y tel que : $$\frac{1}{Q_m} = K t_y + \frac{1}{q_o}$$

Donc le volume maximum filtrable peut être approché par la formule suivante :

$$V_{max} = 2a \left[\sum_{i=k}^{y} \frac{1}{K t_i + \frac{1}{q_o}} \right] + V_{(t_k - a)}$$

B. — DECOLMATAGE.

Un des principaux avantages des membranes minérales est de pouvoir être réutilisées un grand nombre de fois. Au laboratoire, à l'aide de différentes méthodes, nous avons mis en évidence l'efficacité du media après décolmatage ; les solutions les plus efficaces sont le passage aux ultrasons et le décolmatage à contre-courant avec de l'eau microfiltrée sur 0,45 µm ; elles permettent une efficacité stable et supérieure à 95 p. 100 après dix utilisations.

Au laboratoire on utilise les deux méthodes successivement ; par contre au stade industriel, seule l'eau microfiltrée à contre-courant est employée.

C. — FILTRATION A DEBIT CONSTANT.

Des premiers tests, effectués à pression constante, nous ont permis de sélectionner les parois les plus adaptées. Cependant, pour nous placer dans les conditions pratiques de la filtration des vins, nous avons également conduit des essais à débit constant.

La filtration d'une solution synthétique enrichie en microorganismes est effectuée, d'une part sur des fabrications standards « Poral 03 » (grains dont le diamètre moyen est 30 µm) et « Fibroporal 4 µm » (fibre dont le diamètre moyen est de 4 µm), d'autre part sur une fabrication spéciale à gradient de porosité « Poral 03-02 » (superposition de deux couches de grains dont les diamètres moyens sont 30 µm et 20 µm). Les caractéristiques de ces media sont données sur le tableau II. Les résultats obtenus pour un cycle de 4 heures apparaissent sur les tableaux III, IV et V.

TABLEAU II

Caractéristiques des frittés expérimentés

	03	F4	03—02
Porosité ε (%)	30	37	31
Débit Q ($l.h^{-1}. cm^{-2}. mbar^{-1}$)	0,12	1,90	0,14
Perméabilité Po (μm^2)	0,12	0,16	0,14
Pression de première bulle à l'alcool (mbar)	100	110	110
Diamètre du plus gros pore (µm)	8,8	8,6	7,8

Pour un débit de 700 $l.h.^{-1} .m^{-2}$ le Poral 03-02 offre une bonne reprise de limpidité, une bonne rétention des microorganismes et cela pour une faible augmentation de la pression différentielle. Les fabrications standards 03 et F4 semblent mal adaptées à la microfiltration, à la vue des résultats obtenus.

D'autres frittés ont été utilisés dans les mêmes conditions expérimentales ; les résultats ne sont pas meilleurs que ceux obtenus avec le Poral 03-02.

TABLEAU III

Filtration d'une solution synthétique sur un poral 03 (700 $l.h.^{-1}.m^{-2}$).

Témoin { Turbidité : 0,85 NTU
Levures : 58.000/100 ml
Bactéries : 24.000/100 ml

Temps (heure)	Pression (bar)	Volume (ml)	Turbidité (NTU)	Levures /100 ml	Bactéries /100 ml
0	0,05	150	0,77	>>300	>>300
0,5	0,06	900	0,41	>300	>300
1	0,07	1550	0,35	250	>300
2	0,10	3000	0,30	230	280
4	0,20	6050	0,28	180	240
Ensemble	—	6050	0,32	220	300

TABLEAU IV

Filtration d'une solution synthétique sur fibroporal 4 µm (700 $l.h.^{-1}.m^{2}$).

Témoin { Turbidité : 0,83 NTU
Levures : 46.000/100 ml
Bactéries : 18.000/100 ml

Temps (heure)	Pression (bar)	Volume (ml)	Turbidité (NTU)	Levures /100 ml	Bactéries /100ml
O	0,17	150	0,74	incomptable	incomptable
0,5	—	900	0,26	»	»
1	0,19	1550	0,21	»	»
2	0,20	3000	0,26	»	»
4	0,38	6050	0,29	»	»
Ensemble	—	6050	0,31	»	»

TABLEAU V

Filtration d'une solution synthétique sur un poral 03—02 (700 l.h.$^{-1}$.m^{-2}).

Témoin { Turbidité : 0,87 NTU
Levures : 54.000/100 ml
Bactéries : 26.000/100 ml

Temps (heure)	Pression (bar)	Volume (ml)	Turbidité (NTU)	Levures /100 ml	Bactéries /100 ml
O	0,10	150	0,38	40	300
0,5	0,13	900	0,12	70	150
1	0,18	1550	0,08	25	150
2	0,25	3000	0,07	25	120
4	0,61	6050	0,07	10	100
Ensemble	—	6050	0,09	90	190

D. — FILTRATIOIN INDUSTRIELLE.

a) *Expérimentation.*

A la suite des bons résultats obtenus au laboratoire avec le Poral 03-02, nous avons fait fabriquer avec cette nuance des cartouches de filtration industrielle.

Le prototype a été testé, d'abord en filtration de cuve à cuve. Cela nous a permis de montrer que le débit pouvait être plus élevé tout en conservant une bonne reprise de la limpidité ainsi qu'une excellente rétention des microorganismes (Tableau VI) ; pour un cycle de 3 heures, l'augmentation de pression différentielle ΔP est faible pour des débits qui sont de deux à trois fois plus importants que ceux utilisés en filtration sur plaques cellulose-diatomées.

Par ailleurs, le prototype a été placé à l'entrée d'une chaîne d'embouteillage et divers types de situations ont été testées :

— filtrations successives en amont d'une chaîne de 2 000 bouteilles par heure,

— filtration sur une chaîne de 3 000 bouteilles par heure,

— filtration sur une chaîne de tirage en ligne (cadence moyenne de 450 récipients d'une capacité unitaire de 3 litres soit 14 hectolitres par heure).

Il ressort que, dans le premier cas, les résultats sont similaires à ceux obtenus de cuve à cuve ; cet essai nous a permis de mettre en évidence

TABLEAU VI

Filtration d'un vin rouge à différents débits sur le prototype de filtration semi-industrielle.

Titre alcoométrique : 12,3 % vol. ; acidité totale : 3,6 g/l H_2SO_4 ; acidité volatile : 0,54 g/l H_2SO_4, SO_2 libre : 22 mg/l ; indice de Folin : 32, pH : 3,58 ; indice de colmatage/indice de colmatage modifié : 48/22 ; turbidité : 3,5 mg/l SiO_2 ; levures : 2000/100 ml, bactéries : 1000/100 ml.

Débit (hl/h)	Temps (heure)	Δ P (bar)	Turbidité (mg/l SiO_2)	Levures (/100 ml)	Bactéries (/100 ml)	IC/ICM
15	0	0,10	—	—	—	36/10
	0,5	0,10	1,3	< 1	< 1	
	1	0,15	1,0	< 1	< 1	
	2	0,20	0,8	< 1	< 1	
	3	0,30	0,8	< 1	< 1	
20	0	0,15	1,2	5	20	38/10
	0,5	0,15	1,0	< 1	5	
	1	0,20	0,9	< 1	< 1	
	2	0,30	0,8	< 1	5	
	3	0,40	0,8	< 1	< 1	
25	0	0,20	1,1	10	10	33/8
	0,5	0,27	0,8	< 1	20	
	1	0,35	0,8	5	15	
	2	0,50	0,8	5	20	
	3	—	—	—	—	

la facilité avec laquelle on peut changer de vin, après un simple rinçage à contre-courant avec de l'eau microfiltrée. Cette opération est impossible sur un filtre utilisant des plaques cellulose-diatomées.

Dans le deuxième cas (Tableaux VII, VIII et IX), on observe, pour les trois vins, une très bonne rétention pour les levures, mais moyenne pour les bactéries. Cependant la filtration sur membrane a été conduite avec la même facilité qu'avec des vins filtrés sur plaques (indices de colmatage faibles).

TABLEAU VII

Filtration d'un vin rouge de Bordeaux (1983) en vue d'une mise en bouteille. (3000 bouteilles/heure).

Titre alcoométrique : 11,8 % vol.; acidité tolale : 3,2 g H_2SO_4 par litre; acidité volatile : 0,38 g H_2SO_4 par litre; pH : 3,60; SO_2 libre : 32 mg/l; indice de Folin : 38.

Temps (heure)	ΔP (bar)	Turbidité (NTU)	Levures (/100 ml)	Bactéries (/100 ml)	IC/ICM
Avant	—	0,20	1100	2000	26/12
0	0,15	0,18	< 1	15	
1	0,20	0,17	< 1	20	
3	0,40	0,16	< 1	<1	16/8
6	0,70	0,16	< 1	30	

TABLEAU VIII

Filtration d'un vin rouge de Chateauneuf du Pape (1983) en vue d'une mise en bouteille. (3000 bouteilles/heures).

Titre alcoométrique : 13,5 % vol.; acidité totale : 3,45 g H_2SO_4 par litre; acidité volatile : 0,43 g H_2SO_4 par litre; pH : 3,38; SO_2 libre : 19 mg/l; indice de Folin : 46.

Temps (heure)	ΔP (bar)	Turbidité (NTU)	Levures (/100 ml)	Bactéries (/100 ml)	IC/ICM
Avant	—	0,18	1400	3000	15/10
0	0,15	0,17	< 1	60	
1	0,17	0,16	< 1	15	
3	0,20	0,15	< 1	40	12/8
6	0,25	0,15	< 1	45	
10	0,40	0,15	< 1	45	

Dans le troisième cas (Tableau X), où l'on pouvait s'attendre à rencontrer quelques difficultés du fait de l'alimentation séquentielle (variation de pression et débit instantané élevé proche de 30 hectolitres par

TABLEAU IX

Filtration d'un vin blanc de graves (1984) en vue d'une mise en bouteilles. (3000 bouteilles/heure).

Titre alcoométrique : 11,7 % vol.; acidité totale : 3,7 g H_2SO_4 par litre; acidité volatile : 0,21 g H_2SO_4 par litre; pH : 3,33; SO_2libre : 42 mg/l; sucre réducteur : 2 g/l.

Temps (heure)	Δ P (bar)	Turbidité (NTU)	Levures (/100 ml)	Bactéries (/100 ml)	IC/ICM
Avant	—	0,35	300	—	23/14
0	0,15	0,32	<1	—	
1	0,18	0,31	<1	—	22/8
3	0,25	0,28	<1	—	
6	0,55	0,28	<1	—	

TABLEAU X

Filtration d'un vin blanc de table en vue d'une mise en bouteille sur une chaîne de tirage en ligne (débit moyen : 14 hl/l).

Titre alcoométrique : 11,3 % vol.; acidité totale : 3,93 g/l H_2SO_4; acidité volatile : 0,30 g/l H_2SO_4; pH : 3,38; SO_2 libre : 72 mg/l; sucre réducteur : 7 g/l.

Temps (heure)	Δ P (bar)	Turbidité (NTU)	Levures (/100 ml)	IC/ICM
Avant	—	0,29	1200	86/38
0	0,30	0,28	<1	
1	0,35	0,28	<1	
3	0,50	0,27	<1	
6	0,75	0,27	<1	20/10
9	1,05	0,26	5	
12	1,85	0,26	15	
16	3,40	0,26	10	

heure), les résultats sont bons. Quelques levures subsistent dans le filtrat, mais la filtration sur membrane s'est déroulée normalement (indice de colmatage faible).

b) *Discussion.*

Les tests menés sur les frittés et plus particulièrement sur le Poral 03-02 montre son aptitude pour la filtration des vins bien que le diamètre du plus gros pore soit assez élevé. Ce type de media effectue un tamisage, mais surtout retient les particules en profondeur grâce à son épaisseur asez importante (environ 3 mm). Cependant tous les résultats obtenus ne peuvent s'expliquer mécaniquement ; une étude complémentaire nous a permis de vérifier que les principaux microorganismes du vin (*S. ceverisiae* et *L. oïnos*) sont chargés négativement dans les vins. Sans avoir pu déterminer la charge du matériau utilisé, on peut penser que les forces électrocinétiques initient la rétention mécanique et permettent d'obtenir d'aussi bons résultats microbiologiques.

Par ailleurs les dégustations comparatives avec la filtration sur plaques cellulose-diatomées laissent apparaître soit aucune différence soit une légère préférence pour la filtration sur frittés.

E. — INFLUENCE DU MEDIA SUR LES TENEURS EN DIVERS ELEMENTS DU VIN.

Les parois frittées en acier inoxydable sont fabriquées à partir de la nuance 316 (Z 6 CND 17-11). Lors de l'utilisation de tels media, on peut craindre un enrichissement des vins en fer, chrome et nickel.

Nous avons pu vérifier que si les parois utilisées au laboratoire (brutes de fabrication) peuvent parfois céder de très faibles quantités de métaux le prototype industriel est inerte vis-à-vis du vin (Tableau XI).

TABLEAU XI

Variation des teneurs en fer, chrome et nickel d'un vin après filtration sur le prototype de filtration semi-industrielle.

	Fe (mg/l)	Cr (µg/l)	Ni (µg/l)
Témoin	4,8	34	93
Filtré	4,8	36	108
r (*)	0,9914	0,9992	0,9929

(*) r représente le cœfficient de corrélation de la droite obtenue à l'aide de la gamme étalon.

CONCLUSION

Cette étude de la filtration transversale à l'aide des parois métalliques poreuses frittées nous a permis de montrer toutes les potentialités de ce type de media. Les premiers essais à pression constante montrent que la filtration sur les frittés suivent généralement la loi du colmatage intermédiaire pour laquelle nous avons déterminé une expression du volume maximum filtrable.

L'étude du décolmatage nous a permis de mettre en évidence la réutilisation de ce media, soit une efficacité constante et supérieure à 95 p. 100 après le dixième décolmatage avec de l'eau microfiltrée à contre-courant.

Les tests à débits constants nous ont confirmé l'aptitude de certaines parois et en particulier du fritté Poral 03-02, utilisant un gradient de porosité.

La mise en œuvre industrielle de cette paroi nous a conduit à utiliser des débits de l'ordre de 15 hectolitres par heure, débits beaucoup plus importants que ceux observés pour la filtration sur plaques cellulose-diatomées. Les résultats obtenus montrent une bonne reprise de limpidité avec une bonne rétention des microorganismes ainsi qu'une forte diminution de l'indice de colmatage permettant une filtration sur membrane normale.

Par ailleurs nous avons montré que ce media est inerte vis-à-vis du vin.

Ce travail a fait l'objet d'un contrat ANVAR n° A 8305056 V de la Région Rhône-Alpes.

Manuscrit reçu le 10 juin 1986 ; accepté pour publication le 6 octobre 1986.

RÉSUMÉ

Les parois métalliques poreuses frittées sont principalement utilisées pour la filtration des gaz et des liquides dans l'industrie chimique. Les auteurs ont testé les possibilités de ce media filtrant dans l'industrie vinicole. Des essais en laboratoire et dans la pratique des chais montrent que si les fabrications standards ne permettent d'obtenir que des résultats moyens, par contre, les parois plus complexes ont des performances semblables à celles habituellement obtenues avec les plaques cellulose-terre d'infusoires. A la différence de ces dernières, les parois métalliques poreuses frittées ont une meilleure tenue mécanique et sont parfaitement régénérables.

SUMMARY

The sintered metallic filters are principally used for the filtration of gases and liquids in the Chemical Industry. The authors have tested the possibility of using this filtration method in the Wine Industry. Laboratory experiments and practical tests show that the standard stainless steel filters only produce average

results, whereas the more complex sheets perform in a similar way to the clarifying cellulose-kieselguhr sheets. The advantage of the sintered sheet is that it displays a better mechanical resistance and is wholly reusable.

ZUSAMMENFASSUNG

Die porös-frittierten Metallschichten werden vorwiegend für die Filterung von Gasen und Flüssigkeiten in der chemischen Industrie benutzt.

Die Autoren haben die Möglichkeiten dieses Mediums zur Filterung anschließend auch in der Weinindustrie getestet. Dabei zeigen die Ergebnisse der Laborversuche und die Praxis des Weinkellers, daß gewöhnliche Standardfabrikate nur mittelmäßige Resultate erzielen, während aber komplizierter angelegte Filterschichten vergleichbare Leistungen wie die zellulose Kieselguhr erbringen

Im Gegensatz zu den letzteren haben porös-frittierte Metallschichten eine höhere mechanische Widerstandskraft und sind außerdem völlig wiederverwertbar.

RESUMEN

La capas filtrantes de metal agregado han sido hasta ahora utilizadas sobre todo en filtraciones industriales de gases o de líquidos.

Se propone aquí una extensíon de esta técnica a la enología.

Las capas metálicas clásicas han dado unos resultados matizados tanto en laboratorio como en bodegas. Con unas capas más complejas se puede alcanzar el nive obtenido con los filtros de celulosas y tierra de infusoras. Además se observa una mejor resistencia mecánica y más facilidad de regeneración.

RIASSUNTO

Le pareti metalliche porose sinterizzate sono principalmente utilizzate per la filtrazione dei gas e dei liquidi nell'industria chimica. Gli autori hanno testato le possibilità di questo media filtrante nell'industria vinicola. Prove in laboratorio e nella pratica delle cantine mostrano che se le fabbricazioni standard permettono di ottenere soltanto risultati medi, invece le pareti più complesse hanno persazioni simili a quelle abitualmente ottenute con placche cellulosa-farina fossile. Alla differenza di quest'ultime, le pareti metalliche porose sinterizzate hanno una migliore tenuta mecanica e possono perfettamente esser rigenerate.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

CARRE E., 1982. Recherches sur la croissance des bactéries lactiques en vinification. Désacidification biologique des vins. *Thèse 3e cycle, Université de Bordeaux II.*

DESCOUT J.-J., BORDRIER J.-L., LAURENTY J. et GUIMBERTEAU G., 1976. Contribution à l'étude des phénomènes de colmatage lors de la filtration des vins sur filtre écran. *Connaissance Vigne Vin,* **10.**

DRI J.-P., SPECKLIN P., THAVEAU B. et GUICHARD J.-C., 1982. Les traitements anticolmatants des feutres aiguilletés filtrants. *Filtra 82.*

DUBOURDIEU D., 1978. Etudes des polysaccharides secrétés par *Botrytis cinerea* dans la baie de raisin. Incidence sur les difficultés de clarification des vins de vendanges pourries. *Thèse Docteur-Ingénieur, Université de Bordeaux II.*

EDWARDS D.-M. et MONKE E.-J., 1967. Eletrokinetic studies of slow sand filtration process. *J.A.W.W.A., 59,* N° 10, 1310-1319.

FIORE J.-V. et BABINEAU R.-A., 1979. An old process with a new look. *Food Technol. 33,* N° 41, 67-72.

GAILLARD M., 1976. Etude sur les colloïdes glucidiques et la filtration des vins. *Diplôme Ingénieur Tech. Agric., Fédération Départementale des C.E.I. Œnologiques de la Gironde.*

GUIMBERTEAU G. et SERRANO M., 1976. Teneurs en calcium et en fer des plaques filtrantes. Influence technologique. *Connaissance Vigne Vin,* **10,** N° 3, 323-334.

HERMANS P.-H. et BREDEE H.-L., 1935. Zur Kenntnis der filtrations-gesetze. *Rec. Trav. Chim.,* 54, 680.

HERMANS P.-H. et BREDEE H.-L., 1936. Principles of the mathematical treatment of constant-pressure filtration. *J. Soc. Chem. Ind.,* 55, 15.

HERZIG J.-P., 1970. Etude de l'écoulement de suspensions à travers les milieux poreux. *Thèse Doctorat d'Etat, Université de Nancy.*

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,** N° 4, 295-310.

MANDRAU J.-L., 1973. Les méthodes de mesures de la limpidité et leur application à l'étude de la clarification des vins. *Thèse 3e cycle, Université de Bordeaux II.*

MAROUDAS A. et EISENKLAM P., 1965. Clarification of suspensions: a study of particule deposition in granular media. Part. I - Some observations on particule deposition. *Chem. Eng Sci., 20,* 861-873. - Part. 2 - A theory of clarification. *Chem. Eng. Sci., 20,* 875-888.

MEDINA B., 1978. Application de la spectrométrie d'absorption atomique sans flamme au dosage de quelques métaux dans les vins. *Thèse 3e cycle, Université de Bordeaux II.*

MEYER R., POTET P. et PILLOT J., 1966. Les membranes métalliques poreuses frittées (propriétés et applications). *Génie chimique,* 36 (2), 317-322.

MIETTON-PEUCHOT M., 1984. Contribution à l'étude de la microfiltration tangentielle. Application à la filtration des boissons. *Thèse Docteur-Ingénieur, Institut Polytechnique de Toulouse.*

RAISTRICH J.-H., 1983. Application du potentiel zéta à la filtration de petites particules dans les boissons. *Filtration et Séparation,* 20 (2), 124-126.

RIDDICK T.-M., 1968. Control of colloïd stability through zeta potential. *Vol 1, zéta Meter Inc., Liwingston Publ. C°,* Wynnewood.

RIVET P., 1981. *Guide de la Séparation liquide-solide.* Idexpo ed., Paris.

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

ROPION J., 1983. Etude de la filtration de suspensions artificielles de latex sur membranes cellulosiques. *Rapport D.E.A., Institut National Polytechnique de Lorraine.*

SERRANO M., 1981. Etude théorique et pratique de la filtration des vins sur plaques. *Thèse d'Université, Université de Bordeaux II.*