Connaissance Vigne Vin, 1977, **11**, N° 3, 255-276.

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA FILTRATION SUR PLAQUES

III. — INFLUENCE DE LA PRESSION SUR LE DEBIT ET LA QUALITE DE LA FILTRATION

M. SERRANO et G. GUIMBERTEAU

Institut d'Œnologie
Station Agronomique et Œnologique
Université de Bordeaux II
351, cours de la Libération, 33405 Talence (France).

Les exigences de plus en plus grandes en matière de limpidité et de stabilité imposent au moment de la mise en bouteilles un filtrage soigné.

A partir d'un vin stabilisé en vue de la mise en bouteilles il n'est généralement pas possible d'obtenir, par la seule filtration finisseuse sur plaques, une bonne limpidité, une parfaite rétention des levures et des bactéries vivantes avec un débit satisfaisant. Dans la majorité des cas le vin doit préalablement subir une préfiltration dégrossissante sur kieselguhr.

La filtration finisseuse est effectuée soit en plaçant le filtre entre la cuve et la tireuse, soit entre deux cuves. Dans le premier cas, pour avoir une alimentation régulière de la tireuse on maintient constant le débit de filtration en augmentant progressivement la pression ; dans le second cas, on fixe une pression permettant d'obtenir une bonne qualité de filtration avec un débit suffisant ; cette pression est le plus souvent maintenue constante au cours du cycle de filtration.

D'après les fabricants de plaques, la pression différentielle est un facteur important qui conditionne la qualité de la filtration. La plupart recommandent pour assurer une bonne rétention des levures et des bactéries, de ne pas dépasser 2 à 3 bars en filtration clarifiante et 1,5 bars en filtration stérilisante.

Après avoir mesuré la limpidité, dénombré les levures et les bactéries vivantes de différents vins stabilisés en vue de la mise en bouteilles, nous montrons l'influence de la filtration dégrossissante avec du kieselguhr, sur le rendement et la qualité de la filtration finisseuse sur plaques.

En vue de déterminer l'intervalle de pression assurant le meilleur rapport entre le rendement et la qualité de la filtration sur plaques, nous avons

ensuite étudié l'influence de la pression, maintenue constante au cours d'un cycle de filtration de huit heures, sur le débit, la limpidité et le nombre de microorganismes vivants des vins filtrés.

La rétention des levures et des bactéries lactiques en suspension dans des solutions hydroalcooliques en fonction de la pression est également analysée ; il s'agissait de vérifier s'il était possible à partir d'un milieu simple et reproductible de comparer l'efficacité de différentes plaques.

MATERIEL ET METHODES

Matériel de filtration.

Pour effectuer un grand nombre d'essais sans être obligé d'utiliser des volumes importants de vin, nous avons travaillé avec des plaques filtrantes de surface réduite ; nous avons vérifié auparavant que les résultats obtenus étaient identiques à ceux trouvés avec des surfaces filtrantes normalement mises en œuvre dans la pratique.

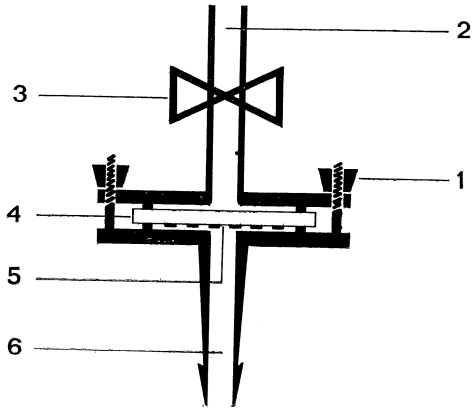


Fig. 1. — Coupe d'un filtre monodisque. 1 : vis de serrage ; 2 : arrivée sous pression du vin à filtrer ; 3 : vanne ; 4 : disque filtrant (surface libre 22 cm^2) ; 5 : support perforé du disque filtrant ; 6 : écoulement du vin filtré.

Nous avons utilisé une batterie de quatre filtres monodisques (fig. 1) ; la surface filtrante libre est de 22 cm^2. Ce matériel permet pour un cycle de huit heures sous une pression constante de tester, avec le même vin, quatre plaques filtrantes différentes.

Avant filtration, les filtres et les plaques sont stérilisés. Les vins filtrés sont recueillis dans des récipients gradués stériles. Pour chaque plaque filtrante et chaque cycle de filtration on note les volumes écoulés en fonction du temps. Un prélèvement stérile de l'ensemble des vins filtrés permet de mesurer la turbidité et de dénombrer les microorganismes vivants.

Mesure des débits.

Nous avons tracé pour chaque plaque étudiée les courbes suivantes :

— Qi = f (t) : qui traduit les variations du débit instantané (Qi) en fonction du temps. Pour une plaque filtrante, avec le même vin, on obtient une courbe pour chaque pression de filtration.

— Qm = f (p) : le débit moyen (Qm) obtenu sous une pression donnée est calculé à partir du volume filtré en 8 heures. Pour une plaque testée avec le même vin on trace la courbe des variations de Qm en fonction de la pression.

Qi et Qm sont exprimés en litre/m²/heure.

Les filtrations sont effectuées à 20 °C afin de rendre comparables les débits obtenus.

Mesure de la turbidité.

Nous avons mesuré la turbidité des vins avant et après filtration avec un néphélomètre Sigrist-Photometer. Cet appareil est étalonné avec des suspensions de silice dans l'eau et la turbidité des échantillons est exprimée en milligramme de silice par litre (MANDRAU, 1973).

Numération des levures et des bactéries.

Pour dénombrer les levures et les bactéries nous avons utilisé les techniques décrites par PEYNAUD et SAPIS-DOMERCQ (1972). Les levures totales en suspension dans les solutions hydroalcooliques sont comptées à l'aide d'un compte-globules de Malassez. Dans les vins, les levures et les bactéries vivantes sont dénombrées avant filtration sur milieu solide à partir de 1 ml de vin et après filtration, par concentration sur membranes en esters de cellulose.

Choix des vins.

Dans ce travail nous avons étudié le débit et la qualité de la filtration sur plaques pour des vins prêts à la mise en bouteilles comme on l'entend dans les chais de commerce : vins stabilisés et filtrés sur kieselguhr. L'importance de la préparation des vins, en particulier l'influence de la filtration dégrossissante avec du kieselguhr, sur le rendement et la qualité de la filtration finisseuse sur plaques, a été mise en évidence par MANDRAU (1973). Les plaques filtrantes ne travaillent correctement que si les vins à filtrer sont bien préparés. Nous donnons dans le tableau I la turbidité, le nombre de levures et de bactéries vivantes pour les différents vins étudiés. Quels que soient les traitements de stabilisation, après filtraton sur kieselguhr les turbidités sont de l'ordre de 3 mg de silice par litre ; elles correspondent à des vins brillants (turbidités comprises entre 1,2 et 3,5 mg par litre). Le nombre de levures et de bactéries vivantes est faible. Le nombre des levures vivantes est, dans 60 p. 100 des vins, égal ou infé-

TABLEAU I

Turbidité, nombre de levures et de bactéries vivantes dans différents vins prêts à la mise en bouteilles. Influence de la filtration sur Kieselghur.

Type de vin	Traitements effectués avant la filtration sur Kieselghur	Turbidité		Levures		Bactéries	
		Avant filtration	Après filtration	Avant filtration	Après filtration	Avant filtration	Après filtration
		NEGOCIANT A					
Rouge	Collage (albumine de sang et bentonite)	28	3,1	600	80	280	40
Rouge	Traitement par le froid ; collage (albumine de sang et bentonite)	4,8	2,2	40	0	30	12
Blanc sec	Centrifugation ; collage (albumine de sang et bentonite)	32	2,0	160	92	—	—
Blanc sec	Centrifugation ; traitement par le froid ; collage (albumine de sang et bentonite)	40	3,0	30	2	—	—
Blanc liquoreux	Centrifugation ; collage (albumine de sang et bentonite)	41	3,2	120	110	—	—
Blanc liquoreux	Centrifugation ; traitement par le froid ; collage (albumine de sang et bentonite)	6	2,9	100	4	—	—
		NEGOCIANT B					
Rouge	Collage (gélatine)	18	4,5	40	3	2000	110
Rouge	Traitement par le froid ; collage (gélatine)	8	3,1	120	57	800	80
Blanc sec	Collage (albumine de sang et bentonite)	23	4,8	240	87	—	—
Blanc sec	Traitement par le froid ; collage (albumine de sang et bentonite)	12	3,1	180	0	—	—
Blanc liquoreux	Collage (albumine de sang et bentonite)	19	4,8	300	0	—	—
Blanc liquoreux	Traitement par le froid ; collage (albumine de sang et bentonite)	16	4,1	50	8	—	—
		NEGOCIANT C					
Rouge	Collage (gélatine)	27	4,7	80	6	432	24
Rouge	Collage (gélatine)	10	3,1	90	20	160	30
Blanc sec	Pas de traitement	41	3,0	1800	110	—	—
Blanc sec	Pas de traitement	37	2,8	200	10	—	—
Blanc liquoreux	Collage (albumine de sang et bentonite)	10	2,6	29	5	—	—
Blanc liquoreux	Collage (albumine de sang et bentonite)	8	3,2	21	3	—	—

La turbidité est exprimée en milligrammes de silice par litre. Nombre de levures et de bactéries vivantes par millilitre.

rieur à 10 par millilitre ; dans les autres vins la population maximale en levures vivantes n'excède pas 100 par millilitre. Pour les bactéries vivantes, leur nombre, après filtration sur kieselguhr, varie en fonction de la population de départ entre 12 et 110 par millilitre.

La filtration dégrossissante avec des terres d'infusoires bien adaptées, permet d'obtenir des vins ne contenant qu'un nombre très restreint de microorganismes vivants et présentant une turbidité très faible.

Dans les conditions actuelles de conservation, la filtration dégrossissante sur kieselguhr doit être effectuée très peu de temps avant la filtration sur plaques, pour éviter une contamination des vins au cours du stockage. En effet, on observe souvent, même pour des durées de conservation de quelques jours entre la filtration sur kieselguhr et la filtration sur plaques des augmentations importantes de la turbidité et du nombre des levures vivantes. A titre d'exemple, la turbidité d'un vin blanc moelleux qui était immédiatement après filtration sur kieselguhr de 2,9 mg de silice par litre est de 18 mg après quinze jours et de 22 mg après trente jours de stockage ; parallèlement le nombre de levures vivantes évolue de 20 à 3200 et de 3200 à 4800 par millilitre. Dans ces conditions, un vin peut être plus trouble et plus riche en levures et en bactéries après filtration qu'avant filtration.

RESULTATS

I. — INFLUENCE DE LA PRESSION SUR LE DEBIT DE LA FILTRATION.

Vins correctement préparés pour la mise en bouteilles.

Sur de nombreux vins prêts à la mise en bouteilles, stabilisés et correctement filtrés sur kieselguhr, nous avons effectué différentes filtrations sur plaques dans les conditions précédemment décrites et tracé les courbes $Qi = f(t)$ et $Qm = f(p)$.

Quels que soient les vins filtrés, les courbes sont semblables et permettent de faire les mêmes observations. A titre d'exemple nous donnons figures 2 et 3 les courbes obtenues avec un vin rouge collé à la gélatine (10 g par hl) et filtré sur kieselguhr dix jours après. L'analyse succincte de ce vin était la suivante : titre alcoométrique à 20 °C, 11°9 ; sucres réducteurs, 1,8 g par litre ; viscosité, 1,54 Cp à 20 °C ; turbidité, 4 mg de silice par litre. Le vin est filtré sur deux plaques clarifiantes (une avec et une sans amiante) et sur deux plaques stérilisantes (une avec et une sans amiante) ; toutes les plaques proviennent du même fabricant et les plaques sans amiante sont données comme ayant la même porosité et la même efficacité que les plaques avec amiante.

1° - *Courbes $Qi = f(t)$*

Les courbes $Qi = f(t)$ obtenues avec les quatre plaques filtrantes sont données figure 2. L'examen de ces courbes permet de faire les observations suivantes :

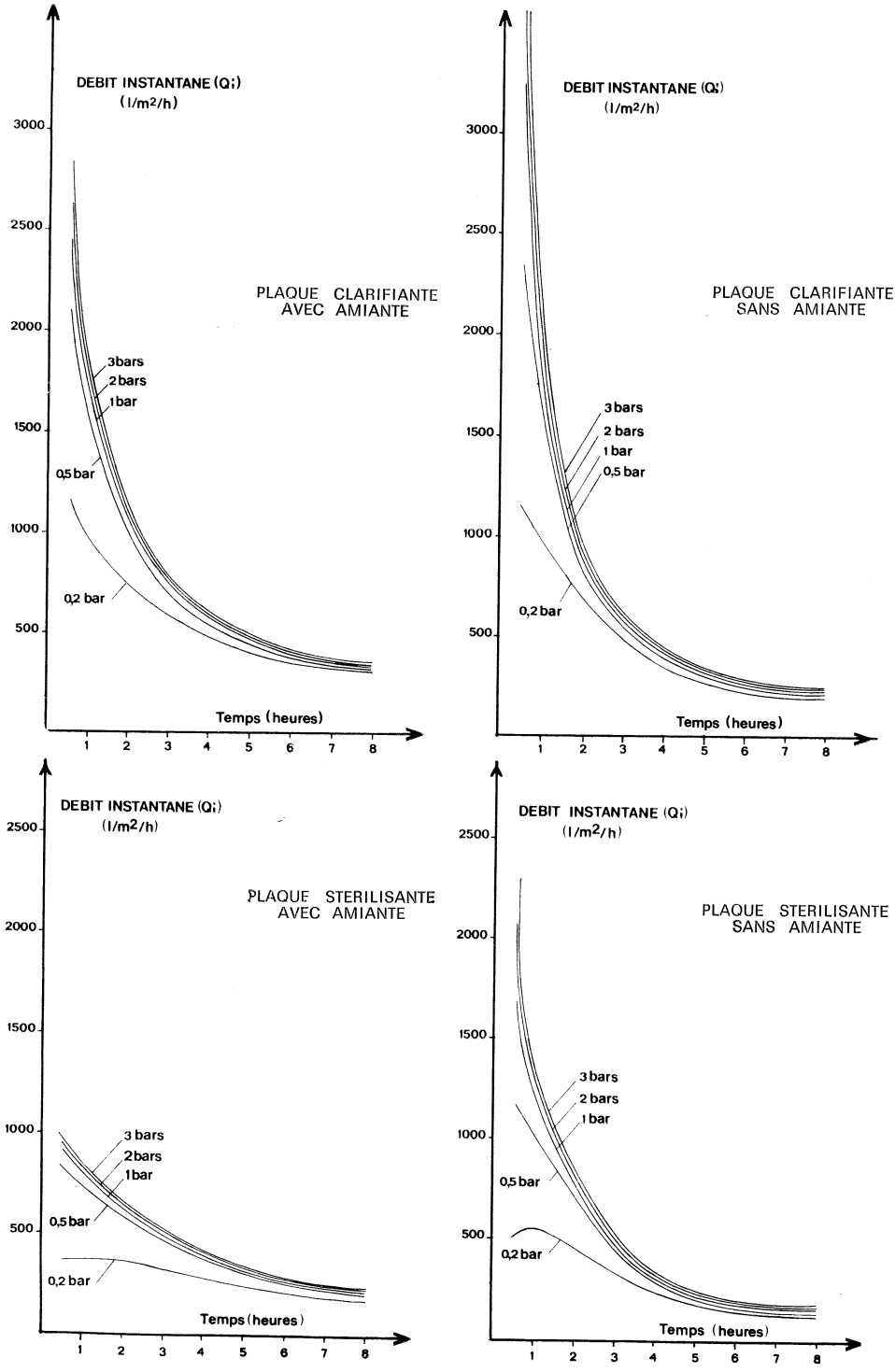


Fig. 2. — Variations du débit instantané (Qi) en fonction du temps au cours de la filtration d'un vin rouge sur quatre plaques filtrantes. Vin préfiltré sur kieselghur. Température de filtration : 20 °C.

— Sauf pour les plaques stérilisantes sous une pression de 0,2 bar, toutes les autres courbes ont une allure hyperbolique avec une asymptote parallèle à l'axe des abscisses.

— Plus la pression est élevée plus le débit instantané est important, sans toutefois que les différences de débit soient proportionnelles à la pression. Les différences sont importantes entre 0,2 et 0,5 bar mais faibles entre 1,0 et 2,0 bars et entre 2,0 et 3 bars.

TABLEAU II

Augmentation (en pourcentage) des débits instantanés entre 0,2 et 3 bars au cours d'un cycle de filtration

	Plaques clarifiantes		Plaques stérilisantes	
	avec amiante	sans amiante	avec amiante	sans amiante
Après 30 minutes *	143	233	168	360
Après 3 heures	34	25	64	56
Après 8 heures	16	22	14	42

* de fonctionnement du filtre.

— Au cours du cycle de filtration, le débit instantané diminue plus rapidement pour les pressions élevées (1,2 et 3 bars) que pour les basses pressions (0,2 et 0,5 bar).

— Les écarts entre les valeurs des débits instantanés pour les différentes pressions sont importants au début du cycle, puis ils diminuent progressivement ; le tableau II rend bien compte de ce phénomène.

— La comparaison des plaques clarifiantes avec et sans amiante montre que, pour ces dernières, les débits instantanés sont plus importants dans la première heure du cycle de filtration, puis inférieures après 2 heures. Pour les plaques stérilisantes, pendant les trois premières heures, les débits instantanés sont plus importants avec les plaques sans amiante ; ils sont plus faibles durant les dernières heures de filtration.

— Pour les plaques stérilisantes on observe, à basse pression (0,2 bar), au cours de la première heure du cycle de filtration une légère augmentation des débits instantanés ; cette augmentation est plus marquée pour la plaque sans amiante. Certains fabricants expliquent ce phénomène par l'obstruction par des particules très fines, provenant des matières filtrantes, d'un partie des pores de ces plaques. Ces particules ne seraient entraînées que progressivement sous basse pression ce qui conduirait à une augmentation de la porosité ; pour des pressions élevées ces particules seraient chassées instantanément par le premier liquide filtré.

2° - *Courbes Qm = f (p).*

Les courbes Qm = f (p) obtenues pour les quatre plaques filtrantes sont données figure 3. Elles permettent de faire les observations suivantes:

— Pour les quatre plaques le débit moyen est sensiblement proportionnel à la pression jusqu'à 0,5 bar (0,7 bar pour la plaque clarifiante sans amiante). Au-dessus de ces pressions il n'y a plus proportionnalité ; l'augmentation du débit moyen par rapport à l'augmentation de pression est faible (parfois insignifiant comme dans le cas de la plaque stérilisante avec amiante). Ces faits, signalés également dans le cas de la filtration de sirop de sucre par ETCHEVERRY (1974), peuvent s'expliquer par un tassement des matières filtrantes entraînant une diminution de la porosité que l'augmentation de la pression ne peut pas compenser (tableau III). Les plaques sans amiante sont moins sensibles à ce phénomène.

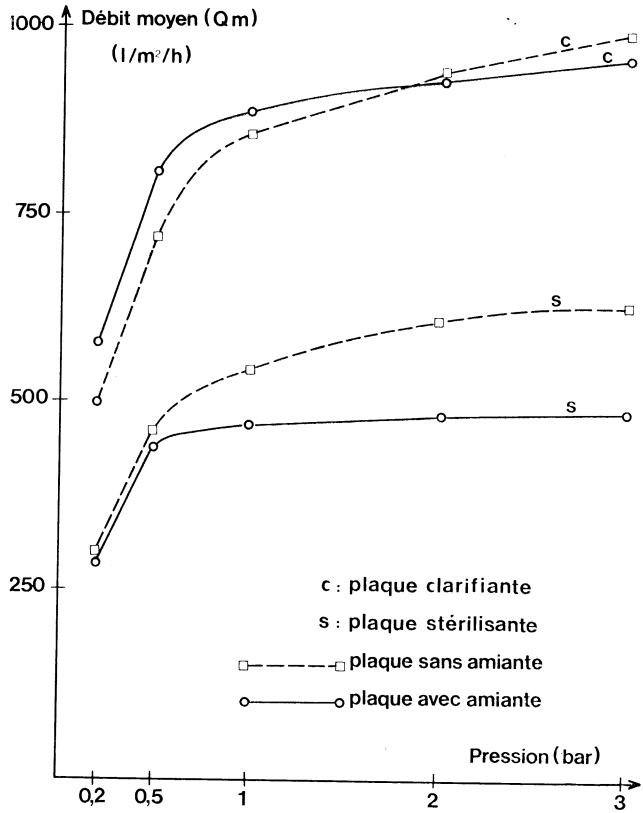


Fig. 3. — Variations du débit moyen (Qm) en fonction de la pression au cours de la filtration d'un vin rouge sur quatre plaques filtrantes. Vin préfiltré sur kieselghur. Température de filtration : 20 °C.

— Sous une pression de 0,5 bar les débits moyens (en l/m²/h) que nous avons obtenus sont pour les plaques clarifiantes, de 800 pour la plaque avec amiante et de 710 pour la plaque sans amiante ; pour les

plaques stérilisantes, ils sont de 435 pour la plaque avec amiante et de 465 pour la plaque sans amiante. Ces débits sont égaux ou supérieurs à ceux recommandés par les fabricants : 700 en filtration clarifiante et 350 en filtration stérilisante. Une pression de 0,5 bar est donc suffisante, pour des vins normalement préparés à la mise en bouteilles ; elle assure un débit de filtration satisfaisant.

TABLEAU III

Augmentation (en pourcentage) des débits moyens en fonction de la différence de pression

Différence de pression (en bar)	Plaques clarifiantes		Plaques stérilisantes	
	avec amiante	sans amiante	avec amiante	sans amiante
Entre 0,2 et 0,5	39	44	55	56
Entre 0,5 et 1,0	11	19	8	17
Entre 1,0 et 2,0	5	11	2	12
Entre 2,0 et 3,0	3	6	1	4

Vins mal préparés pour la mise en bouteilles.

Dans bien des cas, au moment de la mise en bouteilles les praticiens ont des difficultés pour obtenir des débits moyens corrects lors de la filtration sur plaque ; ils augmentent la pression parfois jusqu'à deux bars et plus. Une partie de ces difficultés provient d'une mauvaise élimination des produits de collage : clarification sur kieselguhr effectuée dans de mauvaises conditions, durée de sédimentation avant soutirage trop courte. Nous donnons comme exemple celui du vin rouge précédent qui 10 jours après collage a été filtré directement sur les 4 plaques précédemment étudiées. Les valeurs de Qm obtenues avec le vin rouge filtré et non filtré sur kieselguhr sont rassemblées dans la figure 4.a pour les 2 plaques avec amiante et dans la figure 4.b pour les 2 plaques sans amiante. Même sous une pression de 3 bars, aucune des 4 plaques n'a permis d'atteindre les débits recommandés par les fabricants lors de la filtration du vin rouge collé mais non préfiltré. La filtration sur kieselguhr permet d'obtenir des considérables augmentations du rendement de la filtration sur plaque comme le montre le tableau IV.

La figure 5 rassemble les débits moyens Qm obtenus avec les 4 plaques filtrantes précédentes (identifiées C et C' pour les clarifiantes et S pour les stérilisantes) et 2 plaques clarifiantes sans amiante très « lâche » (identifiées par les lettres A et B dans l'ordre décroissant de leur porosité). Si la plaque sans amiante la paus « lâche » (A) assure un débit moyen satisfaisant sous une pression comprise entre 0,5 et 0,6 bar, elle

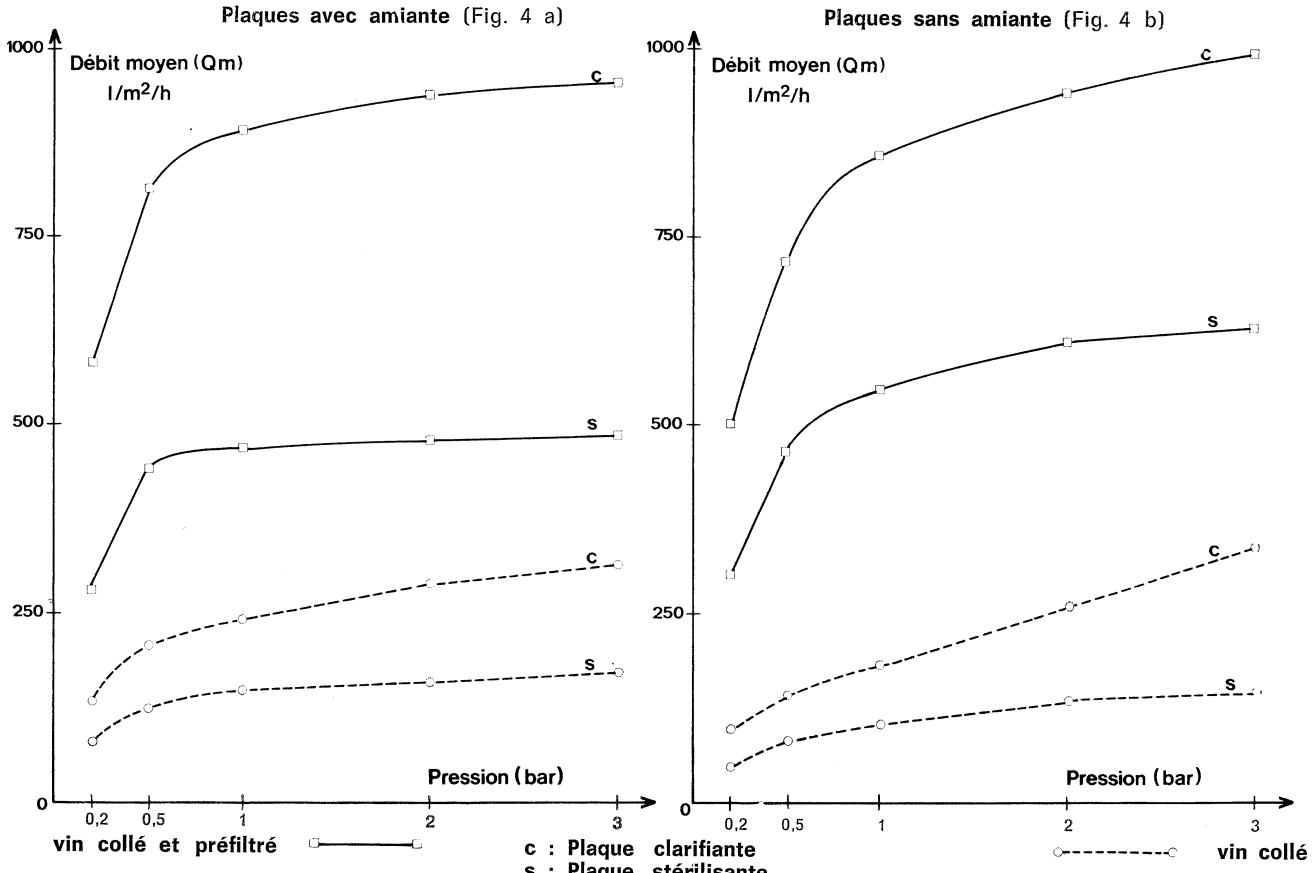


Fig. 4. — Variations du débit moyen (Qm) en fonction de la pression au cours de la filtration d'un vin rouge sur quatre plaques filtrantes (vin collé, vin collé et préfiltré sur kieselghur). Température de filtration : 20 °C.

ne permet pas d'envisager la mise en bouteilles de ce vin, car on obtient après filtration une turbidité trop élevée et la rétention d'une trop faible proportion de germes vivants ne permettant pas d'être assurée de la stabilité biologique du vin.

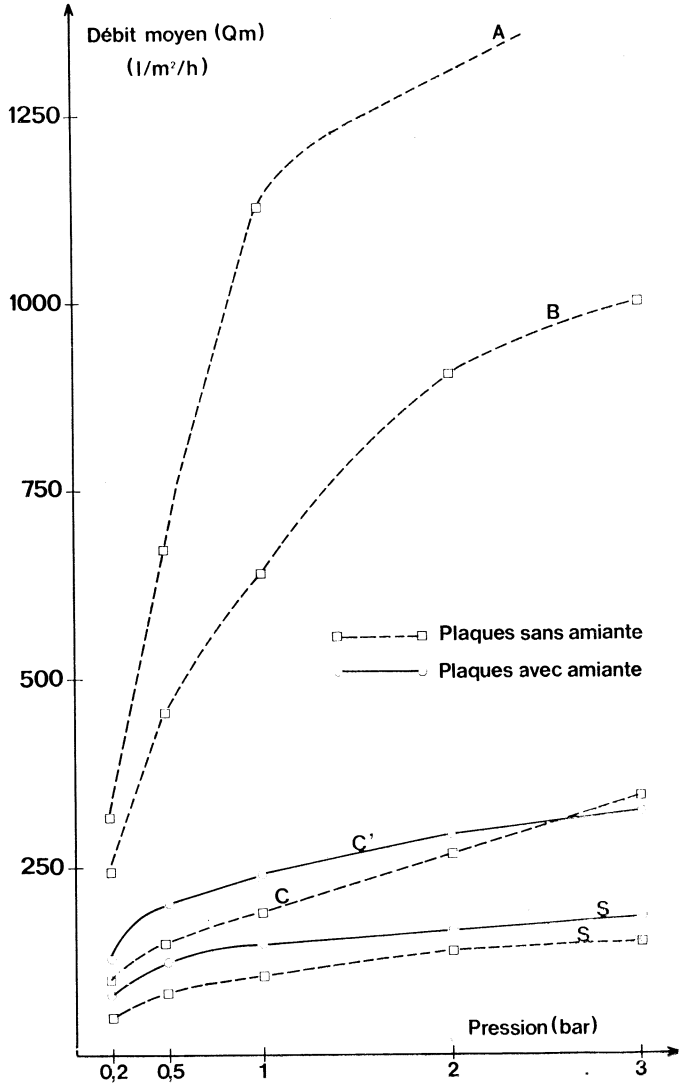


Fig. 5. — Variations du débit moyen (Qm) en fonction de la pression au cours de la filtration d'un vin rouge sur six plaques filtrantes (vin collé non préfiltré sur kieselghur). Température de filtration : 20 °C.

La préfiltration du vin sur kieselguhr améliore considérablement le rendement de la filtration sur plaques. Elle devient obligatoire si l'on envisage l'utilisation de plaques serrées au moment de la mise en bou-

teilles. Dans ces conditions, si l'on effectue la filtration sur plaques à pression constante on travaillera sous de faibles pressions (inférieures ou égales à 0,7 bar) : on atteint des débits élevés ; il y a proportionnalité entre la pression et le débit.

TABLEAU IV

Influence de la filtration dégrossissantes avec du Kieselghur sur les débits moyens obtenus sous 0,5 et 3,0 bars

Les chiffres représentent des augmentations en p. 100 par rapport aux débits moyens obtenus avec le même vin non préfiltré sur Kieselghur

Pression de filtration	Plaques clarifiantes		Plaques stérilisantes	
	avec amiante	sans amiante	avec amiante	sans amiante
0,5 bar	300	390	163	475
3,0 bars	197	190	169	331

En filtrant sous des pressions plus importantes (1 à 3 bars) le gain de rendement s'atténue très vite dans le temps. On assiste, surtout avec des plaques sans amiante, à d'importantes fuites de vin provoquées par une mauvaise étanchéité entre les plaques filtrantes et les supports. On utilise des pompes qui travaillent sous forte pression, on augmente la consommation énergétique.

Il est à noter, qu'au cours de cette expérimentation, on n'a jamais observé de phénomène de colmatage avec chute du débit à zéro, même au cours de filtration avec des plaques très serrées.

II. — INFLUENCE DE LA PRESSION SUR LA QUALITE DE LA FILTRATION.

Dans les conditions précédemment décrites nous avons filtré, sur des plaques avec et sans amiante de porosité variée, sous cinq pressions constantes (0,2 — 0,5 — 1,0 — 2,0 et 3,0 bars) différents vins préparés pour la mise en bouteilles ainsi que des suspensions de levures et de bactéries lactiques. Nous avons effectué des cycles de filtration de huit heures, mesuré la turbidité et dénombré les levures et les bactéries lactiques vivantes sur l'ensemble du produit filtré.

A. — Filtration de vins prêts à la mise en bouteilles.

Les résultats obtenus avec des vins différents sont comparables, aussi nous nous bornerons à donner, comme exemple, ceux qui correspondent à la filtration d'un vin blanc moelleux et d'un vin rouge.

1° - Filtration d'un vin blanc moelleux.

Nous avons choisi un vin blanc moelleux ayant un nombre de levures vivantes supérieur à la normale. Ce vin a été préfiltré sur kieselguhr mais il a subi une contamination dans la cuve de réception.

L'analyse succincte de ce vin est la suivante : titre alcoométrique à 20 °C, 11°0 ; sucres réducteurs, 54 g par litre ; anhydride sulfureux libre, 45 mg par litre ; anhydride sulfureux total, 240 mg par litre ; turbidité 4,2 mg de silice par litre ; nombre de levures vivantes, 80.000/200 ml.

Ce vin a été filtré sur quatre plaques, deux de la série clarifiante et deux de la série stérilisante ; dans chaque série une des plaques ne contient pas d'amiante ; les deux plaques de chaque série sont données par le fabricant comme ayant un rendement et une efficacité comparables. Les débits moyens, sous une pression de 0,5 bar, sont voisins de ceux recommandés par le fabricant.

Les mesures de turbidité et le nombre des levures vivantes dans les vins filtrés sont rassemblés dans le tableau V.

TABLEAU V

Turbidité et rétention des levures vivantes en fonction de la pression de filtration et de la qualité de la plaque filtrante pour un vin blanc moelleux après un cycle de filtration de huit heures

Avant filtration { Turbidité : 4,2 ; Nombre de levures : 80.000.

Pression de filtration (en bar)	Déterminations	Plaques clarifiantes		Plaques stérilisantes	
		avec amiante	sans amiante	avec amiante	sans amiante
0,2	Turbidité	2,0	2,4	1,6	2,0
	Levures	30	680	0	0
0,5	Turbidité	1,9	2,5	1,7	1,9
	Levures	80	1460	0	0
1,0	Turbidité	2,0	2,6	1,7	2,0
	Levures	120	1700	0	0
2,0	Turbidité	1,9	2,7	1,7	2,0
	Levures	160	1680	0	0
3,0	Turbidité	1,9	2,7	1,7	2,0
	Levures	160	1800	0	0

La turbidité est exprimée en milligrammes de silice par litre.
Nombre de levures vivantes pour 200 millilitres.

Dans tous les cas on obtient des vins ayant une turbidité faible correspondant à des vins brillants. La limpidité est moins bonne dans le cas de la filtration avec des plaques sans amiante. La turbidité obtenue avec la plaque clarifiante avec amiante et les plaques stérilisantes avec ou sans amiante est indépendante de la pression de la filtration ; par contre, on note une augmentation de la turbidité en fonction de l'élévation de la pression pour le vin filtré sur plaque clarifiante sans amiante ; pour des pressions élevées, 2 et 3 bars, les turbidités des vins obtenus avec cette plaque sont sensiblement les mêmes.

Les deux plaques stérilisantes assurent la rétention complète des levures vivantes sous toutes les pressions.

Les plaques clarifiantes arrêtent moins bien les levures sous des pressions élevées ; au-dessus de 0,5 bar, quelle que soit la pression, le nombre de levures dans les vins filtrés est sensiblement le même. La plaque clarifiante sans amiante est moins efficace que la plaque avec amiante.

2° - Filtration d'un vin rouge.

Il s'agit du vin rouge collé à la gélatine (10 g par hl), soutiré dix jours après collage mais non préfiltré sur kieselguhr. Il est intéressant par sa turbidité élevée malgré un nombre de levures et de bactéries lactiques vivantes normal. Ce vin a les caractères analytiques suivants : titre alcoométrique à 20 °C, 11°9 ; sucres réducteurs, 1,8 g par litre ; acide malique, absence ; anhydride sulfureux libre, 26 mg par litre ; turbidité, 11,8 mg de silice par litre ; nombre de levures vivantes, 16.000/200 ml ; nombre de bactéries lactiques vivantes, 8.000/200 ml.

Ce vin a été filtré sur six plaques, quatre de la série clarifiante et deux de la série stérilisante. Parmi les plaques de la série clarifiante, trois ne contiennent pas d'amiante ; elles sont identifiées par les lettres A, B, C, dans l'ordre décroissant de leur porosité ; la quatrième est une plaque avec amiante, nous l'avons appelée C' car elle est donnée par le fabricant pour avoir des performances identiques à la plaque C sans amiante. Les plaques de la série stérilisante sont les mêmes que celles utilisées pour le vin blanc moelleux : une plaque avec amiante et une plaque sans amiante ayant selon le fabricant des performances équivalentes. Les débits moyens obtenus sous les différentes pressions sont donnés figure 5.

Nous avons rassemblé dans le tableau VI les mesures de la turbidité, le nombre de levures vivantes et le nombre de bactéries lactiques vivantes pour les vins filtrés dans les diverses conditions.

La filtration avec les deux plaques stérilisantes permet d'obtenir des vins ayant une turbidité très basse, indépendante de la pression ; la turbidité est plus faible dans le cas de la plaque avec amiante.

La plaque clarifiante (C') a permis d'obtenir sous toutes les pressions des vins ayant une turbidité semblable à celle des vins filtrés sur la

TABLEAU VI

Turbidité, rétention des levures et des bactéries vivantes en fonction de la pression de filtration et de la qualité de la plaque filtrante pour un vin rouge après un cycle de huit heures

Avant filtration { Turbidité : 11,8 ; Nombre de levures : 16000 ; Nombre de bactéries : 8000

Pression de filtration (en bar)	Déterminations	Plaques clarifiantes				Plaques stérilisantes	
		sans amiante		avec amiante	sans amiante	avec amiante	sans amiante
		A	B	C'	C	S	S
0,2	Turbidité	4,2	3,7	1,8	2,4	1,5	1,8
	Levures	680	190	4	250	0	0
	Bactéries	520	250	20	240	0	0
0,5	Turbidité	4,2	4,2	1,9	2,4	1,6	1,9
	Levures	1760	716	4	584	0	0
	Bactéries	2640	520	20	600	0	0
1,0	Turbidité	5,1	4,5	1,8	2,4	1,5	1,9
	Levures	3300	2200	52	1548	0	0
	Bactéries	2640	600	28	880	0	0
2,0	Turbidité	5,0	5,0	1,8	2,5	1,6	1,9
	Levures	3960	3300	52	1720	0	0
	Bactéries	4400	2000	36	1760	0	0
3,0	Turbidité	5,2	5,1	1,9	2,6	1,6	1,9
	Levures	4000	3300	112	1800	0	0
	Bactéries	6600	1980	38	1700	0	0

La turbidité est exprimée en milligrammes de silice par litre.
Nombre de levures et de bactéries vivantes pour 200 millilitres.

plaque stérilisante sans amiante. La plaque clarifiante sans amiante (C), correspondant à la plaque clarifiante avec amiante (C'), a donné des vins ayant une turbidité supérieure à celle des vins filtrés sur cette dernière. Les plaques clarifiantes A et B sont moins serrées que les deux autres et les turbidités des vins sont relativement élevées. Pour les trois plaques clarifiantes sans amiante, plus la pression est élevée moins la limpidité est bonne.

Les deux plaques stérilisantes assurent la rétention complète des levures et des bactéries vivantes sous toutes les pressions.

L'utilisation de la plaque clarifiante avec amiante ne permet pas d'obtenir la stérilité mais le nombre de microorganismes dans les vins filtrés est relativement faible. Pour un même vin, ce nombre est fonction de la pression, plus elle est élevée plus il y a de levures et de bactéries lactiques dans les vins filtrés. Les plaques clarifiantes sans amiante, même celle donnée comme ayant des performances équivalentes à la plaque avec amiante retiennent moins bien les microorganismes que les plaques clarifiantes avec amiante. Pour ces plaques la rétention des levures et des bactéries est meilleure à basse pression qu'à des pressions élevées.

B. — **Filtration d'une suspension de microorganismes dans une solution hydroalcoolique à 10°0 et à pH 3,0.**

Dans les mêmes conditions de filtration que pour les vins prêts à la mise en bouteilles, nous avons étudié, pour différentes plaques, l'influence de la pression sur la rétention des microorganismes, levures et bactéries lactiques en suspension dans un milieu simple contenant 10 p. 100 d'éthanol et ajusté à pH 3,0. Nous avons choisi un nombre de cellules très supérieur à celui que l'on rencontre dans les vins pour se placer dans les conditions les plus défavorables. De plus, de nombreuses observations nous ont montré que pour saisir des différences dans le comportement des plaques, les suspensions simples dans des solutions synthétiques doivent contenir un nombre élevé de microorganismes ; les plaques n'ont à retenir que des microorganismes, levures ou bactéries alors que dans le vin il y a de nombreuses particules de taille et de nature différentes.

1° - Suspension de levures.

a) Préparation.

Les levures utilisées sont des *Saccharomyces oviformis.* Elles sont cultivées sur un milieu synthétique de composition suivante par litre : saccharose, 160 g ; acide citrique, 6 g ; sulfate d'ammonium, 1 g ; extrait de levures, 5 g ; le milieu est ajusté à pH, 3,5 avec une solution concentrée d'hydroxyde de sodium. Lorsque la population du milieu est jugée suffisante, les levures sont séparées par centrifugation. Elles sont ensuite placées dans 500 ml d'eau stérile. On dispose ainsi d'une suspension mère dont on détermine le nombre total de levures par numération à

l'aide d'une cellule de Malassez. On introduit un volume convenable de cette suspension-mère dans une solution contenant 10 p. 100 d'éthanol, 5 g d'acide tartrique par litre et ajustée à pH 3,0 avec une solution concentrée d'hydroxyde de sodium, de façon à réaliser une suspension de 100.000 levures par ml ; on vérifie le nombre total de levures et l'on ajuste si nécessaire. Toutes les manipulations sont effectuées de façon stérile. La solution hydroalcoolique et pH 3,0 a une turbidité de 0,5 mg de silice par litre ; la suspension de levures à une turbidité de 5 mg de silice par litre et contient un nombre de levures vivantes correspondant à la moitié de la population totale. En respectant le mode de préparation décrit on obtient des suspensions dont le nombre de levures vivantes est reproductible à 20 p. 100 près, précision suffisante pour nos essais. Les suspensions doivent être préparées immédiatement avant l'emploi pour éviter une multiplication des levures vivantes.

b) Plaques filtrantes étudiées.

Nous avons étudié cinq plaques filtrantes :

— Trois plaques de la série clarifiante, deux qui contiennent de l'amiante, plaques A et B (la plaque A étant plus lâche que la plaque B) et une plaque sans amiante dont la porosité se situe selon le fabricant entre celles des plaques A et B.

— Deux plaques de la série stérilisante, une avec amiante et une sans amiante, ces deux plaques devant présenter une efficacité équivalente.

c) Résultats.

L'ensemble des résultats est donné tableau VII.

Pour la plaque A la turbidité augmente légèrement avec la pression mais ne dépasse pas 0,7 mg par litre. Pour les quatre autres plaques la turbidité des filtrats obtenus sous les différentes pressions est identique à celle de la solution sans levure.

Les deux plaques stérilisantes et la plaque clarifiante contenant de l'amiante (plaque B) retiennent la totalité des levures vivantes. La plaque clarifiante sans amiante retient toutes les levures vivantes sous 0,2 bar ; pour des pressions supérieures les levures dénombrées dans les filtrats augmentent avec la pression ; toutefois, sous 3 bars, le nombre de levures vivantes est faible, 80 pour 200 ml. La plaque clarifiante avec amiante la plus lâche (plaque A) laisse passer des levures même sous la pression la plus basse ; le nombre de levures dans le filtrat est fonction de la pression ; il est dix fois plus élevé sous 3 bars que sous 0,2 bar. La capacité de rétention de cette plaque est quand même élevée ; sous 0,2 bar elle permet de diminuer de 2000 fois la teneur initiale en levures.

Comme dans les vins la turbidité et le nombre de levures dénombré dans les filtrats augmentent avec la pression.

TABLEAU VII

Turbidité et rétention des levures vivantes en fonction de la pression de filtration et de la qualité de la plaque filtrante pour une suspension de Saccharomyces oviformis **dans une solution hydroalcoolique à 10 ° et pH 3,0 après un cycle de filtration de huit heures**

Avant filtration :
- Turbidité : 5
- Levures totales $\simeq$ 20.000.000
- Levures vivantes $\simeq$ 10.000.000

Pression de filtration (en bar)	Déterminations	Plaques clarifiantes			Plaques stérilisantes	
		avec amiante A	avec amiante B	sans amiante	avec amiante	sans amiante
0,2	Turbidité	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
	Levures	4740	0	0	0	0
0,5	Turbidité	0,55	0,50	0,50	0,50	0,50
	Levures	9400	0	4	0	0
1,0	Turbidité	0,65	0,50	0,50	0,50	0,50
	Levures	35200	0	8	0	0
2,0	Turbidité	0,70	0,50	0,50	0,50	0,50
	Levures	38400	0	14	0	0
3,0	Turbidité	0,70	0,50	0,50	0,50	0,50
	Levures	44000	0	80	0	0

La turbidité est exprimée en milligrammes de silice par litre.
Nombre de levures vivantes pour 200 millilitres.

Il faut noter que les levures vivantes sont beaucoup mieux retenues lorsqu'elles sont en suspension dans des solutions simples ; dans le vin, outre les levures, les plaques filtrantes doivent retenir beaucoup d'autres particules.

2° - Suspension de bactéries lactiques.

a) Préparation.

Nous utilisons des coques et des bacilles cultivés sur un milieu simple entièrement synthétique de composition suivante par litre : caséine hydrolysée, 5 g ; extrait de levures, 4 g ; phosphate d'ammoniaque, 1 g ; chlorure de potassium, 0,5 g ; chlorure de calcium, 0,1 g ; sulfate de magnésium, 0,1 g ; chlorure ferrique, 2,5 mg ; sulfate de manganèse, 2,5 mg ; acide citrique, 5 g ; glucose, 20 g ; milieu ajusté à pH 4,6 avec une solution concentrée d'hydroxyde de sodium.

TABLEAU VIII

Turbidité et rétention des bactéries lactiques vivantes en fonction de la pression de filtration et de la qualité de la plaque filtrante pour une suspension de bactéries dans une solution hydroalcoolique à 10 ° et à pH 3,0 après un cycle de filtration de huit heures

Avant filtration { Turbidité : 5 ; Bactéries vivantes $\sim$ 20.000.000

Pression de filtration (en bar)	Déterminations	Plaques clarifiantes		Plaques stérilisantes	
		avec amiante	sans amiante	avec amiante	sans amiante
0,2	Turbidité	0,50	0,50	0,50	0,50
	Bactéries	0	0	0	0
0,5	Turbidité	0,50	0,50	0,50	0,50
	Bactéries	0	0	0	0
1,0	Turbidité	0,55	0,55	0,50	0,50
	Bactéries	32	12	0	0
2,0	Turbidité	0,65	0,60	0,50	0,50
	Bactéries	16	56	0	0
3,0	Turbidité	0,65	0,65	0,50	0,50
	Bactéries	80	327	0	0

La turbidité est exprimée en milligrammes de silice par litre.
Nombre de bactéries vivantes pour 200 millilitres.

Le développement des bacilles et des coques a lieu, en flacons bouchés hermétiquement, à l'étuve à 25 °C (si on souhaite une multiplication plus rapide on peut adopter une température de 35 °C). La préparation de la suspension de bactéries est effectuée comme pour les levures de façon à obtenir une turbidité de 5 mg par litre et une population de 100.000 germes vivants par ml.

b) Plaques filtrantes étudiées.

Nous avons étudié le comportement des quatre plaques filtrantes utilisées avec le vin blanc moelleux dans la première partie de cette étude.

c) Résultats.

Les résultats sont rassemblés dans le tableau VIII.

Les deux plaques de la série stérilisante arrêtent la totalité des microorganismes quelles que soient les conditions de la filtration ; la turbidité est identique à celle de la solution hydroalcoolique sans bactéries.

Les deux plaques clarifiantes retiennent toutes les bactéries sous des pressions de 0,2 et 0,5 bar, au-delà elles ne laissent passer qu'une très faible proportion de microorganismes ; la turbidité du filtrat augmente mais ne dépasse pas 0,65 mg par litre.

Comme avec les levures, la rétention des bactéries est beaucoup plus importante dans une solution simple que dans un vin.

CONCLUSION

La préparation des vins en vue de la mise en bouteilles, en particulier la préfiltration sur kieselguhr, est une opération qui a une grande importance sur le débit et la qualité de la filtration sur plaques.

Cette étude montre que la filtration, sur des plaques clarifiantes « lâches » riches en cellulose, doit être effectuée sous des pressions ne dépassant pas 0,5 bar, pour arrêter le maximum de microorganismes ; une élévation de la pression se traduit par une moins bonne qualité de la filtration. La comparaison des plaques clarifiantes avec et sans amiante montre qu'à porosités égales (selon le fabricant) les plaques sans amiante sont moins efficaces.

Avec les plaques stérilisantes, la qualité de la filtration est indépendante de la pression. Même sous une pression de 3 bars la totalité des microorganismes est arrêtée ; les plaques sans amiante de la série stérilisante ne permettent pas d'obtenir une aussi bonne limpidité que les plaplaques contenant de l'amiante. L'augmentation de la pression se traduit par une faible augmentation du rendement et entraîne d'importantes fuites de vin entre les plaques et les supports, en particulier avec les plaques

sans amiante ; la filtration stérilisante sera conduite sous une pression de 0,5 bar qui assure, pour des vins correctement préparés, des rendements satisfaisants.

L'utilisation de levures ou de bactéries en suspension dans des solutions hydroalcooliques permet d'effectuer une comparaison de l'efficacité des plaques filtrantes mais les phénomènes de rétention des microorganismes sont différents de ceux observés dans les vins.

Manuscrit reçu le 5 septembre 1977.

RESUMÉ

Les conditions de la préfiltration sur kieselghur jouent un rôle important sur le débit et la qualité de la filtration finisseuse sur plaques.

Pour obtenir une très bonne rétention des microorganismes, la filtration sur plaques clarifiantes doit être effectuée sous une pression ne dépassant pas 0,5 bar. Avec les plaques stérilisantes, bien que la pression ait peu d'influence que la qualité de la filtration, il n'est pas souhaitable de travailler à des pressions supérieures à 0,5 bar ; au-dessus, l'augmentation de rendement est faible et au niveau plaque-support les fuites de vin sont importantes. Les plaques clarifiantes et stérilisantes sans amiante sont moins performantes que les plaques avec amiante.

Des suspensions de levures et de bactéries dans des solutions hydroalcooliques peuvent être utilisées pour comparer les plaques filtrantes.

SUMMARY

The conditions of prefiltration with Kieselghur have a great importance on yield and quality of close filtration with plates.

To have a correct removal of microorganisms, filtration with clarifying sheets must be conducted using a pressure lower than 0,5 bar. With sterilizing sheets it is the same because, with higher values, the increase of yield is low and wine leaks are important. Asbest sheets are better than clarifying and sterilizing sheets without asbest.

To compare efficiency of filtering sheets yeasts and bacteria suspensions in hydroalcoholiz solutions can be used.

ZUSAMMENFASSUNG

Die Bedingungen bei der Vorfiltration mit Kieselghur spielen eine wichtige Rolle fuer den Durchsatz und die Qualitaet der Feinfiltration mit Schichten.

Um ein gutes Zurueckhalten der Mikroorganismen zu gewaehrleisten sollte der Druck bei der Vorfiltration 0,5 bar nicht ueberschreiten. Obwolh die Druckverhaeltnisse bei der Filtration mit Sterilschichten wening Einfluss auf die Qualitaet ausueben, ist es nicht wuenschenswert ueber 0,5 bar zu arbeiten. Die Anwendung hoeherer Druecke ergibt nur eine schwache Zunahme der Filter-

leistung und die Verluste an Wein zwischen Filter und Halterung werden bedeutend. Asbest enthaltende Klaer- und Sterilschichten sind wirkungsvoller als jene ohne Asbest.

Suspensionen von Hefen und von Bakterien in waessrigen alkoholischen Loesungen koennen zum Vergleich von Filterschichten angewendet werden.

RESUMEN

Las condiciones de la filtración sobre kieselghur juegan un papel importante sobre el caudal y sobre la calidad de la filtración final en placas.

Para obtener una muy buena retención de microorganismos la filtración en placas clarificantes debe efectuarse a una presión que no pase de 0,5 bar.

Con placas esterilizantes, aunque la presión tiene poca influencia sobre la calidad de la filtración, no es recomendable trabajar a presiones superiores a 0,5 bar.Arriba de ésta presión la aumentación del rendimiento es debil y al nivel de placa-soporte las fugas de vino son importantes. Las placas clarificantes y esterilizantes sin amianto son menos eficaces que las placas de amianto.

Se pueden usar suspensiones de levaduras y bacterias en soluciones hidroalcohólicas para comparar las placas filtrantes.

RIASSUNTO

I condizioni della prefiltrazione su terra d'infusori hanno una certa importanza sulla portata e la qualità della filtrazione fina su placca.

Per ottenere un'ottima retenzione dei microorganismi, la filtrazione su placca chiarificanti deve esser effettuata con una pressione che non eccede 0,5 bar. Con le placche stezilizzanti, benchè la pressione abbia poca influenza sulla qualità della filtrazione, non è desiderabile lavorare con pressioni superiori à 0,5 bar ; Sopra, l'aumento di rendimento è debole, e al livello placca-sostegno, le fughe di vino sono importanti. Les placche chiarificanti e sterilizzanti senza amianto sono meno efficaci che le placche con amianto.

Sospensioni di lieviti e di batteri in soluzioni idroalcoolizzate possono esser adoperate per paragonare le placche filtranti.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ETCHEVERRY J.P., 1974. Aspects théoriques et pratiques de la filtration sur plaque. *Ind. alim. agric.*, N° 7-8, 865-872.

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

PEYNAUD E. et SAPIS-DOMERCQ S., 1972. Sur le contrôle microbiologique des vins. *Connaissance Vigne Vin,* **6**, N° 3, 255-272.