Connaissance Vigne Vin, 1984, **18**, N° 2, 135-154.

UTILISATION D'UN MICROFILTRE TANGENTIEL EN ŒNOLOGIE

M. SERRANO*, S.B. SACHS** et P. RIBEREAU-GAYON*

* Institut d'Œnologie, Université de Bordeaux II
351, cours de la Libération, 33405 Talence Cedex
** Société Israël Desalination Engineering
Département des procédés par membrane
P.O. Box 18041 - Tel Aviv 61180 Israël

INTRODUCTION

Parmi les techniques séparatives, la microfiltration est caractérisée par des seuils de coupure compris entre 0,1 et 10 µm (figure 1) correspondant aux particules du vin qui doivent être éliminées par filtration, elle est donc largement utilisée en œnologie. Cette microfiltration peut être obtenue par la mise en œuvre de différents matériaux : précouches de diatomées, plaques, membranes. Le vin est ainsi dépouillé d'une importante quantité de particules. L'objectif est d'obtenir, au moment de l'embouteillage, un vin brillant (turbidité voisine de 0,30 NTU $\simeq$ 1 mg/l de silice) et stérile, ou tout au moins pauvre en germes (moins de une levure ou une bactérie pour 200 ml).

Dans la plupart des cas ce résultat est atteint en combinant les techniques précédentes, mises en œuvre sous la forme d'une microfiltration transversale (figure 2). Le flux de liquide à filtrer est perpendiculaire aux médias filtrants. Les particules sont arrêtées dans la masse ou/et en surface ce qui provoque souvent un colmatage rapide. Pour minimiser cet inconvénient il faut réaliser plusieurs filtrations avec des matériaux présentant des seuils de coupure de plus en plus fins (diatomés, plaques, éventuellement membranes).

En microfiltration tangentielle (figure 3), le flux de liquide à filtrer est parallèle à une membrane qui constitue le média filtrant. Comme le liquide circule rapidement et tangentiellement au filtre, les particules d'un diamètre supérieur au seuil de coupure de la membrane demeurent dans le flux et colmatent peu les pores, il est donc possible de maintenir constant le débit du filtre. L'appareil recueille séparément le filtrat et un concentré de particules appelé concentrat. Toutefois, il s'agit d'une technique nécessitant des appareillages encombrants et coûteux. Le même principe est mis en œuvre pour l'ultrafiltration (rétention des molécules) et pour l'osmose inverse (rétention des ions).

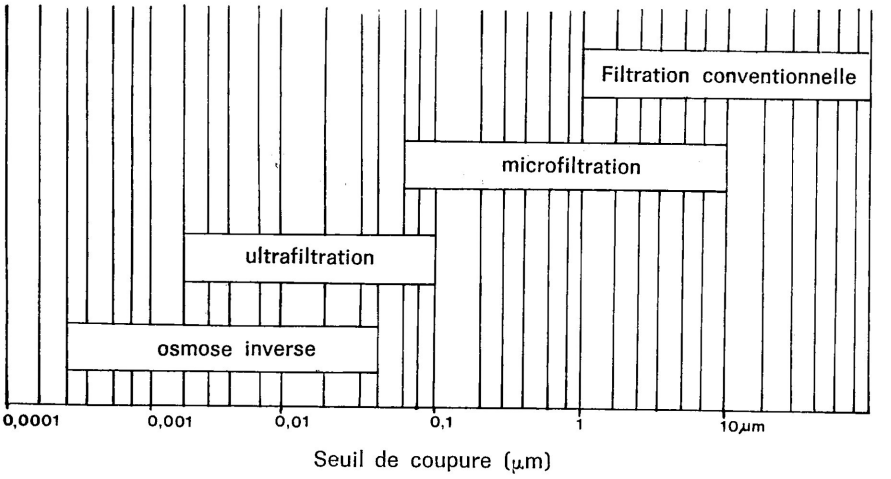


Fig. 1. — Place de la microfiltration dans les techniques séparatives

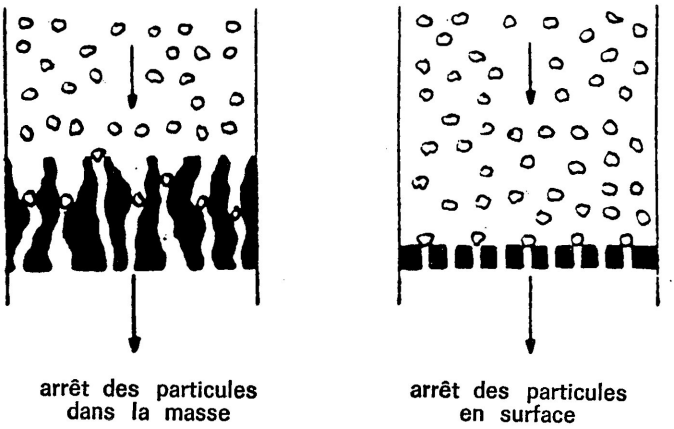


Fig. 2. — Microfiltration transversale

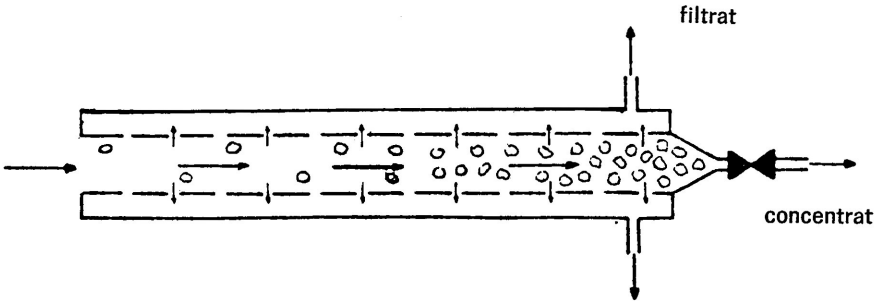


Fig. 3. — Microfiltration tangentielle

Les premiers essais de microfiltration tangentielle effectués en œnologie ont été réalisés en Israël sur des produits du millésime 1982 (SACHS et *al*, 1983). Les vins, soutirés 3 fois, ont été filtrés 6 mois après les vinifications.

Au cours de la campagne 1983 nous avons expérimenté un matériel pilote (1) dans une cave coopérative de la Gironde. Ce filtre a permis de tester 4 membranes ayant des seuils de coupure différents. Il a été utilisé sur des moûts blancs, sur des vins blancs et rouges aussitôt après achèvement des fermentations alcoolique et malolactique.

MATERIEL ET METHODES

I — MATERIEL UTILISE

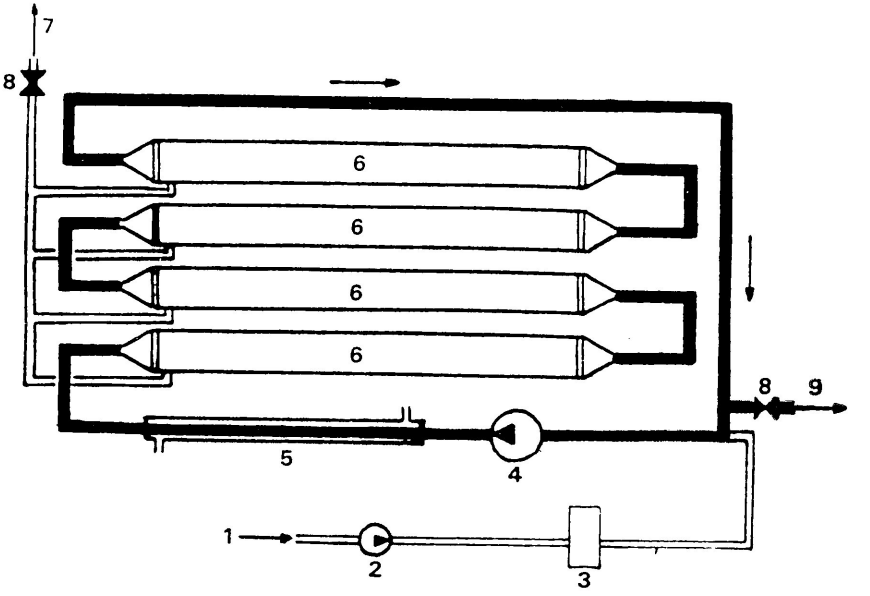
L'appareil constitué de 4 modules montés en série présente une surface totale de membrane tubulaires de 6,2 m². Il permet un débit de filtrat d'environ 100 l/h. Le schéma de principe est représenté figure 4. Le liquide à filtrer est introduit dans l'appareil avec la pompe d'alimentation (2) ; il chemine ensuite en circuit fermé à vitesse élevée (1,3 à 2,3 m/s) à l'aide de la pompe de circulation (4). Cette circulation rapide du produit à traiter évite le colmatage des membranes mais provoque une élévation de température ; un système de refroidissement est indispensable (5). L'écoulement du filtrat (7) et du concentrat (9), recueillis séparément, est composé par l'alimentation de l'appareil en liquide brut avec la pompe (2). On règle l'ouverture des vannes (8) et la pression de la pompe (4) pour avoir un volume minimum de concentrat et un débit de filtrat suffisant. Afin d'obtenir les conditions optimum de fonctionnement de l'appareil et d'éviter le colmatage des membranes, le constructeur recommande de maintenir sur les modules des pertes de charges inférieures ou égales à 3,3 bar pour la filtration des moûts et 2,3 bar pour la filtration des vins.

Les 4 membranes utilisées (appellées A, B, C, D) sont définies par le constructeur comme des fabrications « hybrides, possédant simultanément certaines caractéristiques des matériaux d'ultrafiltration (propriétés tamisantes) et d'autres relevant de l'osmose inverse (propriétés électriques) ». Ainsi les particules en suspension, les molécules de poids moléculaire élevé et les molécules chargées seraient repoussées et ne provoqueraient pas de colmatage.

D'après le constructeur les membranes A, B et C permettent respectivement de retenir des composés de poids moléculaires égaux ou supérieurs à 10 000, 50 000 et 20 000. La membrane D est un matériau classique d'ultrafiltration ayant des caractéristiques de coupure voisines de l'élément B.

---

(1) Microfiltre tangentiel de la Société : « Israël Desalination Engineering »



1 — produit à filtrer
2 — pompe d'alimentation
3 — tamis de protection des membranes
4 — pompe de circulation
5 — réfrigérant
6 — éléments filtrants
7 — filtrat
8 — vannes
9 — concentrat

Fig. 4. — Schéma de principe du filtre tangentiel IDE

II — EXPERIMENTATIONS ET ANALYSES

1° **Filtration des moûts**

Lorsque l'appareil a été mis en service à la Cave Coopérative le 12 octobre 1983, il n'y avait plus que des moûts de cépage Ugni blanc disponibles pour l'expérimentation.

La chaîne d'extraction des jus étant constituée d'un conquet de réception, d'un fouloir alimentant un égouttoir et un pressoir continu montés en série, les jus ont été prélevés à la sortie de l'égouttoir.

30 hl de moût sulfités à la dose de 8 g/hl ont été séparés en 3 lots. Le premier a été clarifié par un débouchage statique de 12 heures, le deuxième par centrifugation, le troisième par microfiltration tangentielle à l'aide de la membrane C.

Lors de la microfiltration du moût les conditions opératoires ont été enregistrées : débit de filtrat, perte de charge sur les modules, volume de concentrat.

Sur chacun des trois lots ainsi traités les déterminations analytiques suivantes ont été réalisées : sucres (méthode Lüff), acidité totale (méthode

au bleu de Bromothymol), pH (pH-mètre Quéré modèle D 1 400), turbidité (néphélomètre Sigrist Photométer modèle KTL 65), teneur en matière solide (% en volume déterminé par centrifugation 5 minutes à 3 000 tours), polysaccharides totaux (DUBOURDIEU, 1982), azote total (méthode de Kjeldahl).

Les trois lots ont été répartis dans des cuves métalliques de 6,75 hl. Ils ont été chaptalisés, déacidifiés et levurés (*S. bayanus* levures sèches). Les fermentations se sont déroulées à température constante (18 °C), la fermentescibilité des jus a été contrôlée par un dosage quotidien des sucres.

Après fermentation, les 3 lots ont été soutirés et sulfités à 7 g/hl. Plusieurs déterminations analytiques ont été effectuées, la plupart sont décrites par RIBÉREAU-GAYON et *al,* 1982 : titre alcoométrique (distillation et densimétrie), sucres (méthode Lüff), pH (pH-mètre Quéré modèle D 1.400), acidité totale (méthode au bleu de Bromothymol), acidité volatile (entraînement à la vapeur), acétate d'éthyle (BERTRAND, 1981), densité optique à 420 nm, fer, cuivre et calcium (méthode par spectrométrie d'absorption atomique), potassium (méthode par photométrie de flamme), azote total (méthode de Kjeldahl) polysaccharides totaux (DUBOURDIEU, 1982), test de stabilité tartrique (24 heures à —4° C), test de stabilité protéique (mesure de la turbidité avant et après chauffage 30 mmn à 80° C), alcools supérieurs, acétates d'alcools supérieurs et esters éthyliques d'acides gras (BERTRAND, 1981).

Une série d'échantillons des 3 lots, soutirés et sulfités, a été ensuite clarifiée par séjour à basse température (72 heures à — 4 °C). Un collège de 7 dégustateurs a participé à une analyse sensorielle. Un classement par rang a été établi ; une analyse stastistique des résultats a été réalisée à l'aide des méthodes décrites par TOMASSONE et FLANZY (1977).

Parallèlement à ces essais en grands volumes d'autres moûts de cépage Ugni blanc, débourbés statiquement et microfiltrés, ont fermenté au laboratoire dans des récipients de 2 litres à température constante (18 °C). Il a été procédé aux mêmes contrôles analytiques et gustatifs.

2° Filtration des vins

Les essais du microfiltre tangentiel, avec les 4 membranes A, B, C et D, se sont déroulées dans les conditions de filtration les plus difficiles :

D'abord un vin blanc de goutte, cépage Sémillon, a été microfiltré deux jours après l'achèvement de la fermentation alcoolique ; il a été prélevé directement par le robinet décanteur d'une cuve de 1 000 hl, sans aucun soutirage préalable.

Une expérience identique a été effectuée sur un vin issu d'un mélange de moûts de bourbes et de presse de cépage Sémillon prélevé dans une cuve de 5 000 hl.

Un troisième essai a été réalisé sur un vin rouge de cépage Merlot. Après achèvement de la fermentation alcoolique, le vin a été écoulé dans une cuve de 300 hl (neuf jours de cuvaison). Dix jours après l'écoulage, la fermentation malolactique étant achevée, le vin a été immédiatement microfiltré, sans soutirage préalable.

Pour chaque opération le débit de filtrat, la perte de charge sur les modules, le volume de concentrat ont été enregistrés.

Egalement, afin d'avoir des vins témoins et malgré la difficulté de l'opération, vingt litres de chacun des vins bruts ont été clarifiés semi-industriellement sur plaque BECO K 5 a.f.

Les déterminations analytiques comprennent : titre alcoométrique, sucres, pH, acidité totale, acidité volatile, anhydride sulfureux libre et total, densité optique à 420 nm, fer, cuivre, calcium, potassium, azote total, polysaccharides totaux, teneur en matières solides, turbidité, dénombrement des germes viables (LAFON-LAFOURCADE et JOYEUX, 1979), viscosité (viscosimètre capillaire Ostwald), test de stabilité tartrique, test de stabilité protéique (mesure de la turbidité avant et après chauffage trente minutes à 80° C).

Sur le vin rouge il a été procédé à certaines déterminations analytiques complémentaires (GLORIES, 1978) : intensité colorante, teinte, densité optique à 280 nm, anthocyanes, tanins.

Dans les conditions décrites au paragraphe précédent le même collège de dégustateurs a participé à une analyse sensorielle des différents vins.

En outre, sur le deuxième vin blanc microfiltré sur les 4 membranes, la filtrabilité a été déterminée par la mesure des indices de colmatage (DESCOUT et *al.*, 1976) et celle du volume maximum filtrable sur membrane (GAILLARD, 1980).

RESULTATS

I — FILTRATION DES MOUTS

Afin de choisir la membrane à mettre en œuvre industriellement, un faible volume des 30 hl de moût de cépage Ugni blanc devant être débourbé statiquement centrifugé et microfiltré tangentiellement a été clarifié sur le filtre I D E avec les 4 membranes. Le résultat des analyses donné tableau I montre, que seules les teneurs en polysaccharides totaux et, dans de faibles proportions les teneurs en azote total sont affectées de façons différentes par les 4 membranes. L'élément C semble être le moins serré. Pour cette raison 6,75 hl de moût ont été microfiltrés sur la membrane C.

Le débit de filtrat est demeuré constant (84 l/h), la perte de charge sur les modules est restée comprise entre 2,9 et 3,4 bar. Il n'y a pas

TABLEAU I

Composition analytique du moût de cépage Ugni-Blanc après microfilration tangentielle sur quatre membranes

	Sortie égouttoir*	Membrane A	B	C	D
Sucres réducteurs (g/l)	160	160	160	160	160
Acidité totale (g $H_2 So_4$ par l)	7,06	6,86	6,86	6,86	6,86
pH	2,93	2,92	2,91	2,90	2,90
Turbidité (NTU)	1300	0,42	0,42	0,42	0,42
Teneur en matières solides (% en vol.)	5,0	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Polysaccharides totaux (mg/l)	1000	548	578	587	493
Azote total (mg/l)	390	360	365	365	350

* Sulfitage à la sortie de l'égouttoir : 8 g/hl

TABLEAU II

Composition analytique du moût de cépage Ugni-Blanc après débourbage statique, centrifugation et microfiltration tangentielle

	Sortie égouttoir*	Débourbage statique 12 h	Centri-fugation	Micro-filtration tangentielle (Membrane C)
Sucres réducteurs (g/l)	160	160	160	160
Acidité totale (g $H_2 So_4$ par l)	7,06	7,06	6,96	6,86
pH	2,93	2,93	2,91	2,92
Turbidité (NTU)	1300	49	206	0,4
Teneur en matières solides (% en vol.)	5,0	0,2	0,9	< 0,01
Polysaccharides totaux (mg/l)	1000	996	990	584
Azote total (mg/l)	390	390	385	365

* Sulfitage à la sortie de l'égouttoir : 8 g/hl

eu de colmatage du matériau filtrant, mais le volume de concentrat n'a pas pu être réduit en dessous de 26 p. 100.

L'analyse des 30 hl de moût de cépage Ugni blanc après débourbage statique, centrifugation et microfiltration tangentielle sur la membrane C est donnée dans le tableau II. Le microfiltre tangentiel n'a pas d'incidence sur la teneur en sucres, l'acidité et le pH du moût. La teneur en matière solide et la très faible turbidité du jus montrent que celui-ci a été intensément clarifié. Les polysaccharides totaux sont fortement diminués ; on note une concentration en azote total légèrement plus basse.

Les trois lots de 6,75 hl ont fermenté à 18 °C après avoir été chaptalisés (Saccharose 3,5 kg/hl) déacidifiés (carbonate de calcium 100 g/hl) et levurés (levures sèches, *Saccharomyces bayanus* 10 g/hl).

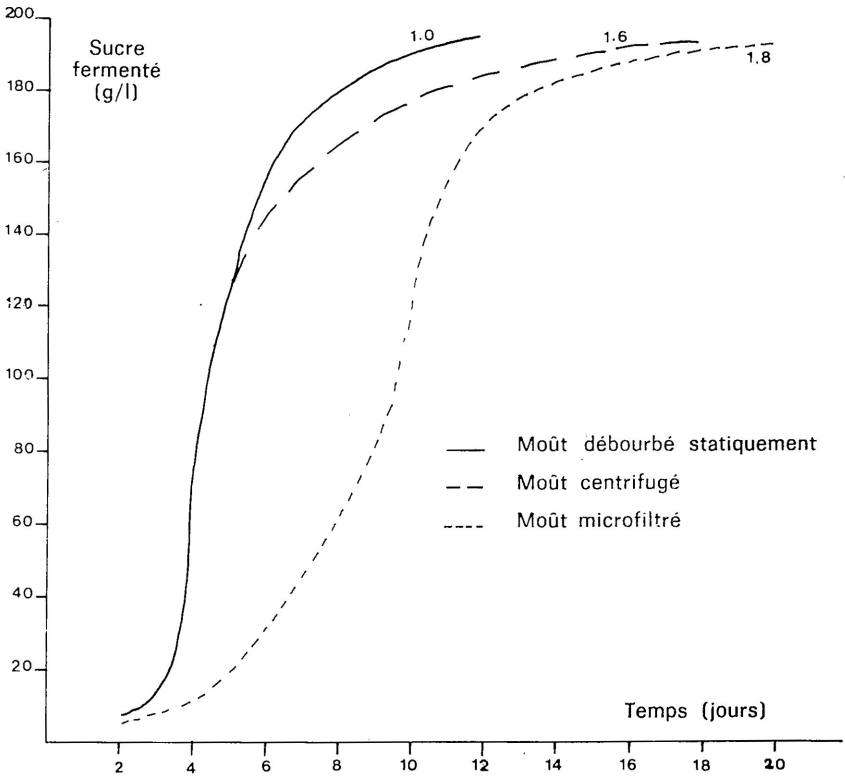


Fig. 5. — Courbes de fermentation d'un moût de cépage Ugni-blanc après débourbage statique centrifugation et microfiltation tangentielle ; température de fermentation : 18° C. les chiffres sur les courbes correspondent à la teneur en sucres réducteurs (g/l) à la fin de la fermentation

Les courbes de fermentation pour les 3 lots considérés sont données figure 5. La dégradation des sucres du moût microfiltré a duré 8 jours de plus que celle du moût débourbé statiquement ; toutefois elle a pu

atteindre son terme (sucres réducteurs 1,8 g/l). Ce résultat confirme l'incidence de la clarification du moût sur la fermentescibilité (RIBEREAU-GAYON et *al.*, 1975).

Les analyses des vins après fermentation (tableau III) appellent les remarques suivantes :

1° Le vin obtenu à partir du moût microfiltré est stable, sur le plan protéique, bien que la teneur en azote total ne soit pas modifiée. Néanmoins, les polysaccharides totaux sont fortement affectés (114 au lieu de 360 et 390). Ces substances doivent jouer un rôle prépondérant dans la protection contre la casse protéique, les doses de protéines mises en jeu sont sûrement très faibles.

2° Le moût microfiltré donne un vin dont l'acidité volatile est plus importante (0,42 g/l) ; il s'agit d'acidité volatile formée par la levure dont le taux augmente lorsque la fermentation est difficile.

3° Le moût microfiltré conduit à un vin dont la teneur en alcools supérieurs est plus faible que dans le cas des vins issus des moûts débourbés et centrifugés. Ceci est en accord avec les résultats de HADJINICOLAOU et *al.*, (1981). Par contre il n'y a pas de différences notables en ce qui concerne le dosage des esters.

4° Lorsque le vin est issu du moût microfiltré, le titre alcoométrique est légèrement plus faible (11,00 p. 100 en volume), comme nous l'avons vu précédemment la teneur en sucre résiduel est un peu plus élevée (1,80 g/l). Cette observation est confirmée par d'autres essais non décrits dans cette étude.

5° Les autres éléments de la constitution du vin ne sont pas affectés.

6° Les résultats de l'analyse sensorielle montrent qu'il n'existe pas de différences significatives, au sens statistique, entre les trois vins.

7° Des fermentations, conduites au laboratoire, de moûts débourbés statiquement et microfiltrés dans les mêmes conditions ont donné des résultats identiques aux essais précédents réalisés en grands volumes.

II — FILTRATION DES VINS

1° **Débits de filtration, volumes de concentrat**

En recherchant les performances optimales du microfiltre tangentiel, il a été possible d'obtenir les résultats suivants :

a) Pour le premier vin blanc traité (moût de goutte) le débit de filtrat est resté constant 117 l/h pour une perte de charge sur les modules de 2 bar et un pourcentage de concentrat de 1,6 p. 100.

TABLEAU III

Caractères analytiques des vins après fermentation alcoolique des moûts débourbé statiquement, centrifugé et microfiltré tangentiellement

Sauf indication les résultats sont exprimés en mg par litre.

		Débourbage statique 12 heures	Centrifugation	Microfiltration tangentielle
Titre alcoométrique (% en vol.)		11,10	11,05	11,00
Sucres (g/l)		1,04	1,60	1,80
pH		3,15	3,18	3,21
Acidité totale (g H_2SO_4 par l)		5,78	5,78	5,78
Acidité volatile (g H_2SO_4 par l)		0,14	0,22	0,42
Acétate d'éthyle		30	42	41
Anhydride sulfureux libre		15	16	12
Anhydride sulfureux total		78	80	85
Couleur (D.O. à 420 nm)		0,156	0,142	0,097
Fer		7	6	7
Cuivre		0	0	0
Calcium		100	99	94
Potassium		1000	1000	1000
Azote total		140	145	140
Polysaccharides totaux		390	360	114
Stabilité tartrique (1)		instable	instable	instable
Stabilité protéique (2) Turbidité (NTU)	Avant chauffage	0,74	0,86	0,82
	Après chauffage	6,20	4,67	0,90
Alcools supérieurs	Propanol-1	18	22	24
	Méthyl-2 propanol-1 (isobutanol)	95	67	55
	Méthyl-2 butanol-1	33	29	20
	Méthyl-3 butanol-1	175	126	118
	Somme	321	244	217
Acétates d'alcools supérieurs	Acétate d'isoamyle	6,5	6,7	6,6
	Acétate de phényl-2 éthyle	0,4	0,4	0,3
	Acétate d'hexyle	0,4	0,5	0,5
	Somme	7,3	7,6	7,4
Esters éthyliques d'acides gras	Hexanoate d'éthyle	1,3	1,4	1,2
	Octanoate d'éthyle	1,7	2,2	1,7
	Décanoate d'éthyle	0,6	0,8	0,4
	Dodécanoate d'éthyle	0,1	0,1	0
	Somme	3,7	4,5	3,3
Somme des esters (acétates + esters acides gras)		11,0	12,1	10,7
Dégustation		pas de différence significative au sens statique		

(1) Examen d'un échantillon de 750 ml après séjour de 24 h à -4° C.
(2) Chauffage à 80° C pendant 30 minutes.

TABLEAU IV

Composition analytique d'un vin blanc de goutte (Cépage Sémillon) après microfiltration tangentielle sur quatre membranes différentes

Sauf indication les résultats sont des mg par litre

	Témoin non filtré	Filtration sur plaque	Microfiltration tangentielle Membrane A	B	C	D
Titre alcoométrique (% en vol.)	12,55	12,50	12,55	12,50	12,55	12,60
Sucres (g/l)	1,11	1,12	1,23	1,21	1,08	1,12
pH	3,21	3,20	3,15	3,18	3,19	3,19
Acidité totale (g H_2SO_4 par l)	5,68	5,64	5,49	5,49	5,49	5,59
Acidité volatile (g H_2SO_4 par l)	0,37	0,37	0,34	0,35	0,40	0,37
Anhydride sulfureux libre	20	14	18	18	18	16
Anhydride sulfureux total	88	76	76	88	80	80
Couleur (D.O. 420 nm)	0,170	0,116	0,110	0,107	0,117	0,120
Fer	4	4	4	4	4	4
Cuivre	0	0	0	0	0	0
Calcium	95	96	90	94	94	94
Potassium	860	860	920	920	920	920
Azote total	225	230	230	230	230	220
Polysaccharides totaux	425	423	57	147	209	119
Teneur en matière solide (% en vol.)	0,7	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
Turbidité (NTU)	465	0,62	0,13	0,14	0,13	0,13
Levures viables/200 ml	2×10^7	2×10^5	2	1	4	1
Viscosité (cPo)	1,66	1,58	1,73	1,72	1,67	1,64
Stabilité tartrique (1)	instable	instable	instable	instable	instable	instable
Stabilité protéique (2) Av. chauf.	0,78	0,62	0,13	0,14	0,13	0,13
(Turbidité NTU) Ap. chauf.	4,64	3,95	0,18	0,20	0,18	0,18
Dégustation	—	pas de différence significative au sens statistique				

(1) Examen d'un échantillon de 750 ml après séjour de 24 h à -4° C.

(2) Chauffage d'un échantillon, filtré sur membrane 1,2 µm, pendant 30 minutes.

TABLEAU V

Composition analytique d'un vin blanc issu d'un mélange de moûts de bourbes et de presses (Cépage Sémillon) après microfiltration tangentielle sur quatre membranes différentes

Sauf indication les résultats sont des mg par litre.

	Témoin non filtré	Filtration sur plaque	Microfiltration tangentielle Membrane A	B	C	D
Titre alcoométrique (% vol.)	12,85	12,85	12,90	12,80	12,85	12,85
Sucres réducteurs (g/l)	1,25	1,28	1,67	1,59	1,70	1,45
pH	3,45	3,46	3,44	3,45	3,46	3,45
Acidité totale (g H_2SO_4 par l)	4,41	4,41	4,51	4,61	4,61	4,70
Acidité volatile (g H_2SO_4 par l)	0,32	0,36	0,29	0,27	0,26	0,27
Anhydride sulfureux libre	18	20	20	18	22	24
Anhydride sulfureux total	88	92	82	88	100	100
Couleur (D.O. à 420 nm)	0,288	0,192	0,146	0,170	0,196	0,108
Fer	8	8	8	8	8	8
Cuivre	0	0	0	0	0	0
Calcium	113	110	110	117	119	102
Potassium	1330	1300	1200	1250	1200	1180
Azote total	210	210	225	230	225	195
Polysaccharides totaux (mg/l)	840	846	102	192	296	100
Teneur en matières solides (% en vol.)	0,5	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
Turbidité (NTU)	640	0,92	0,13	0,13	0,13	0,11
Levures viables/200 ml	6×10^7	4×10^5	< 1	< 1	120	33
Viscosité (cPo)	1,65	1,63	1,61	1,72	1,67	1,64
Stabilité tartrique (1)	instable	instable	instable	instable	instable	instable
Stabilité protéique (2) Av. chauf.	0,93	0,83	0,13	0,13	0,13	0,11
(Turbidité NTU) Ap. chauf.	7,60	6,85	0,13	0,14	0,13	0,13
Dégustation	Végétal odeur de caoutchouc	Les filtrations n'attenuent pas les défauts organoleptiques du produit				

(1) Examen d'un échantillon de 750 ml après séjour de 24 h à -4° C.

(2) Chauffage d'un échantillon, filtré sur membrane 1,2 µm, pendant 30 minutes.

TABLEAU VI

Composition analytique d'un vin rouge (Cépage Merlot) après microfiltration tangentielle sur quatre membranes différentes.

Sauf indication les résultats sont des mg par litre.

	Témoin non filtré	Filtration sur plaque	Microfiltration tangentielle Membrane A	B	C	D
Titre alcoométrique (% vol.)	12,10	12,05	12,10	12,10	12,10	12,10
Sucres réducteurs (g/l)	1,58	1,53	1,53	1,42	1,65	1,21
pH	3,76	3,72	3,73	3,70	3,74	3,71
Acidité totale (g H_2SO_4 par l)	3,28	3,33	3,33	3,43	3,43	3,13
Acidité malique (g/l)	0	0	0	0	0	0
Acidité volatile (g H_2SO_4 par l)	0,36	0,47	0,37	0,37	0,37	0,47
Anhydride sulfureux libre	18	20	18	20	19	6
Anhydride sulfureux total	52	48	44	40	52	36
Couleur Intensité	0,32	0,30	0,18	0,29	0,44	0,11
Couleur Teinte	0,77	0,78	0,80	0,78	0,76	0,82
Phénols totaux (D 280)	33	35	25	34	42	19
Anthocyanes	261	270	232	266	339	142
Tanins (g/l)	1,66	1,78	1,06	1,56	2,22	0,66
Fer	5,1	4,5	4,5	5,2	5,5	3,7
Cuivre	0	0	0	0	0	0
Calcium	86	96	62	77	77	62
Potassium	1180	1180	1180	1180	1180	1160
Polysaccharides totaux	545	540	34	170	249	39
Teneur en matières solides (% en vol.)	0,4	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
Turbidité (NTU)	610	0,55	0,08	0,08	0,08	0,09
Levures viables/200 ml	8×10^5	2×10^3	< 1	< 1	< 1	< 1
Bactéries viables/200 ml	6×10^6	6×10^3	< 1	< 1	< 1	< 1
Viscosité (cPo)	1,59	1,57	1,55	1,53	1,53	1,53
Stabilité tartrique (1)	instable	instable	instable	instable	instable	instable
Dégustation	—	L'échantillon C est le mieux jugé Les échantillons D et A sont classés derniers.				

(1)Examen d'un échantillon de 750 ml après séjour de 24 h à -4° C.

b) Pour le deuxième vin blanc (mélange de moûts de bourbes et de presses) on a enregistré un débit constant de 89 l/h, avec une perte de charge de 2 bar et un volume de concentrat égal à 3 p. 100.

c) Le vin rouge a pu être microfiltré avec un débit constant de 94 l/h, une perte de charge de 3 bar et un pourcentage de concentrat de 1,7 p. 100.

d) Ces trois microfiltrations ont duré 7 heures à débit et perte de charge constant ; on peut en déduire que le colmatage est négligeable.

2° **Clarification et stabilisation** (tableaux IV, V, VI)

a) Les trois vins microfiltrés sur les 4 membranes sont parfaitement clarifiés, la turbidité est très faible comprise entre 0,08 et 0,14 NTU. Pour un même vin, il n'y a pas de différence significative entre les 4 membranes. Ces valeurs sont inférieures à celles obtenues pour des vins embouteillés stérilement (en général 0,30 NTU) avec les méthodes conventionnelles qui mettent en œuvre des plaques stérilisantes ou des membranes.

b) Les quatre membranes assurent une quasi stérilisation des vins, (moins de 1 germe viable pour 200 ml dans le cas du vin rouge) qui sont ici très chargés en microorganismes. Des levures sont dénombrées dans les vins blancs ; il s'agit là de contaminations lors des prélèvements d'échantillons qui n'ont pas toujours pu être réalisés dans des conditions d'aseptie satisfaisante.

c) Les vins blancs microfiltrés sur les 4 membranes sont stables sur le plan protéique. Les teneurs en azote total ne sont pas affectées et ne permettent pas de fournir une interprétation. Par contre, la forte diminution des polysaccharides totaux, surtout après passage des vins sur les membranes D et A, interviennent sans doute dans ce phénomène.

TABLEAU VII

Filtrabilité avant et après microfiltration tangentielle d'un vin blanc issu d'un mélange de moût de bourbes et de presses

	Témoin non filtré	Membrane A	Membrane B	Membrane C	Membrane D
IC	non mesurable	2	1	0	0
ICM	»	2	4	2	0
Vmax (ml)	»	11.886	24.943	∞	∞

d) Les déterminations faites sur le deuxième vin blanc montrent, après microfiltration, des indices de colmatage particulièrement faibles et

des volumes maxima filtrables très élevés (tableau VII) ; ces valeurs n'ont jamais été obtenues avec les procédés classiques de clarification.

3° **Résultats analytiques**

Les résultats (tableaux IV, V et VI) conduisent aux observations suivantes :

a) La densité optique du deuxième vin blanc à 420 nm est fortement diminuée par les microfiltrations comme par la clarification sur plaque.

b) Dans le cas du vin rouge l'intensité colorante, les phénols totaux (D.O. à 280 nm), les teneurs en anthocyanes, en tanins et en polysaccharides totaux sont fortement affectées par la microfiltration tangentielle surtout avec les membranes D et A qui semblent être les plus serrées. Pour la membrane la plus lâche (C) ces valeurs, exceptés les polysaccharides totaux, sont plus élevées que dans le témoin et dans le vin clarifié sur plaque. Cette observation à priori surprenante, peut s'expliquer par le fait que la clarification sur plaque a été réalisée 4 jours après les microfiltrations. Le séjour du vin sur les lies a favorisé la fixation d'une fraction des anthocyanes sur ces dernières et la précipitation d'une partie des tanins. Le phénomène a été accentué pour le témoin, car les analyses ont été effectuées seulement un mois après l'expérimentation à la cave. Toutefois cette interprétation mériterait confirmation.

En tout état de cause, les chiffres expérimentaux montrent que les microfiltrations avec les matériaux les plus serrées, D et A, ont fortement décoloré le vin ; on notera tout particulièrement la spécificité de comportement des différentes membranes. Avec l'élément D qui retient beaucoup d'anthocyanes et de tanins, on observe en outre une diminution de l'anhydride sulfureux et du fer dont une partie est toujours fixée sur ces macromolécules.

c) Les autres éléments de la constitution des vins ne sont pas modifiés.

4° **Dégustations**

Les résultats des examens sensoriels sont donnés sur les tableaux IV, V et VI. Dans le cas du premier vin blanc, il n'existe pas de différences significatives, au sens stastique entre les différents échantillons. Le deuxième vin blanc présente le défaut organoleptique caractéristique des vins de bourbes et de presse ; la microfiltration tangentielle n'apporte pas d'améliorations appréciables. Le vin rouge est fortement décoloré par les membranes D et A, les échantillons correspondants sont les moins bien appréciés. Le vin filtré sur l'élément le moins serré, C, est le mieux jugé ; il est préféré au témoin.

5° D'autres manipulations, non décrites dans cette publication, donnent des résultats identiques. Enfin, il a été montré l'absence de différences

analytiques et gustatives lorsque le pourcentage de concentrat est modifié au cours de la microfiltration tangentielle.

III — DISCUSSION

Les résultats de ces essais suggèrent les observations suivantes.

1° Le colmatage est pratiquement inexistant ; le débit de filtrat demeure constant et voisin de la valeur annoncée par le fabricant.

2° Avec les membranes essayées le pourcentage de concentrat pour les moûts est relativement important, de l'ordre de 26 p. 100. La mise en œuvre de matériau différents, ayant des seuils de coupure plus élevés, devrait permettre de ramener ce chiffre à des valeurs plus faibles avec un niveau de clarification moins poussé, mais suffisant. On sait que la clarification des moûts est nécessaire à la qualité des vins blancs mais aussi qu'elle ralentit la fermentation, d'autant plus qu'elle est importante. Dans ces expériences, la microfiltration sur la membrane C n'a pas trop affecté la fermentescibilité des jus puisqu'il a été possible d'obtenir des vins secs de titres alcoométriques voisins de 11 p. 100 en volume ; cependant on peut émettre des réserves pour des moûts ayant des teneurs en sucres plus élevées (220 g/l par exemple).

3° Dans le cas des vins blancs et rouges n'ayant pas encore subi de soutirage, des microfiltrations ont pu être réalisées aussitôt après l'achèvement des fermentations, avec un pourcentage de concentrat ne dépassant pas 1,6 à 3 p. 100. Il s'agit d'un résultat tout à fait remarquable.

4° Les vins blancs issus des moûts microfiltrés présentent des acidités volatiles un peu plus élevées probablement en raison des plus grandes difficultées de fermentation, leurs teneurs en polysaccharides totaux sont fortement diminuées ; ils sont stables sur le plan protéique. Il n'y a pas de différence organoleptiques avec les vins obtenus par les procédés classiques.

5° Appliquée au vins la technique permet d'obtenir, en une seule opération, à partir de produits très troubles, des vins brillants, quasi stériles.

6° Comme précédemment les vins blancs microfiltrés sont stables vis-à-vis des précipitations protéiques. Cette stabilité est obtenue sans modification de la teneur en azote total. Elle est peut être liée à la diminution appréciable de la teneur en polysaccharides totaux qui constitue une résultat tout à fait remarquable. Une conséquence indirecte doit être l'amélioration de l'efficacité du traitement par le froid à l'égard des précipitations tartriques. Toutefois, l'évolution de ces vins, pauvres en polysaccharides, au cours du vieillissement mériterait d'être étudiée.

7° Une autre observation significative, dans le cas des vins rouges, est la diminution de la teneur en composés phénoliques (anthocyanes et tanins) qui peut être très importante avec certaines membranes. Cette inci-

dence a pour conséquence une modification profonde de la composition chimique et des caractères organoléptiques des vins. Il peut s'agir d'un avantage dans certains cas, par exemple pour affiner les vins de presse en diminuant leur astringence et leur amertume. Parmi les quatre matériaux filtrants étudiés seul l'élément C n'affecte pas trop la constitution chimique du vin ; tout au contraire, en éliminant rapidement les particules en suspension susceptibles d'absorber les anthocyanes et les tanins, on obtient un vin plus riche en composés phénoliques que le témoin conservé un mois sur ses lies.

8° Le principe même de la microfiltration tangentielle n'autorise pas un débit de filtrat important par rapport à la surface filtrante mise en jeu. Le matériel est encombrant, onéreux et la consommation énergétique relativement élevée. Cependant, depuis 1980, des travaux à caractère théorique (BENAIM et MIETTON-PEUCHOT, 1983 ; MIETTON-PEUCHOT et *al.*, 1984) sont en cours, ils devraient déboucher sur des améliorations. De même de nouveaux matériaux filtrants sont actuellement testés en œnologie (GAILLARD, 1983 ; BERGET et MOIROUD, 1983).

9° Lors de l'arrêt de l'appareil, le nettoyage et la stérilisation de celui-ci sont indispensables pour éviter une altération des membranes. Les différents essais ont montré que ces opérations sont laborieuses. Compte tenu du prix d'achat et du coût de fonctionnement relativement élevé des appareils industriels, une solution serait de fonctionner en continu et de procéder à l'opération de nettoyage et de stérilisation une seule fois par semaine. D'après le fabricant, la durée de vie des membranes industrielles assurant la rentabilité d'un appareil d'un débit de 100 hl/ h est de 6 000 h. Il faut donc disposer d'importants volumes de vin à traiter toute l'année.

CONCLUSION

Les essais d'un microfiltre tangentiel pilote, avec quatre membranes différentes, dans une Cave Coopérative de la Gironde au cours de la campagne 1983 débouchent sur des résultats d'un intérêt pratique évident.

Il a été possible d'obtenir en une seule opération, à partir de moûts ou de vins très troubles, des produits brillants quasi stériles et stables sur le plan protéique. Le colmatage des membranes est pratiquement inexistant ; elles sont prévues pour fonctionner sans interruption pendant 6 000 heures.

Dans le cas des vins, le pourcentage de concentrat est faible (inférieur à 3 p. 100). Par contre, il est trop élevé dans le cas des moûts (26 p. 100). L'utilisation de membranes adaptées, devrait pouvoir apporter une solution à ce problème.

Parmi les 4 membranes testées, présentant des seuils de coupure différents, certaines diminuent de façon importante les teneurs en polysac-

charides totaux, en anthocyanes et en tanins des vins rouges. Le choix du matériau filtrant a une incidence sur le résultat de l'opération. Cette question mérite une étude approfondie. En effet ces modifications peuvent éventuellement améliorer la qualité des vins, mais elles peuvent aussi la compromettre.

Compte tenu des difficultées de nettoyage et de stérilisation ce matériel ne se prête pas bien a un fonctionnement séquentiel ; il serait préférable de l'utiliser en continu.

Les appareils actuellement existant sont encombrants, d'un prix d'achat et d'un coût d'utilisation assez élevé. Mais les conditions de leur utilisation sont susceptibles de connaître des améliorations dans leur application au vin, par le choix des matériaux filtrants et la diminution de la consommation énergétique.

Compte tenu de ses nombreuses possibilités, la microfiltration tangentielle est certainement appellée à se développer en œnologie.

Manuscrit reçu le 17 avril 1984 ; accepté pour publication le 28 mai 1984.

RÉSUMÉ

Un filtre tangentiel pilote fabriqué par la Société I D E et 4 membranes différentes ont été testés dans une cave coopérative de la Gironde au cours de la campagne 1983. L'appareil permet d'obtenir, à partir d'un moût ou d'un vin très trouble, un produit brillant, stérile et stable sur le plan protéique. Cependant certaines membranes modifient profondément la structure macromoléculaire des vins (polysaccharides et composés phénoliques) et les caractères organoleptiques des vins rouges.

SUMMARY

A pilot tangential filter made by the Societe I D E and 4 different membranes were tested in a cooperative winery in the Gironde during the 1983 crush. The apparatus can produce, from a must or wine high in suspended solids, a liquid brillantly clear, sterile, and heat (protein) stable. However, certain membranes profoundly modified the macromolecular stucture of wines (polysaccharides and polyphenols) and the organoleptic character of red wines.

ZUSAMMENFASSUNG

Während der Campagne 1983 wurden in einer Winzergenossenschaft der Gironde der Prototyp eines Tangentialfilters der Firma I D E sowie 4 weitere Membranen getestet. Mit diesem Gerät erzielt man auch aus sehr trüben Mosten oder Weinen ein klares, steriles und in Hinsicht auf die Proteine stabiles Erzeugnis. Einige Membrane verändern jedoch durchgreifend die makromolekuläre Struktur des Weines (Polysaccharide und Phenol-Verbindungen) sowie auch bei Rotweinen die geschmacklichen Kennzeichen.

RESUMEN

Durante la campaña vinícola de 1983, una Bodega Cooperativa de la Gironda ha ensayado un filtro tangencial piloto fabricado por la Sociedad IDE y cuatro tipos de membranas filtrantes. La instalación permite obtener, partiendo de un mosto o un vino muy turbio, un producto brillante, esteril y estable frente a quiebras protéicas. No obstante algunas membranas modifican notablemente la estructura macromolecular de los vinos (polisacáridos y compuestos fenólicos) y las características organolépticas de los vinos tintos.

RIASSUNTO

Un filtro tangenziale pilota, fabbricato dalla società I D E e quattro membrani differenti sono state provate in una Cantina Sociale della Gironde durante la vendemmia 1983. Il filtro permette d'ottenere a partire da un mosto o un vino molto torbido, un prodotto brillante, sterile e stabile sul piano proteico.

Tuttavia certe membrane modificano profondemente la struttura macromolecolare dei vini (polisaccardi e composti fenolici) ed i caratteri organolettici dei vini rossi.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BEN AIM R. et MIETTON-PEUCHOT M., 1983. La microfiltration tangentielle des boissons. Communication au Salon International des Techniques et Energies du Futur. Toulouse Octobre 1983.

BERGET J.L. et MOIROUD A., 1983. Filtration dynamique tangentielle sur vins. Compte rendu des travaux de l'I.T.V. 413-414.

BERTRAND A., 1981. Formation des substances volatiles au cours de la fermentation alcoolique. Incidence sur la qualité du vin. Colloque Société Française de Microbiologie. Reims 1981. 251-267.

DESCOUT J.J., BORDIER J.L., LAURENTY J. et GUIMBERTEAU G., 1976. Contribution à l'étude des phénomènes de colmatage lors de la filtration des vins sur filtre écran. *Connaissance Vigne Vin,* **10**, N° 1, 93-123.

DUBOURDIEU D., 1982. Recherches sur les polysaccharides sécrétés par Botrytis Cinerea dans la baie de raisin. *Thèse Doctorat d'Etat ès Sciences.* Université de Bordeaux II.

GAILLARD M., 1980. Critères de mesure de la filtrabilité des vins et d'essais de filtration. Rapport I.T.V. Exercice 1980.

GAILLARD M., 1983. Essais de microfiltration tangentielle de moût de raisin, influence sur la qualité des vins. Compte rendu des travaux de l'I.T.V. 418-420.

GLORIES Y., 1978. La matière colorante du vin rouge. *Thèse Doctorat d'Etat ès Sciences.* Université de Bordeaux II.

HADJINICOLAOU D., 1981. Vinification en blanc sec. Incidence des technologies préfermentaires sur la fermentescibilité des moûts et les qualités organoleptiques des vins. *Thèse 3e cycle,* Université de Bordeaux II.

LAFON-LAFOURCADE S. et JOYEUX A., 1979. Techniques simplifiées pour le dénombrement et l'identification des microorganismes vivants dans les moûts et les vins. *Connaissance Vigne Vin,* **13**, N° 4, 295-309.

MIETTON-PEUCHOT M., MILISIC V. et BEN AIM R., 1984. Microfiltration tangentielle des boissons. Influence des caractéristiques hydrodynamiques. Communication à la Journée d'étude sur l'application des procédés à membrane dans l'agro-alimentaire. Rennes Février 1984.

RIBÉREAU-GAYON P., LAFON-LAFOURCADE S. et BERTRAND A., 1975. Le débourbage des moûts de vendange blanche. *Connaissance Vigne Vin,* **17** N° 2, 117-139.

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

SACHS S.B., GAILLARD M. et CASSIGNARD R., 1983. Application de la filtration tangentielle au traitement des vins. Vignes et Vins N° 320, 23-30.

TOMASSONE R. et FLANZY C., 1977. Présentation synthétique de diverses méthodes d'analyse de données fournies par un jury de dégustateurs. *Ann.Technol. Agric,* **26**, N° 4, 373-418.