Connaissance Vigne Vin 1976, **10**, N° 3, 323-334.

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA FILTRATION SUR PLAQUES. I. — TENEURS EN CALCIUM ET EN FER DES PLAQUES FILTRANTES. INFLUENCE TECHNOLOGIQUE.

G. GUIMBERTEAU et M. SERRANO

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

Travail effectué avec la collaboration technique de Mme A. JOYEUX

Les plaques filtrantes sont essentiellement constituées d'un mélange de fibres de cellulose et d'amiante et certaines contiennent en outre de la terre d'infusoires. Selon le traitement que subissent ces différentes matières premières, le pourcentage de chacune d'elles et le mode de fabrication, on obtient des plaques présentant une large gamme de « porosités » permettant à l'utilisateur de choisir la plaque la mieux adaptée à son problème de filtration.

La cellulose, l'amiante, la terre d'infusoires ainsi que l'eau servant à la fabrication des plaques filtrantes, contiennent suivant l'origine et le prétraitement, du calcium et du fer en quantité variable mais non négligeable. Ces cations étant susceptibles de provoquer dans les vins des altérations de la limpidité, il était important d'étudier pour quelques plaques, les teneurs en calcium et en fer et vérifier si la filtration n'apporte pas un enrichissement du vin en ces éléments. En outre, nous avons déterminé, pour quelques plaques filtrantes, le pourcentage de cellulose afin de savoir dans quelle mesure la teneur en cette substance peut être utilisée dans le classement des différentes plaques.

MATERIELS ET METHODES ANALYTIQUES

Choix des plaques

Les fabricants classent généralement les plaques filtrantes en trois catégories :

— les plaques à grand rendement permettent de filtrer avec des débits élevés ;

— les plaques clarifiantes permettent d'obtenir une bonne limpidité ;

— les plaques stérilisantes sont destinées à retenir les levures et les bactéries.

Chaque fabricant a une nomenclature qui lui est propre. Si parfois, la numérotation ou les lettres d'identification sont semblables pour des plaques d'origine différente, cela ne permet pas de conclure à une même efficacité, à un même comportement lors de la filtration et à une composition identique.

Parmi les différentes catégories et pour cinq fabricants nous avons choisi vingt-neuf plaques qui nous semblent représentatives de celles qui sont utilisables dans la pratique de la filtration des vins.

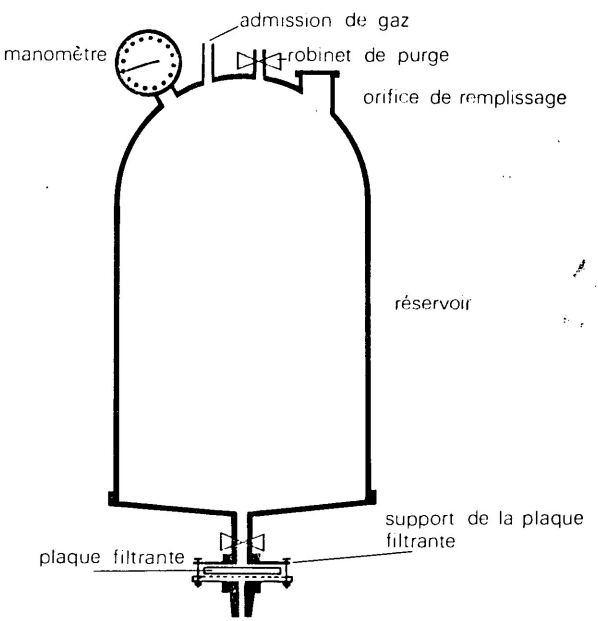


Fig. 1. — Schéma du dispositif de filtration

Filtre de laboratoire

Certains essais ont été conduits au laboratoire à l'aide d'un dispositif décrit figure 1. Ce filtre permet de travailler avec des disques filtrants d'une surface de 22 cm². La pression est réglable.

Détermination du pourcentage de cellulose

Pour connaître le pourcentage de cellulose contenu dans une plaque filtrante on calcine, à 400 °C, un poids exactement connu de fragments de plaques, préalablement séchés à 80 °C jusqu'à poids constant. La quantité de cendres correspond à l'amiante et, éventuellement, à la terre d'infusoires. La perte à la calcination correspond approximativement à la cellulose ; ont obtient des teneurs par excès, car la perte au feu de l'amiante n'est pas négligeable ; elle serait, d'après RIBÉREAU-GAYON et PEYNAUD (1961), de l'ordre de 10 p. 100 et pourrait même atteindre 13 p. 100 selon certains fournisseurs d'amiante. Selon MOLL et **al.** (1974) la perte au feu de la terre d'infusoires serait inférieure à 1 p. 100.

Dosage du calcium et du fer

Les dosages du calcium et du fer sont effectués par spectrophotomérie de flamme par absorption atomique, à l'aide d'un appareil JOBIN-YVON modèle KUHLMANN.

Pour les plaques filtrantes, on met en solution chlorhydrique les cendres obtenues lors de la détermination de la cellulose et les cations sont dosés après dilution convenable par rapport à une gamme d'étalonnage contenant la même quantité d'ion chlorhydrate que la solution à doser, la présence d'acide chlorhydrique a un effet dépressif en particulier pour le dosage du fer.

Le dosage du calcium dans les vins est effectué par la méthode décrite par RIBÉREAU-GAYON et **al.** (1972), le dosage du fer par celle décrite en 1972 par BONNEMAIRE.

RESULTATS

Teneur en cellulose des différentes plaques filtrantes.

Les résultats sont rassemblés dans le tableau I. Les chiffres donnés correspondent à la moyenne de quatre déterminations effectuées sur des fragments d'une même plaque, mais prélevés en des endroits différents ; les variations sont faibles et ne sont pas significatives.

Le pourcentage approximatif de la cellulose varie pour les plaques étudiées de 40 à 85 p. 100.

TABLEAU I

Pourcentage de cellulose de quelques plaques filtrantes

Fabricant et références	Cellulose	Fabricant et références	Cellulose	Fabricant et références	Cellulose	Fabricant et références	Cellulose	Fabricant et références	Cellulose
BECO		**CARLSON-FORD**		**FILTROX**		**LA ROCHETTE CEMPA**		**SEITZ**	
Haut rendement		**Haut pouvoir adsorbant**		**Série X B**		**Clarifiantes**		**Spéciale SSK**	60
BM	40	3/1250 BK 9	50	X 5 BK	55	W 5 W S	85	**Grand rendement 3/1250**	45
KD	50					W 7 W S	76		
		Clarifiantes		**Série normale**		W 9 W S	71	**Clarifiantes**	
Clarifiantes		HP/5	48	X 4	74			K 5	78
K 5	74	HP/7	47	X 5	69	**Stérilisantes**		K 7	65
K 7	60	HP/9	55	X 7	65	W St WS	53	K 10	54
Stérilisantes		**Stérilisantes**		**Série Stéril**				**Stérilisantes**	
Stéril	51	HP/EK	50	Stéril	54			EK	63
Stéril D	59	HP/EKS	51	X Stéril S	50			EK S	63

Les teneurs en cellulose ne sont pas toujours en rapport avec le débit et la qualité de la filtration donnés dans les documentations des fabricants, puisque des plaques « lâches » ont quelquefois des teneurs en cellulose plus faibles que les plaques dites « serrées ».

La teneur en cellulose n'est qu'un des éléments agissant sur le rendement et la qualité de la filtration ; les proportions d'amiante, de terres d'infusoires, la qualité et le traitement des matières premières ainsi que la technique de fabrication jouant un rôle des plus importants; la seule connaissance de la teneur en cellulose n'est pas suffisante pour prévoir l'efficacité de la filtration et établir une classification des plaques filtrantes.

Dans les plaques dites « spéciales » ou à grand rendement les teneurs en cellulose sont plus faibles que dans les plaques clarifiantes ; pour obtenir des rendements élevés les fabricants introduisent dans ces plaques des quantités importantes de terre d'infusoires, ce qui permet d'augmenter la surface interne.

Teneur en calcium et en fer des plaques filtrantes.

Les résultats sont rassemblés dans le tableau II. Les chiffres donnés correspondent à des teneurs moyennes calculées sur quatre déterminations effectuées sur des fragments provenant de quatre endroits d'une même plaque. En effet, pour certaines plaques, les teneurs en calcium et en fer sont différentes selon le point de prélèvement ; les variations observées sont plus importantes pour les plaques de certains fabricants que pour d'autres (tableau III). Il faut souligner que selon les fabricants et pour des plaques de séries sensiblement équivalentes les teneurs en ces deux cations sont différentes.

Les variations des teneurs en calcium et en fer que nous avons observées sur une même plaque filtrante sont difficilement explicables. Quand les variations sont supérieures à l'erreur de l'analyse, il faut admettre que la plaque présente une certaine hétérogénéité, ce que la teneur en cellulose identique en tous les points de prélèvement ne permettait pas de prévoir.

Chaque fabricant utilise des matières premières d'origine différente et les traitements ne sont pas toujours semblables, ce qui explique les différences des teneurs en calcium et en fer observées pour les plaques de différents fabricants. Nous avons rassemblé dans les tableaux IV et V

TABLEAU II

Teneurs moyennes en calcium et en fer de quelques plaques filtrantes

Les chiffres sont des milligrammes par m²

Fabricant et références	Calcium	Fer	Fabricant et références	Calcium	Fer
BECO			**SEITZ**		
Haut rendement, BM	172	4391	Spéciale SSK	275	2750
« KD	585	3150	Grand rendement 3/1250	508	6018
Clarifiantes, K5	217	2372	Clarifiantes K5	71	2222
« K7	974	2831	« K7	130	4396
Stérilisantes, Stéril	1218	3171	« K10	203	5993
« Stéril D	1268	2793	Stérilisantes EK	129	2897
			« EKS	130	3512
CARLSON-FORD			**FILTROX**		
Haut pouvoir adsorbant 3/1250 BK 9	242	2019	Série XB X5 BK	785	2301
Clarifiantes HP/5	111	1205	Série normale X4	597	1924
« HP/7	178	1629	« X5	287	2096
« HP/S9	48	1834	» X7	205	2120
Stérilisantes HP/EK	53	946	Série stérile Stéril	993	2797
« HP/EKS	77	2045	« Stéril S	291	3676
LA ROCHETTE-CEMPA					
Clarifiantes W 5 WS	791	1380			
« W 7 WS	1573	2750			
« W 9 WS	1641	3342			
Stérilisante WSt WS	716	2862			

des données sur la composition chimique et les propriétés physiques des différentes matières premières pouvant entrer dans la fabrication des plaques filtrantes.

Les plaques dites « à haute pureté », proposées par certains fabricants, ont des teneurs en calcium et en fer plus faibles que les plaques des séries normales (tableau VI).

TABLEAU III

Teneurs extrêmes en calcium et en fer des différentes plaques filtrantes

Les chiffres sont des milligrammes par m²

	Calcium		Fer		Calcium		Fer	
	minimum	maximum	minimum	maximum	minimum	maximum	minimum	maximum
	FABRICANT N° 1				FABRICANT N° 2			
Grand rendement	242	242	1872	2166	520	650	2925	3375
Clarifiantes A	104	118	1135	1275	213	222	1850	2894
Clarifiantes B	177	180	1575	1683	687	1262	2681	2981
Clarifiantes C	47	50	1668	2000	—	—	—	—
Stérilisantes A	52	55	873	1020	1100	1337	2831	3512
Stérilisantes B	76	79	1972	2118	1262	1275	2793	2793
	FABRICANT N° 3				FABRICANT N° 4			
Grand rendement	670	901	2163	2440	438	578	5969	6068
Clarifiantes A	584	610	1830	2018	54	89	1844	2600
Clarifiantes B	285	290	2071	2122	126	135	4396	4396
Clarifiantes C	175	236	1963	2278	196	209	5738	6248
Stérilisantes A	854	1133	2650	2945	119	139	2650	3144
Stérilisantes B	277	306	3612	3741	130	130	3162	3862

TABLEAU IV

Composition chimique et propriétés physiques des terres d'infusoires
(d'après MOLL et **al.**, 1974)

sauf indications les chiffres sont des p. 100

	Naturelles	Calcinées	Calcinées Frittées
SiO_2	80 - 92	80 - 95	85 - 99
Al_3O_2	1 - 4	1 - 4	0,1 - 3
Fe_2O_3	1 - 3	1 - 3	1
K_2O	1 - 2	1 - 2	0,5 - 3
Na_2O	1 - 2	1 - 2	0,5 - 3
CaO	0,5	0,5	0,5
MgO	0,5	0,5	0,5
H_2O	1 - 5	0,1-0,5	$<0,1$
Perte à la calcination	>2	0,3-2,0	0,1-1,0
pH*	5 - 8	6 - 9	8 - 10
Alcalinité**	0,3-2,0	0,3 - 2,0	0,3 - 3,0
Perméabilité (Darcy)	0,05	0,05-0,5	0,5 - 5
Porosité	—	84 - 90	—
Densité humide	—	290 - 400	—
Densité sèche (g/l)	—	320 - 480	—

* Suspension à 10 % dans l'eau distillée.
** Exprimée en grammes de NaoH par kilogramme de terre d'infusoires

TABLEAU V

Composition minérale de l'amiante et de la cellulose
(d'après MOLL et **al.**, 1974)

sauf indications les chiffres sont des p. 100

		Amiante	**Cellulose**
Fibre	longueur (µm)	500 - 1200	20 - 100
	diamètre (µm)	0,7 - 1,5	10 - 50
	H_2O	15	1 - 7
	SiO_2	40 - 45	0
	MgO	40-45	0,05
	Fe_2O_3	0,5	0,00005
	Al_2O_3	1	0,0005
	CaO	1	0,05

TABLEAU VI

Teneurs en cellulose, calcium et fer des plaques filtrantes « Normale » et « Haute Pureté » d'un même fabricant

Les chiffres sont des milligrammes par m²

Références	« Normale »			« Haute pureté »		
	Cellulose	Calcium	Fer	Cellulose	Calcium	Fer
5	48	147	1003	48	111	1205
7	45	70	2260	47	178	1630
9	54	60	4153	55	48	1834
EK	50	803	5218	50	55	946
EKS	51	781	4917	51	78	2045

Variation des teneurs en calcium et en fer des vins lors de la filtration sur plaques.

Des teneurs élevées en calcium ou en fer sont susceptibles de provoquer dans les vins des troubles et parfois des dépôts. Les dosages montrent que les teneurs totales en calcium et en fer des plaques filtrantes sont relativement importantes. On était donc en droit de craindre qu'au cours de la filtration les vins puissent s'enrichir en ces cations. Nous avons effectué deux séries d'essais, une au laboratoire à l'aide du dispositif représenté sur la figure 1 et une au stade industriel. Les dosages ont été effectués sur des échantillons représentatifs de la totalité du volume de vin filtré en huit heures avec les débits recommandés par les différents fabricants ; les résultats sont rassemblés dans les tableaux VII et VIII.

TABLEAU VII

Teneurs en calcium et en fer d'un vin blanc sec filtré industriellement sur différentes plaques

vin témoin, calcium 140 mg par litre
fer 14 mg par litre

Les chiffres sont des milligrammes par litre

Fabricant et références	Calcium	Fer
Seitz		
Spéciale SSK	140	14
Clarifiante K5	140	14
Clarifiante K10	150	14
Stérilisante EK	140	14

TABLEAU VIII

Teneurs en calcium et en fer d'un vin blanc sec filtré au laboratoire sur différentes plaques

vin témoin, calcium 93 mg par litre
fer 12 mg par litre

Les chiffres sont des milligrammes par litre

Fabricant et références	Calcium	Fer	Fabricant et références	Calcium	Fer
BECO			**CARLSON FORD**		
BM	95	12	3/1250 BK 9	93	12
KD	100	12	HP 5	95	12
K 5	100	12	HP 7	93	12
K 7	100	12	HP S 9	93	12
Stéril	100	12	HP/EK	93	12
Stéril D	103	12	HP/EKS	93	12
FILTROX			**SEITZ**		
X 5 BK	93	12	SS K	93	12
X 4	100	12	3/1250	95	12
X 5	100	12	K 5	95	12
X 7	100	12	K 7	98	12
Stéril	105	12	K 10	90	12
X Stéril S	93	12	EK	95	12
			EKS	95	12

De l'ensemble de ces essais il ressort que la filtration sur plaques entraîne une faible modification des teneurs en calcium ; le taux de fer ne varie pas. Ces cations, présents en quantité importante dans les plaques, sont très fortement liés aux matières filtrantes et, par conséquent, ne sont pratiquement pas cédés lors du passage du vin.

CONCLUSIONS

Les plaques filtrantes présentées par les différents fabricants comme ayant des performances semblables ont des teneurs en cellulose variées. La connaissance du pourcentage de cellulose dans une plaque ne peut, ni renseigner sur le rendement et la qualité de la filtration, ni permettre de comparer les plaques d'origines diverses.

Les teneurs en calcium et en fer des plaques testées sont très différentes selon le type de plaque et son origine. La filtration sur plaque

n'entraîne pas une augmentation significative du taux de calcium dans le vin ; de même le fer reste inchangé.

Manuscrit reçu le 28 juillet 1976

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BONNEMAIRE J.P., 1972. Dosage de divers métaux du vin. **Thèse Pharmacie,** Montpellier.

MOLL M., ROUQUIÉ A.M. et FLAYEUX R., 1974. Les adjuvants et supports de filtration de la bière. **Bios, 3,** 101-110.

RIBÉREAU-GAYON J. et PEYNAUD E.. 1961. Traité d'Œnologie, Tome II, édit. Ch. Béranger, Paris.

RIBÉREAU-GAYON J., PEYNAUD E., SUDRAUD P. et RIBÉREAU-GAYON P., 1972. **Sciences et Techniques du Vin,** Tome I. **Analyse et Contrôle des Vins,** éd. Dunod, Paris.

SCRIBAN R., 1974. Analyse des adjuvants de filtration. **Bios, 3,** 111-113.

RESUME

Une étude de la composition de vingt-neuf plaques filtrantes montre que :
— la teneur en cellulose ne permet pas de les définir ou de les comparer,
— les teneurs en calcium et en fer sont très différentes selon les plaques ;
elles sont importantes mais n'ont aucune incidence sur les taux de ces cations dans les vins filtrés.

SUMMARY

A study of the composition of twenty-nine filtering plates shows that :

— the cellulose content does not allow them to be defined or to be compared,

— the calcium and iron contents are very different according to the plates ;
tiey are important but have no incidence on the rates in these cations of the wines filtered.

ZUSAMMENFASSUNG

Eine Untersuchung von 29 Filterplatten zeigt, dass :

— der Gehalt an Zellulose es nicht gestattet, sie zu unterscheiden oder zu vergleichen,

— der Gehalt an Kalzium und an Eisen je nach Platten gänzlich verschieden sind ; sie sind bedeutend, doch haben sie keinerlei Auswirkung auf den Kationensatz der gefilterten Weine.

RESUMEN

El estudio de la composición de veintinueve placas filtrantes muestra que :

— El contenido en celulosa no pemite definirlas o compararlas

— Los contenidos en calcio y en hierro son muy diferentes segun las placas, tienen importancia pero no tienen ninguna incidencia sobre las concentraciones de estos cationes en vinos filtrados.

RIASSUNTO

Uno studio della composizione di ventinove placche filtranti dimostra che :

— il tenore in cellulosa non permette di definirle o paragonarle.

— i tenori in calcio e in ferro sono molto differenti secondi le placche ; esse sono importanti ma non hanno alcun peso sui tassi in questi cationi di vini filtrati.