Connaissance Vigne Vin 1976, **10**, N° 1, 93-123.

CONTRIBUTION A L'ETUDE DES PHENOMENES DE COLMATAGE LORS DE LA FILTRATION DES VINS SUR FILTRE ECRAN

J.J. DESCOUT *, J.L. BORDIER *, J. LAURENTY ** et G. GUIMBERTEAU ***

* Ets PASQUIER-DESVIGNES, 69220 Saint-Lager (France)
** Société Millipore, 46 bis, rue Louis-Blériot, 78530 Buc (France)

*** Station Agronomique et Œnologique, 351, cours de la Libération, 33405 Talence (France)

La filtration des vins sur membranes d'esters de cellulose (diamètre des pores = 0,65 micron) en vue d'une mise en bouteilles stériles exige la connaissance précise de la filtrabilité des vins, ainsi que celle de l'incidence des différents traitements de clarification et de stabilisation afin de permettre une utilisation rationnelle de ces filtres.

S'inspirant des techniques existantes, l'un de nous (LAURENTY, 1972) a mis au point la détermination d'un indice de colmatage, procédé rapide et facile permettant d'apprécier la filtrabilité des vins.

Il nous a paru intéressant de mesurer cet indice de colmatage sur des vins bruts d'origines différentes ainsi que sur des vins ayant subi des traitements de clarification (collage, filtration sur terres d'infusoires et sur plaques) ou des traitements de stabilisation (réfrigération, addition de gomme arabique, flash pasteurisation). Nous avons également effectué des mesures de l'indice de colmatage de différents vins au cours de leur conservation avec relogements successifs ou non pour observer sur la filtrabilité, l'influence des contaminations ou de la sédimentation spontanée.

EXPERIMENTATION ET RESULTATS

I. — Mesure de l'indice de colmatage.

L'indice de colmatage est défini de la façon suivante : Si T_1 et T_2 sont les durées de filtration (exprimées en 1/100 de minute) de deux fractions successives d'un même vin, l'indice de colmatage IC est donné par la différence :

$$IC = T_2 - T_1$$

Cet indice est déterminé dans les conditions précises suivantes :

Volume de chaque fraction de vin = 200 ml

Capacité du filtre = 450 ml

Membrane filtrante = Surface de 3,9 cm^2, pores d'un diamètre de 0,65 µ

Pression constante de filtration : 2 bars.

Le matériel nécessaire pour la mesure de l'indice de colmatage est représenté sur les figures 1 et 2.

II. — **Influence des conditions de filtration sur l'indice de colmatage.**

Influence des variations de pression.

La pression, fournie par une bouteille de gaz comprimé, doit être constante : (par exemple 2 bars) ; de très légères variations de pression sont sans incidence notable sur l'indice de colmatage ; une variation de pression de l'ordre de 0,2 bar par cm^2 fait varier l'indice de colmatage de moins de 10 p. 100.

Influence des variations de température.

Pour une bonne utilisation du filtre, on considère généralement que les vins doivent avoir, après une dernière filtration sur plaques cellulose amiante, un indice de colmatage inférieur à 10 ou 20.

TABLEAU I

Influence de la température sur la valeur de l'indice de colmatage de quatre vins différents

Température (°C)	Indice de Colmatage				
	Vin N° 1	Vin N° 2	Vin N° 3	Vin N° 4	Vin N° 5
0	105	70	C = 250/312*	32	61
10	—	28	70	—	—
17	—	14	34	—	—
20	31	—	—	—	21
25	—	12	26	8	—
40	—	—	17	3	8
60	—	10	6	0	3

* C 250/312 = Colmatage de la membrane après 250 ml en 3,12 mn.

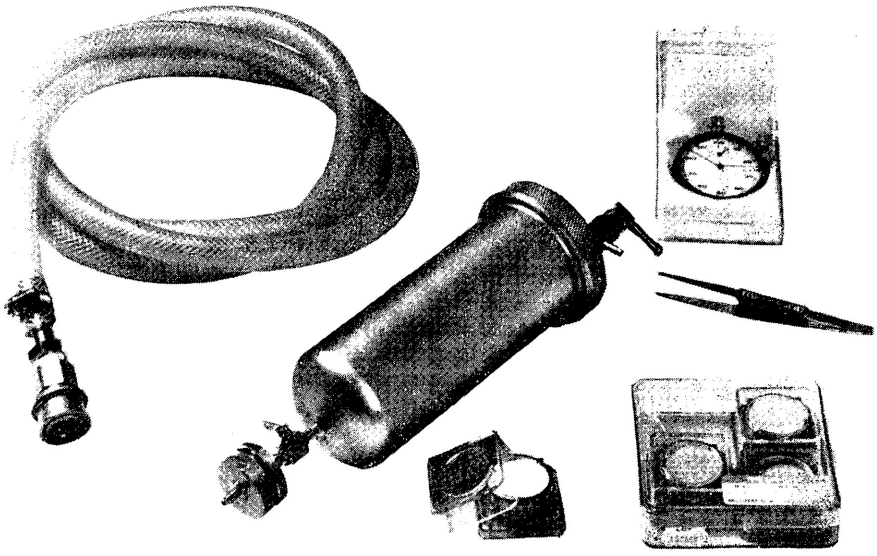


Fig. 1. — Matériel pour la mesure de l'indice de colmatage.

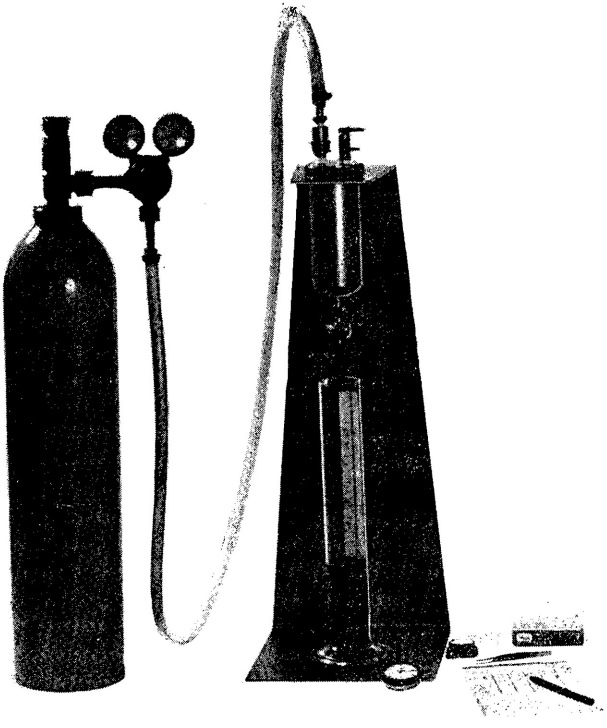


Fig. 2. — Dispositif de mesure de l'indice de colmatage.

En cas de colmatage, celui-ci est exprimé au moyen de 2 valeurs = d'une part le volume de vin filtré (exprimé en ml), d'autre part le temps de filtration (exprimé en centièmes de minute).

Les résultats du tableau I montrent que l'influence de la température est considérable sur l'importance du colmatage et la valeur de l'indice de colmatage. On savait déjà qu'une augmentation de la température avait une incidence favorable sur le débit des filtres, la vitesse de filtration étant exprimée en hectolitres par heure et par m^2. Il apparaît ici que cette augmentation de température a un effet encore plus important en ce qui concerne la diminution des phénomènes de colmatage.

Nos premiers essais ont été effectués à la température normale du laboratoire (soit environ 20 °C), les échantillons analysés étant à la même température ; ensuite, nous précisons les températures exactes de filtration.

TABLEAU II

Influence de la température d'une préfiltration sur l'indice de colmatage

1°	Première filtration sur 0,65 micron à 20 °C	Deuxième filtration à 0,65 micron	
		à 20 °C	à 0 °C
Côtes du Rhône n° 1 réfrigéré	35	20	30
Côtes du Rhône n° 2 collé	40	36	161 Spot rouge
2°	Première filtration sur 0,65 micron à 0 °C	Deuxième filtration à 0,65 micron	
		à 20 °C	à 0 °C
Côtes du Rhône n° 1 réfrigéré	56	12	23
Côtes du Rhône n° 2 collé	C = 250/490 Spot rouge	13	23

Les résultats du tableau II montrent une diminution du colmatage par une première filtration à température variable ; on profite des filtrations sur membrane de 0,65 micron pour déterminer les Indices de colmatage.

1. — On observe, tout d'abord, qu'une deuxième filtration à 20 °C, entraîne une nouvelle diminution, plus ou moins importante, de l'indice de colmatage.

En effet, la première filtration arrête les substances colmatantes qui déterminent la valeur initiale de l'indice de colmatage ; cependant, lors d'une deuxième filtration, il est encore possible de déterminer une nouvelle valeur de l'indice, non négligeable ; ceci semblerait prouver que certaines substances colmatantes ne sont pas arrêtées par la première filtration, ce qui est en contradiction avec la définition même du colmatage. D'après RIBÉREAU-GAYON et PEYNAUD (1961) il est possible qu'une partie des substances colmatantes échappe à la filtration, par suite d'une certaine orientation des molécules au moment de leur passage à travers le filtre.

Si, après une première filtration à 20 °C, on en réalise une seconde à 0 °C, on observe une augmentation des indices de colmatage ; cette augmentation est très importante dans le cas d'un vin collé ; ceci semble prouver que les vins réfrigérés et filtrés sur Kieselguhr à basse température sont ainsi débarrassés de la plus grande partie de leurs substances colmatantes.

2. — On observe également qu'après une première filtration à 0 °C, une seconde filtration effectuée dans les mêmes conditions met en évidence une très forte diminution de l'indice de colmatage ; ce résultat, reproductible, a été constaté sur deux vins d'indices de colmatage très différents après la première filtration.

Si la seconde filtration est effectuée à 20 °C les valeurs de l'indice de colmatage sont encore plus faibles mais restent comparables. Ceci semble donc prouver que les substances non arrêtées par la première filtration et qui interviennent dans la valeur de l'indice, ont une influence plus importante à 0 °C qu'à 20 °C.

III. — **Les phénomènes de colmatage — Indice de colmatage et indice de colmatage modifié.**

Il semble donc, d'après les résultats précédents, qu'on se trouve en présence de trois phénomènes différents, entrant chacun pour une part dans la détermination de la valeur de l'indice de colmatage.

Le premier phénomène est observé lors du phénomène physique du colmatage : il s'agit là de substances arrêtées par la membrane par suite de leurs dimensions supérieures à celles des pores.

Le deuxième phénomène intervient lors des variations de température. On peut supposer qu'à basse température la matière colorante colloïdale précipite, les particules devenant plus grosses que les pores de la membrane et étant ainsi arrêtées ce qui entraîne un nouvel effet colmatant (comme le montrent, sur les membranes, les taches rouge-intense correspondant au colmatage initial — I.C. = 61, lors de la filtration du vin n° 5, les autres taches étant rose-pâle) ; il semble donc exister dans le vin d'autres substances éliminées, par filtration à basse température, à la suite d'une modification de leur structure ; à ce sujet, nous avons rencontré certains vins d'indices de colmatage relativement faibles et dont les membranes montraient des taches de matière colorante intenses.

Pour comprendre le troisième phénomène, il faut faire intervenir les temps de filtration intermédiaires de celui du volume total filtré (400 ml), c'est-à-dire les temps de filtration correspondant aux quatre fractions successives de 100 ml.

Prenons par exemple le cas du vin des Côtes-du-Rhône réfrigéré puis filtré sur membrane, à 20 °C tout d'abord, puis à 0 °C ; les valeurs obtenues sont les suivantes :

$T_1 = 190 \quad T_2 = 220 \quad I.C. = 30$

Les temps de filtration des quatre fractions de 600 ml sont respectivement de 83, 107, 110 et 110. On voit donc que les temps augmentent tout d'abord, puis se stabilisent comme si le vin ne colmatait pas de façon supplémentaire entre les deux derniers temps (ce qui semblerait normal après les divers traitements subis par le vin).

Ce résultat est assez bien vérifié : l'augmentation relative au colmatage diminue au cours de la filtration des quatre fractions de 100 ml ; on peut supposer qu'au début de la filtration existent des aberrations qui faussent l'indice de colmatage.

Pour éviter cela on peut prendre seulement T'_2 T''_2 et déterminer un indice de colmatage modifié égal à $(T''_2 - T'_2)_2$.

Les différences de cet indice de colmatage modifié avec le simple indice de colmatage sont significatives. (Tableau III).

Cette règle n'est valable que pour des vins bien clarifiés car les particules arrêtées modifient la paroi filtrante. Dans le cas contraire les différences entre fractions augmentent ; lorsqu'on prolonge la filtration, le phénomène doit être identique.

TABLEAU III

Indice de colmatage modifié de différents vins conservés en cuves

	T' 1	T'' 1	T' 2	T'' 2	Indice de colmatage	Indice de colmatage modifié
VIN N° 1		107	110	110	30	0
2	59	68	71	73	17	4
3	54	61	65	70	20	10
4	71	77	80	84	16	8
5	52	63	67	71	23	8
6	60	77	87	95	45	16
7	55	64	69	72	22	6

Dans des vins bien clarifiés et qui colmatent peu, on est donc en présence, au début de la filtration, d'un colmatage relativement important puis qui diminue ; il ne s'agit donc pas d'un phénomène de colmatage proprement dit mais d'un effet de freinage qui intervient au début de la filtration ; il se peut que certaines substances qui, initialement arrêtées, modifient les débits, trouvent ultérieurement au niveau de la plaque, un nouvel équilibre n'étant alors plus retenues et ne jouant plus aucun rôle vis-à-vis du débit du filtre.

Ce phénomène de retard ou de freinage est plus intense à basse température. Il laisse supposer une certaine hétérogénéité du filtrat au commencement de la filtration ; ce phénomène, relativement important dans la détermination de l'indice de colmatage, doit cependant être négligeable dans le cas de la filtration industrielle où les rapports entre les volumes filtrés et les surfaces de filtration sont plus importantes.

La technique de prélèvement de l'échantillon a une grande importance ; généralement, les prélèvements sont difficiles à effectuer ; on observe fréquemment, lors des contrôles, des erreurs d'échantillonnage ; les robinets dégustateurs ne sont pas réellement conçus pour être facilement nettoyés et il est toujours indispensable de bien les dégorger. Dans le cas de prise d'échantillons au robinet pour la recherche du colmatage,

les résultats obtenus sont toujours aberrants ; il est nécessaire d'opérer au moyen d'un tuyau de caoutchouc parfaitement propre et de prélever le vin par siphonage dans la partie basse de la cuve pour éviter l'influence d'un dépouillement trop favorable dû à la sédimentation; il importe cependant de savoir qu'un tel prélèvement dans le bas entraîne inévitablement une erreur par excès des déterminations ultérieures.

IV. — **Influence du collage — Essais de laboratoire.**

1. — **Matériel et méthodes**

On colle des vins de diverses origines (2 litres par échantillon) au moyen de diverses colles employées à doses croissantes.

Deux jours après, les vins sont filtrés sur plaques SSK dans les conditions suivantes :

Filtre de 2,2 litres de capacité.

Diamètre des plaques = 12 cm.

Pression (réglable) d'utilisation : < 2 bars.

Débit = 6 litres par heure.

Chaque série de vin collée avec une même colle est filtrée sur plaque neuve et affranchie.

Le vin filtré (1,5 litre), homogénéisé, est réparti dans deux bouteilles, l'une pour l'analyse immédiate, l'autre destinée à étudier l'évolution du vin après un certain temps de conservation.

2. — **Résultats** (tableaux IV, V et VI).

a — **Tout de suite après le traitement**

Vin de Beaujolais

C'est un vin généralement facile à filtrer sur Kieselguhr ; on observe des indices de colmatage encore très élevés après collage et des résultats variables qui, par rapport au témoin, sont généralement favorables.

Pour certaines gélatines, les doses employées n'ont pas d'influence sur l'indice de colmatage ; pour d'autres, on obtient des différences assez importantes.

TABLEAU IV

Influence du collage à la gélatine sur l'indice de colmatage de deux vins rouges

	BEAUJOLAIS 1972		COTES DU RHONE 1972	
	Indice de colmatage		Indice de colmatage	
	Immédiatement	Après 2 mois de conservation	Immédiatement	Après 2 mois de conservation
TEMOIN	91		17	22
GELATINE N° 1				
— 3 g/hl	61		23	
— 6 g/hl	55	33 *	27	
— 9 g/hl	51	C 130/220	21	27
— 12 g/hl	51		19	
GELATINE N° 2				
— 3 g/hl	84		36	
		29 *	32	
— 9 g/hl	83	C 150/270	22	36
— 12 g/hl	81		21	
GELATINE N° 3				
— 3 g/hl	93		32	
	79	25 *	29	
— 9 g/hl	80	C 150/260	24	30
— 12 g/hl	83		24	
GELATINE N° 4				
— 3 g/hl	—		41	
	93	28 *	28	
— 9 g/hl	84	C 110/193	24	33
— 12 g/hl	60		19	
BENTONITE 40 g/hl			17	16

* Indice de colmatage déterminé après une seconde filtration sur plaques SSK.

N.B. - C 130/220 = Colmatage de membrane par passage de 130 ml en 2,20 mn.

Vin des Côtes-du-Rhône

Ce type de vin est généralement difficile à filtrer sur Kieselguhr ; les indices de colmatage sont relativement faibles, comparés à ceux du vin de Beaujolais.

TABLEAU V

Influence du collage sur l'indice de colmatage d'un vin blanc de table 1972

	Filtration sur plaque - Différence de pression	Indice de colmatage	
		Immédiatement	Après 2 mois de conservation
TEMOIN NON COLLE		254	
— Bentonite N° 1			
30 g/hl	0,8	114	
40 g/hl + 20 g/hl caséine	0,3	99	
— Bentonite N° 2			
30 g/hl	0,8	86	266
40 g/hl + 20 g/hl caséine	0,3	65	250
— Bentonite N° 3			
30 g/hl	2,0	113	
40 g/hl + 20 g/hl caséine	0,4	97	
— Bentonite N° 4			
30 g/hl	0,8	105	44*
40 g/hl + 20 g/hl caséine	0,3	96	74*

Par rapport au témoin, les indices de colmatage des vins collés à la gélatine sont tous supérieurs à l'indice du vin témoin ; le meilleur résultat est obtenu par collage à la bentonite.

Dans le cas de ces deux vins rouges, le collage à la gélatine donne donc des résultats généralement favorables pour le premier vin, défavorables pour le second. Par contre, la comparaison des effets des gélatines permet de constater les faits suivants : la gélatine n° 1 donne les meilleurs résultats d'ensemble ; la gélatine n° 4 donne les plus mauvais résultats aux faibles doses d'emploi ; aux doses les plus élevées les résultats sont cependant comparables à ceux de la gélatine n° 1

(c'est la gélatine qui a la plus grande influence sur la valeur de l'indice de colmatage). Avec les gélatines n^{os} 2 et 3 les résultats obtenus sont les plus mauvais.

Les gélatines 1 et 4 sont des gélatines en solution, les gélatines 2 et 3 des gélatines solubles.

TABLEAU VI

Influence du collage sur l'indice de colmatage d'un vin rosé

	Filtration sur plaque - Différence de pression	Indice de colmatage	
		Immédiatement	Après 2 mois de conservation
TEMOIN NON COLLE		82	
Caséine 3 g/hl	0,3	85	
Caséine 6 g/hl	0,3	88	40*
Caséine 9 g/hl	0,3	88	C 180/410
Caséine 3 g/hl Bentonite 10 g/hl	0,3	56	C 290/530
Caséine 3 g/hl Bentonite 15 g/hl	0,3	54	C 200/335
Caséine 3 g/hl Bentonite 20 g/hl	0,3	—	37*

Pour les quatre gélatines utilisées, les pourcentages de lies sont comparables et varient en fonction des doses employées ; il en est de même pour la diminution de la couleur.

Les sédimentations sont bonnes, sauf dans le cas de la bentonite, utilisée à la dose de 40 g par hl, bien que le pourcentage de lies soit assez faible ; le vin ainsi obtenu reste trouble.

Vin blanc

On sait que le collage à la bentonite gêne beaucoup la filtration sur Kieselguhr ; on observe dans ce cas que le collage à la bentonite a, par rapport au vin témoin, une influence très nette sur l'indice de colmatage, bien que celui-ci reste encore très élevé. Les résultats obtenus sont différents selon les bentonites utilisées ; une légère augmentation de la

dose de bentonite utilisée en association avec la caséine à 20 g par hl possède encore une influence significative sur l'évolution de la valeur de l'indice de colmatage ; la sédimentation et la filtration (sur plaque SSK) sont surtout beaucoup améliorées par la caséine.

Vin rosé

La caséine, ici, se comporte comme la gélatine utilisée dans le vin de Côtes-du-Rhône ; on constate une très légère augmentation de l'indice de colmatage ; on observe également une bonne efficacité de la bentonite à doses faibles associée à un peu de caséine pour faciliter la sédimentation.

b — **Après deux mois de conservation**

Après un mois de conservation à 25 °C, puis un autre mois à 5 °C, on observe les faits suivants :

Vin de Côtes-du-Rhône

On constate une très légère augmentation de l'indice de colmatage, sauf pour le vin collé à la bentonite, à la suite, sans doute, d'une légère modification de la matière colorante.

Vin de Beaujolais

Il a subi une légère casse ferrique avec précipitation de matière colorante ; il présente donc un colmatage très important. Après une seconde filtration sur plaque SSK, les valeurs de l'indice de colmatage sont très améliorées, même en les comparant à celles obtenues immédiatement après collage.

Vin blanc

Il a été le siège d'une casse protéique ce qui entraîne des valeurs importantes de l'indice de colmatage ; une seconde filtration sur plaque SSK entraîne une amélioration.

Vin rosé

Il a été le siège d'une évolution biologique défavorable (développement de levures et de bactéries lactiques) et présente donc un colmatage important ; ici encore une seconde filtration sur plaque SSK permet d'obtenir une meilleure filtration.

Il semble donc qu'au cours d'une bonne conservation le pouvoir colmatant du vin augmente légèrement à la suite d'un évolution de la matière colorante ; par contre, lorsqu'il se produit un accident, celui-ci entraîne une augmentation très importante du pouvoir colmatant du vin ; une seconde filtration permet de revenir à un meilleure filtrabilité.

V. — **Influence de la préfiltration** — (Tableau VII).

L'influence du collage sur le pouvoir de colmatage des vins est difficile à mettre en évidence car avant toute détermination de l'indice de colmatage il faut filtrer soit sur plaque SSK soit sur membrane de 3 µ.

Avec une préfiltration sur plaque SSK on observe que les meilleurs résultats sont généralement obtenus avec les vins témoins non collés.

Dans le cas de vins collés, les résultats obtenus ne sont pas réguliers : les meilleurs peuvent être obtenus soit avec la gélatine, soit avec la bentonite ; il arrive même qu'il n'y ait pas de différence entre les deux. Par contre, le mélange gélatine-bentonite donne généralement des résultats intermédiaires acceptables. Dans la pratique, les résultats obtenus avec la bentonite seule ou en mélange sont supérieurs à ceux obtenus au laboratoire.

La préfiltration sur membrane de 3 µ ne donne aucun résultat utilisable, les variations observées par rapport aux chiffres obtenus avec une préfiltration sur plaques résultent des facteurs de rétention différents.

En fait, il ne semble pas que le collage possède une influence directe et significative sur le pouvoir de colmatage des vins ; par contre, cette influence semble très importante vis-à-vis de la préfiltration, par suite d'une modification de la paroi filtrante.

Dans le cas de vins non collés, les impuretés arrêtées par la paroi créent un nouveau filtre dont l'efficacité peut se révéler supérieure à celle de la seule plaque filtrante ; l'influence sur le pouvoir de colmatage du vin est alors considérable. Dans le cas des vins collés, les résultats varient selon la clarification plus ou moins bonne du vin à préfiltrer, selon l'intensité du collage, suffisant ou non, et selon la sédimentation.

Nous avons essayé d'utiliser la centrifugation, en opérant pendant 10 minutes à 3000 tours par minute ; les résultats obtenus sur le témoin comme sur les vins collés, sont négatifs : dans tous les cas, il y a

colmatage. La centrifugation était déjà connue comme n'ayant pas d'influence sur l'élimination des substances colmatantes (RIBÉREAU-GAYON et PEYNAUD, 1961). Nos résultats confirment le peu d'influence du collage proprement dit et met en évidence l'efficacité de la préfiltration (MANDRAU, 1973). La préfiltration des vins jeunes non collés, souhaitable par ailleurs pour la conservation (BRUGIRARD, 1968) doit donc être conseillée comme un traitement efficace diminuant le pouvoir colmatant des vins.

TABLEAU VII

Influence du collage et de la préfiltration sur l'indice du colmatage

	Témoin		Gélatine 6 g/hl		Gélatine 3 g/hl Bentonite 15 g/hl		Bentonite 30 g/hl	
	Indice de colmatage	Indice de colmatage modifié	Indice de colmatage	Indice de colmatage modifié	Indice de colmatage	Indice de colmatage modifié	Indice de colmatage	Indice de colmatage
Récolte 1972	Préfiltration sur plaque SSK.							
Beaujolais	126	54	173	62	131	44	131	48
Beaujolais-Villages 1	9	2	16	4	19	4	18	4
Beaujolais-Villages 2	3	0	4	0	6	0	5	0
Brouilly	29	6	38	10	48	14	66	6
Côtes du Rhône 1	9	0	23	6	27	8	30	10
Côtes du Rhône 2	18	2	18	4	27	6	28	6
Côtes du Rhône 3	42	—	68	24	56	20	32	8
Côtes du Rhône 4	13	2	19	4	21	4	18	4
Coteaux du Languedoc	15	4	20	4	24	8	26	8
Minervois	31	8	38	12	50	14	50	10
Vin Rouge de table	16	10	17	4	16	8	35	18
Récolte 1973								
Beaujolais 1	38	6	20	4	33	8	33	2
Beaujolais 2	29	—	16	0	17	4	14	4
Brouilly	14	4	15	2	25	8	31	8
Côtes de Brouilly	6	0	12	0	4	2	4	0
Bourgogne	22	8	30	8	31	8	30	10
Récolte 1972	Préfiltration sur membrane (3 microns)							
Beaujolais	—	—	52	6	28	8	109	40
Beaujolais-Village	16	2	16	4	48	24	36	18
Brouilly	15	2	19	4	21	6	21	2
Coteaux du Languedoc	95	66	C 20/33	—	C170/170	—	91	60
Minervois	46	14	32	12	40	12	C150/220	—

Diverses applications ont été réalisées.

Premier essai. — On colle deux cuves d'un même vin de Côtes-du-Rhône avec 6 g de gélatine par hl d'une part et 30 g de bentonite par hl d'autre part.

Le vin collé à la gélatine est filtré sur Kieselguhr ; on en remplit deux cuves dont les vins respectifs ont pour indices de colmatage les valeurs 42 et 91 (une erreur de filtration est certainement à l'origine de cette différence). Après filtration au laboratoire sur plaques EK, les nouvelles valeurs des indices de colmatage deviennent 30 et 34. (Il semble que cette filtration ait compensé l'erreur intiale lors de la filtration sur Kieselguhr).

Le vin collé à la bentonite, après filtration sur Kieselguhr, a un indice de colmatage de 32.

Deuxième essai. — On colle une série de sept vins d'origines diverses avec un mélange de bentonite (10 g par hl) et de gélatine (4 g par hl) ; la moyenne des valeurs des indices de colmatage, à 17 °C, est de 17, celle des indices de colmatage modifiés de 4. Ces résultats sont donc particulièrement favorables.

Par contre, sur deux autres vins, on obtient de mauvais résultats : indice de colmatage de 110, de colmatage modifié de 88 pour un vin de Minervois, colmatage après 390 ml en 518/100 de mn. dans le cas d'un vin de Juliénas (dans ce dernier résultat le mauvais état du filtre utilisé a joué certainement un rôle important). Après filtration au laboratoire sur plaques EK, les nouveaux indices sont les suivants :

Vin de Minervois : indice de colmatage : 7
indice de colmatage modifié : 2

Vin de Juliénas : indice de colmatage : 16
indice de colmatage modifié : 4

Ces résultats sont remarquables ; jamais, sauf dans le cas d'une sédimentation prolongée, nous n'avons pu observer une telle efficacité de la filtration sur plaques.

Les résultats obtenus précédemment après collage à la gélatine seule sont sensiblement moins bons qu'avec le mélange gélatine-bentonite ; dans ce cas, ils se rapprochent de ceux observés par filtration à basse

température après réfrigération. L'utilisation d'une faible quantité de bentonite (10 g par hl) en association avec une colle organique qui, dans la pratique, confirme les bons résultats observés au laboratoire, doit être conseillée.

VI — Influence de la filtration après collage

Influence de la vitesse de filtration. — 620 hl d'un vin de Côtes-de-Ventoux sont filtrés sur filtre de 8 m² dans les conditions suivantes :

Vitesse initiale 22 hl par heure et par m² : Vitesse finale 15 hl par heure et par m².

Différence de pression au début de la filtration : 0,3 bar, à la fin 2,7 bars. Addition moyenne 75 g de spindalite AM3 par hl de vin.

La moyenne des indices de colmatage des 13 prélèvements effectués au cours de la filtration est de 21, le plus faible étant de 13, le plus élevé de 39. La première cuve remplie a un indice de colmatage de 25 ; celui du vin de la dernière cuve un indice de 20.

Au cours de la filtration, par deux fois, nous avons fait varier les vitesses de filtration. En l'augmentant par la mise en route d'une pompe de reprise en amont du filtre et par le jeu des vannes d'arrivée et de sortie, nous avons obtenu une diminution du débit tout en conservant des pressions de sortie identiques (tableau VIII).

TABLEAU VIII

Influence de la vitesse de filtration sur l'indice de colmatage

Volume filtré en hectolitres par heure et par mètre carré	1er Essai		2ème Essai	
	Différence de pression	Indice de colmatage	Différence de pression	Indice de colmatage
5	0.2	44	0.7	16
15	0.3	28	1.6	15
30	0.3	24	2.1	10

On pouvait s'attendre à une augmentation de l'indice de colmatage en rapport avec l'augmentation du débit ; cela, cependant, n'a pas été le cas. On a même observé le contraire, peut-être à cause du tassement plus important de la paroi filtrante.

Deux cuves d'un même vin rouge sont collées avec 6 g de gélatine par hl. La première cuve est filtrée au bout de 3 jours, la deuxième cuve 10 jours plus tard. Les valeurs moyennes des indices de colmatage sont respectivement de 22 et 31 comme si une meilleure sédimentation, destinée à faciliter la filtration sur Kieselghur, augmentait l'indice de colmatage du vin filtré. La même observation a été faite dans le cas du collage à la bentonite.

Influence de la dose de Kieselguhr ajoutée au vin.

Comme le signalent RIBÉREAU-GAYON et PEYNAUD (1961) l'addition de Kieselguhr au vin possède une influence favorable sur la diminution du pouvoir colmatant, mais elle semble être encore plus importante au niveau de la filtration proprement dite.

Un vin brut, filtré au laboratoire, sur plaques SSK, est additionné de doses croissantes de Kieselguhr. Les indices de colmatage déterminés après centrifugation sont rassemblés dans le tableau IX.

TABLEAU IX

Influence de la quantité de Kieselguhr utilisée sur l'indice de colmatage

Kieselguhr (mg par litre)	Indice de colmatage	Indice de colmatage modifié
TEMOIN	181	82
500	179	58
1500	160	40

Dans un autre essai sur vin rouge, filtré sur Kieselguhr et additionné de 80 à 120 g de Kieselguhr par hl, les indices de colmatage sont respectivement de 36 et 28, les indices de colmatage modifiés de 14 et 8.

Les meilleurs résultats semblent obtenus sur des vins difficiles à filtrer par suite de la modification de la paroi filtrante par les particules arrêtées. Il apparaît également que, pour de tels vins, il soit nécessaire d'ajouter des quantités de Kieselguhr plus importantes. La qualité de la terre est, bien entendu, un facteur important et selon la granulométrie, les résultats peuvent être très différents ; les conditions utilisées sont les suivantes :

Type de terre = spindalite AM3.

Débit de filtration d'eau = 3500 litres par heure et par m^2.

Pression de filtration = 0,5 bar.

Influence du matériel

Dans la filtration l'état du matériel est très important ; le plus petit défaut dans le support d'acier inoxydable peut avoir des conséquences sur la valeur de l'indice de colmatage sans qu'apparemment on observe de défaut de limpidité. Le système de dosage est également important : pour obtenir un dosage régulier, il faut procéder au moyen d'une pompe doseuse, à partir d'un mélange de concentration constante. Il arrive que le système de dosage soit un système statique (bac à niveau constant, sans agitateur ni pompe) ; l'apport se fait alors par une dérivation du circuit de liquide à filtrer. Dans ce cas le dosage est assez imprécis en particulier en fin de filtration (BERRY, 1973). Les résultats obtenus sur ce sujet sont rassemblés dans le tableau X. Ainsi donc la régularité du dosage pendant le cycle de la filtration est un des éléments favorables pour obtenir de bons indices de colmatage. Malgré la possibilité d'obtenir un certain réglage par un jeu de vannes le système de dosage statique n'est pas suffisamment précis, surtout en fin de filtration.

TABLEAU X

Influence du matériel de filtration sur l'indice de colmatage

FILTRE RECENT DOSAGE CONSTANT			FILTRE ANCIEN DOSAGE DECROISSANT	
Pression à l'entrée	Différence de pression	Indice de colmatage	Pression à l'entrée	Indice de colmatage
2,5	0.3	12	0,8	16
2,9	1,2	18	1,3	14
4,8	2,7	13	2,0	43

Influence de la température de filtration

La filtration sur Kieselguhr à basse température, après un temps de réfrigération plus ou moins long, présente un grand intérêt ; c'est certainement le procédé de clarification qui enlève au vin le plus de substances

colmatantes ; c'est également le système qui, mieux que le collage à dose normale, possède une plus grande efficacité vis-à-vis du dépouillement du vin de sa matière colorante.

Sur les vins réfrigérés on n'enregistre pas d'effets de sédimentation marqués ; les tests de filtration sur membrane à basse température donnent sur les chromatogrammes des taches faiblement colorées, contrairement à celles obtenues dans le cas de vins collés, même si ceux-ci restent limpides à 0 °C.

Sur 13 cuves prises au hasard, on enregistre deux résultats aberrants dus à des défauts de filtration ; dans le cas des 11 autres cuves, la valeur moyenne des indices de colmatage est de 13, celle de l'indice modifié de 3 ; ceci est tout à fait remarquable, mais fait apparaître les difficultés de la filtration en général ; les deux cuves d'indices élevés I.C. = 70, I.C.M. = 60 sont limpides à l'observation ordinaire.

TABLEAU XI

Influence de la durée de conservation sur l'indice de colmatage

Durée de conservation (en jours)	Indice de colmatage	Indice de colmatage après filtration sur plaque EK	Température (°C) du vin au moment de la détermination
VIN COLLE			
	77		18
2	91	30	13
17	79		19
23	16		21
28	21	10	18
VIN REFRIGERE			
	C 395/650		18
7	C 340/460	174	15
10	C 280/460		20
20	215		15
30	70	8	15

Cas particuliers de conservation.

Après clarification, il est aisé de comprendre que la matière colorante condensée, par exemple, sédimente plus rapidement qu'avant la

filtration. On enregistre alors un transfert du pouvoir de colmatage du haut vers le bas.

Les chiffres du tableau XI montrent les très mauvais résultats obtenus après collage ou réfrigération sur deux vins vieux de plus de 18 mois ; ceci s'explique, sans doute, par un mauvais encollage des filtres qui a entraîné une curieuse évolution des indices de colmatage dans le bas de la cuve : on observe tout d'abord une très légère augmentation de l'indice de colmatage dans le bas de la cuve. Il est peu probable que cela vienne de la précipitation de matière colorante, surtout sur le vin réfrigéré ; on remarque ensuite une diminution très rapide du pouvoir de colmatage comme si, sur les vins clarifiés, on enregistrait une accélération de la diminution du pouvoir de colmatage, ce qui renforcerait l'importance de la clarification des vins jeunes. Il s'agit là en fait de vins d'assemblage mis en cuvée juste avant traitement. Ce phénomène peut également avoir une origine enzymatique ; un essai de traitement par les enzymes pectolytiques n'a cependant donné aucun résultat.

VII. — **Influence de la filtration sur plaques**

Essais de laboratoire (Tableau XII).

On constate tout d'abord une amélioration très sensible de l'indice de colmatage des vins après filtration sur plaques. Les différences entre plaques (SSK et EK) sont cependant peu importantes.

On observe également des effets de sédimentation lors du séjour en cuve mais, après filtration sur plaques, il n'y a plus de différence.

Les échantillons témoins de vin « Beaujolais-Villages », issus d'une même cuvée et filtrés depuis 22 et 65 jours (l'un n'ayant pas été manipulé depuis sa filtration, l'autre ayant été relogé plusieurs fois) ont des indices de colmatage très différents ; après filtration sur plaques SSK ou EK les différences sont devenues négligeables.

La filtration sur plaques a une influence encore plus importante sur les vins non collés ; les moyennes de 3 cuves donnent comme indices de colmatage 70 pour les vins bruts filtrés sur Kieselguhr, 36 après passage sur plaque SSK, 29 après passage sur plaque EK ; ceci se comprend aisément : par le collage, on élimine une partie des substances qui s'agglomèrent ultérieurement (matière colorante par exemple) et qui rendront d'autant plus difficile la filtration sur membrane.

TABLEAU XII

Influence de la sédimentation et de la filtration sur plaques sur l'ordre de colmatage (Essais de Laboratoire)

ORIGINE	BEAUJOLAIS 1972				BEAUJOLAIS VILLAGES 72					
TRAITEMENT	GELATINE ET FILTRATION TERRE								REFRIGERATION + T	
FILTRES DEPUIS	36 Jours		3 Jours		65 Jours		22 Jours		34 Jours	
RELOGEMENT	Aucun		Aucun		Plusieurs		Aucun		Aucun	
HAUTEUR DU PRELEVEMENT	H	B	H	B	H	B	H	B	H	B
I.C. TEMOIN	21	36	11	12	13	40	0	12	17	18
I.C. APRES FILTRATION SSK EN LABO	16	16	—	14	9	9	5	7	11	14
I.C. APRES FILTRATION EK EN LABO	6	14	11	5	7	5	6	3	11	6

Les échantillons sont toujours soigneusement pris par siphonnage.
Les BEAUJOLAIS VILLAGES filtrés depuis 65 et 22 jours sont en fait le même vin.

La filtration sur plaques possède une grande importance. Certains vins collés et filtrés sur Kieselguhr séjournent en cuve, après clarification, un temps plus ou moins long ; ils sont alors le siège d'une sédimentation importante, en particulier de matière colorante condensée après collage. La prise d'échantillon dans le bas de la cuve, à l'aide d'un siphon, fait apparaître des colmatages importants (tableau XIII) ; cependant, après filtration sur plaques EK les résultats sont très améliorés. Ces phénomènes sont beaucoup plus faibles dans le cas des vins réfrigérés et filtrés à basse température.

TABLEAU XIII

Importance de la filtration sur plaques sur l'indice de colmatage

	Echantillon pris au bas de la cuve	Après filtration EK	
		IC	ICM
CORBIERES	C 130/145	14	4
MINERVOIS	C 180/350	16	2
BEAUNE	C 90/170	6	2
BROUILLY	C 300/490	9	0
MERCUREY	C 290/394	17	4
MORGON	C 210/125	19	2

VIII. — **Influence de la population levurienne sur l'indice de colmatage.**

A partir d'un levain de **Sacch. oviformis,** on prépare, dans l'eau, des dilutions croissantes. Comme dans le cas de la filtration sur plaques de cellulose-amiante, les levures n'ont ici, sur membrane, qu'un faible effet de colmatage ; ceci est d'autant plus net que dans la pratique les vins sont déjà bien préfiltrés et assez pauvres en germes. Les résultats montrent qu'il faut atteindre des populations importantes pour obtenir un effet de colmatage sensible :

Nombre de cellules par ml	Indice de colmatage
100	4
500	4
1000	4
5000	13

De nombreuses numérations confirment le peu d'incidence de la population en levures sur la valeur de l'indice de colmatage ; cependant, au cours des filtrations industrielles il peut se produire un effet de colmatage par accumulation. Il est donc indispensable que la filtration sur plaques qui précède la filtration sur membrane soit la plus soignée possible.

IX. — **Utilisation de la gomme arabique.** (Tableau XIV).

La gomme arabique, intéressante dans certains cas, pose un problème de mise en solution ; si la molécule est nettement plus petite que les pores du filtre, les agglomérats ont un effet colmatant très important. Les chiffres montrent que la température n'a pas d'influence sur la valeur de l'indice de colmatage des solutions aqueuses de gommes ; cependant on constate une certaine efficacité sur la mise en solution car. après filtration sur plaques EK, on n'enregistre plus d'effets colmatants.

TABLEAU XIV

Influence de la gomme arabique sur l'indice de colmatage

Température (°C) de détermination	5	20	20	6	Après filtration sur plaques EK 20-
Gomme arabique N° 1 (poudre) solution à 75 mg/l	22	20	20	6	0
Gomme arabique N° 2 (poudre) solution à 150 mg/l	95	51	31	35	0
Gomme arabique N° 3 (liquide) solution à 150 mg/l	1	1	0	0	0

Bien que les solutions commerciales de gomme arabique déjà filtrées ne possèdent pratiquement pas d'effets colmatants, il est cependant préférable, par mesure de sécurité, de les ajouter avant la dernière filtration sur plaques ; pour les solutions préparées directement au chai, cette addition, avant la dernière filtration, est tout à fait indispensable.

X. — **Influence de la flash-pasteurisation.**

Il est naturellement inutile de faire subir un traitement thermique aux vins destinés à être filtrés sur membrane. Toutefois, nous avons voulu étudier l'influence de ce traitement vis-à-vis du pouvoir colmatant de certains vins rouges bien clarifiés et d'indices de colmatage faibles.

On pouvait penser (RIBÉREAU-GAYON et PEYNAUD, 1961) qu'en raison de la rapidité du traitement les protéines thermosensibles ne seraient pas

coagulées. En fait pour les vins chauffés au bain-marie pendant 5 minutes à 80 °C on observe une élévation des indices de colmatage à peine sensible. Par contre, pour les vins chauffés à 83 °C pendant 7 à 8 secondes à l'aide d'un appareil à infra-rouge, on constate une augmentation très nette du pouvoir colmatant.

Les indices de colmatage moyens de 2 vins traités sont 5,5 pour les témoins, 6,5 pour les vins traités au bain-marie, 17 pour ceux passés au pasteurisateur.

TABLEAU XV

Influence de la filtration sur plaques sur l'indice de colmatage

	Bentonite	Bentonite	Gélatine	Gélatine
	Kieselguhr	Kieselguhr plaque EK	Kieselguhr	plaque EK
Indice de phénols	13	12	14	11
Anthocyanes (mg par litre)	131	120	130	124
Couleur (Intensité	0.398	0.355	0.395	0.387
Couleur / Teinte	0.73	0.73	0.71	0.73
Turbidité (mg de silice par litre)	3.6	1.6	4.8	2.2
Diamètre des particules (μ)	Nombre de particules			
8.8 à 11.2	20	6	65	16
7.0 à 8.8	56	8	45	4
5.6 à 7.0	212	12	100	14
4.4 à 5.6	1066	26	95	26
3.5 à 4.4	1310	64	185	154
2.8 à 3.5	542	102	100	184
2.2 à 2.9	638	356	510	114
7.75 à 2.2	1782	1206	1055	1038
1.4 à 1.75	7430	3776	7025	3166
1.25 à 1.40	54278	3038	8100	3158
Indice de colmatage à 18°C	29	18	26	10
Indice de colmatage modifié à 18 °C	8	8	6	0

La différence entre les deux traitements s'explique mal. On peut supposer cependant qu'il s'agit d'un phénomène de propreté des tubes qui s'encrassent rapidement pendant la manipulation.

Naturellement l'augmentation de l'indice de colmatage doit être encore plus sensible pour les vins blancs contenant une proportion notable de protéines thermosensibles.

XI. — **Influence des traitements sur la limpidité.**

Les méthodes modernes de mesure de la limpidité permettent de juger de l'efficacité des traitements utilisés conjointement aux mesures de la couleur des vins ; on peut ainsi chiffrer de façon précise les résultats obtenus et faciliter ainsi la compréhension des phénomènes (PEYNAUD et LAFON-LAFOURCADE, 1970 ; MANDRAU, 1973).

Influence de la filtration sur plaques sur la limpidité.

On filtre un vin de Côtes-du-Rhône 1972 sur Kieselguhr après en avoir collé une moitié avec 30 g de bentonite par hl et l'autre moitié avec 6 g de gélatine par hl.

On prélève deux échantillons de chaque cuve de vin filtré ; l'un servira de témoin, l'autre sera analysé au laboratoire après filtration sur plaque EK. Les échantillons sont les suivants :

Echantillon n° 1 : vin collé à la bentonite et filtré sur Kieselguhr.

Echantillon n° 2 : vin collé à la bentonite et filtré sur Kieselguhr puis sur plaque EK.

Echantillon n° 3 : vin collé à la gélatine et filtré sur Kieselguhr.

Echantillon n° 4 : vin collé à la gélatine et filtré sur Kieselguhr puis sur plaque EK.

Les résultats des analyses mettent en évidence les faits suivants :

a - La filtration sur plaque entraîne une très faible diminution de l'indice de phénols (initialement peu important).

b - La filtration sur plaque entraîne une diminution de la couleur : environ 7,5 et 5 p. 100 de la teneur en anthocyanes ainsi qu'une légère diminution de l'intensité colorante, la valeur de la teinte restant constante.

c - On constate une meilleure limpidité du vin n° 1 collé à la bentonite (turbidité égale à 3,6), par rapport au vin n° collé à la gélatine (turbidité égale à 4,8) ; cependant les comptages de particules font apparaître le résultat contraire, en particulier dans la zone de 1,25 à 1,40 μ ; dans ce cas, des particules d'un diamètre inférieur à 1,25 micron (limite de l'analyse) doivent jouer un rôle important dans cette turbidité.

d - Après filtration sur plaques EK, la limpidité est assez améliorée : on passe d'un vin clair à un vin brillant, les turbidités deviennent 1,6 et 2,2, le nombre des particules diminuant sensiblement surtout dans le cas du vin collé à la bentonite.

e - On constate enfin que les pouvoirs de colmatage sont sans relation avec la turbidité.

TABLEAU XVI

Influence de la température de filtration (plaques SSK) sur les particules

Température de filtration	18 °C	4 °C
Indice de phénols	12	13
Anthocyanes (mg par litre)	63	55
Couleur { Intensité	0.335	0.309
Couleur { Teinte	0.86	0.86
Turbidité (mg de silice par litre)	2.6	2.2
Diamètre des particules (μ)		
8.8 à 11.2	6	6
7.0 à 8.8	6	28
5.6 à 7.0	28	36
4.4 à 5.6	20	60
3.5 à 4.4	92	170
2.8 à 3.5	238	106
2.2 à 2.8	476	830
1.75 à 2.2	1466	1810
1.40 à 1.75	31490	12652
1.25 à 1.40	—	—
I C à 18 °C	152	93
I C M à 18 °C	34	32

Influence de la température de filtration (tableau XVI).

On filtre au laboratoire un vin brut Beaujolais 1972 sur plaques SSK à deux températures différentes, 4 °C et 18 °C.

Les conclusions sont les suivantes :

a - On constate une diminution de la couleur pour le vin filtré à basse température ; cependant, par rapport à celle du vin filtré à 18 °C, la teinte reste stable.

Cette diminution de l'intensité colorante et de la teneur en anthocyanes (— 12 p. 100 environ) s'explique en partie car il s'agit d'un vin brut non collé.

b - On constate également une meilleure limpidité pour le vin filtré à 4 °C comme le montrent les valeurs de la turbidité et les comptages de particules surtout dans la zone 1,40 — 1,70 µ.

TABLEAU XVII

Influence de la température de filtration (Millipore 0.65 micron) sur les particules

Température de filtration	4 °C	20 °C	40 °C	60 °C
Indice de phénols	13	14	13	14
Anthocyanes (mg par litre)	112	124	124	120
Couleur (Intensité	0.423	0.407	0.408	0.415
Couleur (Teinte	0.74	0.73	0.73	0.75
Turbidité (mg de silice par litre)	3.0	3.2	3.4	4.4
Diamètre des particules (µ)				
8.8 à 11.2	28	10	12	10
7.0 à 8.8	20	16	14	14
5.6 à 7.0	62	30	26	12
4.4 à 5.6	4	4	22	42
3.5 à 4.4	82	78	104	50
2.8 à 3.5	248	116	76	72
2.2 à 2.8	890	210	292	126
1.75 à 2.2	4268	1142	1314	398
1.40 à 1.75	9390	4540	4236	1548
1.25 à 1.40	1936	10432	12306	15578
I C à la température	61	21	8	3
I C M de l'essai	24	8	2	2

On peut donc conclure qu'une filtration sur plaques, bien que gênée par la basse température de manipulation, donne au vin filtré une meilleure limpidité et un pouvoir de colmatage plus faible, les deux éléments variant ici dans le même sens.

Influence de la température de filtration (tableau XVII).

Un vin Côtes-du-Rhône 1972, collé avec 6 g de gélatine par hl et filtré sur Kieselguhr, est ensuite filtré sur membrane de 0,65 µ à diverses températures. A l'occasion de ces filtrations sur membranes on détermine le pouvoir de colmatage.

Les analyses montrent les faits suivants :

a - La teneur en anthocyanes du vin filtré à basse température est plus faible (— 10 p. 100) ; dans le vin filtré à 60 °C cette diminution reste très faible. Les teintes restent stables.

b - On enregistre une diminution de la limpidité d'autant plus forte que le vin a été filtré à une température plus élevée. Les différences de turbidité sont faibles aux températures basses et moyennes, importantes sur l'échantillon chauffé. Le comptage de particules donne des résultats intéressants. Après filtration sur membrane de 0,65 µ, il reste encore un nombre important de particules provenant de la pollution du verre de la bouteille, même bien lavée, ainsi que du bouchage. Cette pollution n'explique cependant pas tout ; il se produit certainement de profondes modifications à la fois dans la structure des particules et dans leur répartition en fonction de la température du traitement. Il semble que, plus la température de filtration est élevée moins il y a de grosses particules et plus il y a de petites particules d'un diamètre inférieur à 1,4 µ, inférieur même à cette dimension. Ce sont ces particules qui sont responsables de la diminution de la limpidité. Il faut souligner que ces échantillons filtrés sur membrane de 0,65 µ sont théoriquement exempts de germes.

En résumé on peut donc affirmer que :

— la filtration sur plaques ou sur Kieselguhr élimine assez bien la matière colorante condensée ; cette élimination est plus importante à basse température ;

— les filtrations à basse température, à la suite d'une meilleure condensation de certaines substances, donnent des vins plus limpides.

Une élévation plus ou moins forte de la température entraîne des modifications importantes dans la répartition des particules suivant leur taille et nuisent à la limpidité des vins.

On peut supposer qu'il existe une sorte d'équilibre entre le nombre et la taille des particules. Si, dans certains cas, plusieurs particules de petite taille peuvent s'agréger pour former une particule plus grosse (et réciproquement), ceci explique le fait qu'après une filtration sur membrane de 0,65 μ on trouve un nombre important de particules de taille supérieure.

La moins bonne limpidité du vin filtré à 60 °C peut aussi s'expliquer par l'effet protecteur dû à la chaleur. En rendant impossible l'agrégation des particules de petite taille qui ont néanmoins pu se former et qui jouent sur la turbidité, on nuit à la limpidité.

Si, inversement, sous l'effet de la chaleur, certaines particules se désagrègent ou diminuent de taille, on peut ainsi expliquer l'amélioration de la filtrabilité du vin, c'est-à-dire la diminution de son pouvoir de colmatage.

Enfin l'agrégation des particules (donc leur sédimentation), facilitée par un pré-traitement de clarification peut rendre compte de la diminution relativement rapide du pouvoir de colmatage des vins clarifiés.

CONCLUSIONS

Généralement avant la mise en bouteilles, le vin subit des traitements destinés à le rendre limpide et à rendre stable cette limpidité. Dans le cas d'une mise en bouteilles par filtration sur membrane, il faut également appréhender le pouvoir de colmatage du vin et, en quelque sorte, le détruire.

Nous disposons pour cela, parmi les traitements de clarification couramment utilisés, de plusieurs moyens très efficaces :

1. — **La filtration sur Kieselguhr :**

Par suite de la modification de la structure des substances colmatantes à basse température, la filtration sur Kieselguhr, après réfrigération, donne les meilleurs résultats. Elle enlève au vin pratiquement tout son pouvoir de colmatage.

La filtration sur Kieselguhr est certainement la manipulation la plus importante et la plus efficace ; en outre, les facteurs qui la rendent

d'utilisation difficile (emploi de faibles doses de bentonite dans le collage, filtration rapide après collage, filtration précoce des vins non collés) en augmentent l'efficacité. Une seconde filtration sur Kieselguhr donne d'ailleurs, généralement, d'excellents résultats. Cette filtration constitue cependant une manipulation très délicate ; il faut veiller à l'excellent état du matériel et surtout à la propreté des toiles-supports qui ont une grande importance vis-à-vis de l'encollage.

2. — **La filtration sur plaques.**

La filtration sur plaques est également un excellent moyen. Elle doit être très soignée, de façon à débarrasser le vin des germes susceptibles d'avoir un effet colmatant par accumulation, mais également et surtout, d'éliminer les matières colorantes colloïdales qui auraient pu se former après le traitement de clarification. A ce stade, une double filtration sur plaques clarifiantes à l'aide d'une chambre de renversement devrait également donner d'excellents résultats. La filtration sur plaques doit précéder immédiatement la filtration sur membrane.

On peut également éviter l'effet colmatant en élevant quelque peu la température du liquide à filtrer. Ce procédé devrait pouvoir être utilisé avec succès et en particulier au stade de la conservation des vins renfermant du sucre.

La filtration des vins sur membrane pose, il est vrai, des problèmes de colmatage qui ne sont pas toujours faciles à résoudre ; cependant, les déterminations de l'indice de colmatage et de l'indice de colmatage modifié par leur sensibilité et leur rigueur, peuvent guider utilement dans l'analyse des phénomènes.

Notre travail d'observations pratiques repose sur ces déterminations que l'expérience industrielle semble confirmer. En fait, dans la pratique, une bonne filtration sur Kieselguhr doit permettre d'obtenir un indice de colmatage modifié inférieur à 15 (et même à 10) ; après filtration sur plaques cet indice doit être voisin de zéro, tout au moins pour les vins que nous avons étudiés.

La filtration des vins sur membranes doit, par suite de l'exigence actuelle de limpidité, continuer à se développer ; les recherches concernant l'étude des substances colmatantes devront être reprises dans une nouvelle optique, celle du diamètre des pores des membranes 0,65 µ, en particulier pour les vins de vendanges pourries et ceux de vendanges chauffées.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BERRY G., 1973. La filtration sur diatomées et autres adjuvants. **Conn. Vigne Vin, 7,** 107-143.

BLOUIN J., 1971. Essais pratiques de mise en bouteilles après filtration sur filtre membrane. **Conn. Vigne Vin, 5,** 375-385.

BRUGIRARD A., 1968. La filtration des vins conservés en vrac. **Bulletin technique des Pyrénées Orientales, 47**, 60-63.

LAURENTY J., 1974. La filtration stérilisante. Colloque international ITV d'Arc et Senans. **Vignes et Vins,** n° spécial.

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, Bordeaux.

RIBÉREAU-GAYON J. et PEYNAUD E., 1961. **Traité d'œnologie.** Tome II, Béranger éd., Paris.