Connaissance Vigne Vin, 1983, **17**, N° 2, 137-150.

ESSAI D'UN APPAREIL DE TRAITEMENT DES VINS PAR LE FROID EN CONTINU

(Système Crystal-flow, Alfa-Laval)

J. BLOUIN * et A. DESENNE **

* Chambre d'Agriculture de la Gironde
** Fédération des Centres d'Etudes et d'Informations Œnologiques de la Gironde
13, Rue Foy, 33000 Bordeaux (France)

INTRODUCTION

La prévention des précipitations tartriques par le traitement des vins par le froid est une technique très ancienne qui connaît un renouveau récent très important. Grâce à l'affinement des connaissances des mécanismes de ces précipitations et aux perfectionnements des matériels produisant du froid, on dispose aujourd'hui de plusieurs procédés de stabilisation par stabulation, « par contact » ou en continu adaptés à diverses situations pratiques (volumes à traiter, investissements possibles ...).

Dans ce travail nous étudions l'appareil de traitement en continu « Alfa-Laval - Système Crystal-flow ».

MATERIELS ET METHODES

I. — PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT ET DESCRIPTION SCHEMATIQUE DE L'APPAREIL.

Le procédé « CRYSTAL-FLOW » comprend trois étapes essentielles :

— Refroidissement du vin *au-dessous* de son point de congélation avec intense agitation pour induire la *formation de glace* et de germes de cristaux de sels d'acide tartrique ;

— Grossissement des cristaux par maintien de la suspension homogène constituée par le vin et la glace qui s'y est formée ;

— Fusion des cristaux de glace dans un échangeur à plaques, puis clarification par centrifugation (ou filtration sur plaques dans le cas de l'appareil expérimental utilisé).

Les principaux éléments de l'appareil sont regroupés figure 1.

II. — PROTOCOLE EXPERIMENTAL.

a) Réglage de l'appareil

Dans tous les essais, le vin est amené par gravité dans l'appareil.

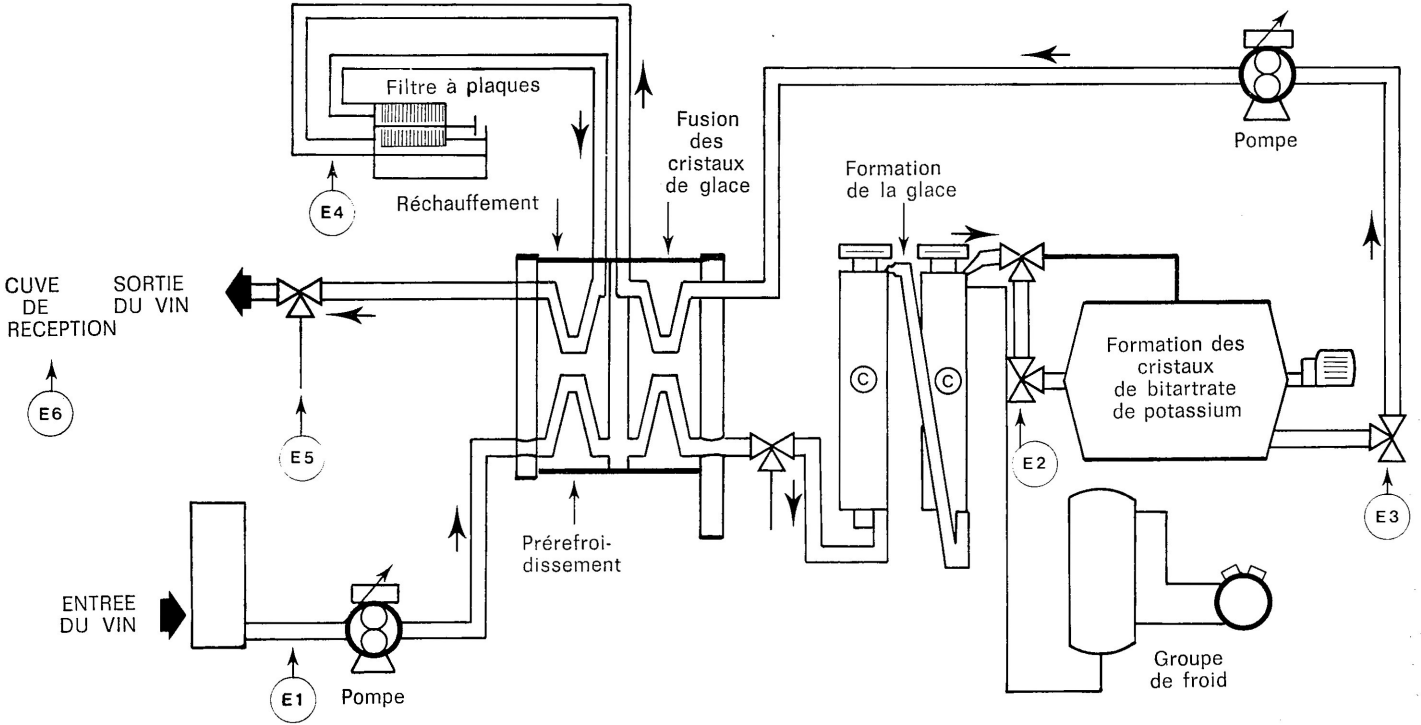


Fig. 1. — Schéma général de l'appareill CRYSTAL-FLOW

Dans un premier temps, on établit un circuit fermé pour obtenir la température d'équilibre et le pourcentage de glace désirés. Pendant cette phase les pompes ont le même débit que pendant la phase suivante de production, soit environ 3 hl/h.

Quand le pourcentage de glace désiré est atteint dans la cuve, environ 10 p. 100, le circuit est ouvert et on passe alors en production. A ce moment, les températures du vin dans les différentes parties de l'appareil sont :

— « Contherm » n° 2 : environ — 6,0 °C (E 2)

— Sortie de la cuve : environ — 5,5 °C (E 3)

— Avant le filtre : environ — 4,5 °C (E 4)

— Après le filtre : environ — 3,0 °C

b) Prélèvement des échantillons.

Pour chaque essai, on effectue six prélèvements : a) avant traitement (E 1) ; b) à la sortie du contherm n° 2 (E 2) ; c) à la sortie de la cuve isotherme (E 3) ; d) avant le filtre (E 4) ; e) après le filtre (E 5) ; f) sur l'ensemble du vin traité (E 6).

Chacun de ces points de prélèvement est indiqué figure 1.

De plus, pour les prélèvements (E 2) (sortie contherm), (E 3) (sortie cuve isotherme), et (E 4) (avant filtre), une partie des vins prélevés est filtrée à froid au laboratoire, sur préfiltre MILLIPORE AP 25.

TABLEAU I

Composition des vins traités

	Vins de table		Vins d'appellation d'origine contrôlée				
	blanc N°1	rouge N°2	Bordeaux N°3	Bordeaux Supérieur N°4	Bordeaux N°5	Côtes du Rhône N°6	Rosé d'Anjou N°7
Titre alcoométrique (% vol.)	11,5	11,4	11,8	12,3	12,1	12,5	10,8
Acidité totale (gH_2SO_4 par l)	4,15	3,10	3,40	3,60	3,05	3,30	3,10
SO_2 libre (mg/l)	33	7	12	9	8	5	46

c) Vins traités

Les essais sont effectués sur sept vins différents : un vin blanc de table, un vin rosé (Anjou A.O.C.), un vin rouge de table et quatre vins rouges A.O.C. : deux Bordeaux, un Bordeaux supérieur et un Côtes du Rhône. L'analyse sommaire de ces vins est donnée tableau I.

d) Méthodes analytiques, calculs et essais de tenue.

L'acide tartrique est déterminé par la méthode colorimétrique de REBELEIN modifiée par VIDAL et BLOUIN (1978).

Le potassium et le calcium sont dosés par spectrométrie d'absorption atomique.

Le pH est mesuré avec une électrode de verre.

Les calculs des produits de concentration des ions bitartrate et potassium et des ions tartrate et calcium sont effectués en utilisant les constantes de dissociation proposées par BERG, soit $K_1 = 9{,}198 \times 10^{-4}$ et $K_2 = 5{,}702 \times 10^{-5}$. Le taux de bitartrate de potassium est calculé à partir du produit de concentration des ions bitartrate et potassium (CP) et du poids moléculaire du bitratrate de potassium (PM = 188), soit : bitartrate de potassium (g/l) $= \sqrt{CP \times 188}$.

Les vins traités ont subi un essai de tenue au froid. Après enrichissement de 1 p. 100 d'alcool, les vins sont maintenus pendant deux mois à une température d'environ — 5 °C.

e) Essais complémentaires.

— Traitement par contact

Dans le but de comparer le système « Crystal Flow » à d'autres traitements, chacun des vins a subi deux traitements par contact au laboratoire, dans des conditions déterminées pour assurer la stabilisation maximale théorique.

Dans le premier essai, chaque vin, après ensemencement avec 4 g de bitartrate de potassium par litre, est maintenu sous agitation à une température voisine de — 4 °C pendant 4 heures.

Dans un deuxième essai, le vin issu du Crystal-Flow est filtré sur membrane (pores 0,45 µm) et subit le même traitement que ci-dessus.

RESULTATS

Pour chaque vin étudié on a effectué de nombreuses analyses. Dans le tableau II nous donnons, à titre d'exemple, la totalité des résultats obtenus pour le vin de table rouge. Pour faciliter la lecture des résultats, nous ne donnons pour les autres vins que les résultats présentant un réel intérêt (tableau III).

I. — EVOLUTION DES TENEURS EN ACIDE TARTRIQUE, POTASSIUM ET DE LA VALEUR DES PRODUITS DE CONCENTRATION.

a) Interprétation graphique.

TABLEAU II

Résultats des mesures effectuées sur la totalité des échantillons prélevés aux différents stades du traitement

(cas de vin N° 2)

Stades du traitement	Acide tartrique (g/l)	Potassium (mg/l)	Calcium (mg/l)	pH	CP ($x10^5$)	CCa ($x10^7$)
Avant traitement	2,15	910	96	3,37	21,0	28,7
Sortir contherm 2	2,15	930	96	3,37	21,4	28,7
Sortie contherm 2 (filtré AP 25)	2,20	912	95	3,36	21,4	28,3
Sortie Crystal-Flow	2,05	853	98	3,35	18,5	26,5
Sortie Crystal-Flow (filtré AP 25)	1,95	855	96	3,35	17,7	24,7
Avant filtre	2,0	887	99	3,36	18,9	26,8
Avant filtre (filtré sur AP 25)	1,95	871	95	3,35	17,8	24,4
Après filtre	2,0	840	96	3,35	17,8	25,3
Ensemble traité	1,90	820	95	3,35	16,5	23,7
Contact sur traité par Crystal-Flow	1,5	800	95	3,31	12,4	16,7
Contact "labo" n° 1	1,75	870	108	3,35	16,1	24,9
Contact "labo" n° 2 après 0,45 m	1,7	820	110	3,40	15,1	28,3

TABLEAU III

Résultats des mesures principales pour les sept vins traités

Stades de traitement	Acide tartrique (g/l)	Potassium (mg/l)	Calcium (mg/l)	pH	CP ($\times 10^5$)	CCa ($\times 10^7$)
Vin N° 1 : vin blanc de table						
1 - Avant traitement	1,75	670	142	3,12	10,5	16,3
2 - Sortie contherm 2	1,75	700	137	3,12	11,0	15,8
3 - Sortie "Crystal-Flow"	1,8	721	140	3,13	11,8	17,15
4 - Ensemble traité	1,75	700	136	3,12	11,0	15,6
5 - Après "contact"	1,75	590	144	3,19	7,0	14,7
Vin N° 2 : vin rouge de table						
1 - Avant traitement	2,15	910	96	3,37	21,0	28,7
2 - Sortie contherm 2	2,2	912	95	3,36	21,4	28,3
3 - Sortie "Crystal-Flow"	1,95	855	96	3,35	17,7	24,7
4 - Ensemble traité	1,9	820	95	3,35	16,5	23,7
5 - Après "contact"	1,7	820	110	3,40	15,1	28,3
Vin N° 3 : Bordeaux AL. NV						
1 - Avant traitement	2,4	900	88	3,38	23,2	30,2
2 - Sortie contherm 2	2,35	865	78	3,38	21,8	26,3
3 - Sortie "Crystal-Flow"	2,10	780	81	3,38	17,6	24,4
4 - Ensemble traité	2,10	800	81	3,37	18,0	24,4
5 - Après "contact"	1,6	790	88	3,35	13,4	18,5
Vin N° 4 : Bordeaux supérieur						
1 - Avant traitement	2,6	660	90	3,26	17,2	23,8
2 - Sortie contherm 2	2,5	675	90	3,26	16,9	22,8
3 - Sortie "Crystal-Flow"	2,25	595	90	3,24	13,3	19,4
4 - Ensemble traité	2,15	600	91	3,25	12,9	19,3
5 - Après "contact"	2,0	560	89	3,40	12,1	26,9
Vin N° 5 : Bordeaux rouge						
1 - Avant traitement	1,5	1045	107	3,62	17,9	42,4
2 - Sortie contherm 2	1,45	1050	107	3,61	17,3	40,0
3 - Sortie "Crystal-Flow"	1,30	953	107	3,62	14,1	36,8
4 - Ensemble traité	1,20	918	108	3,59	12,5	31,9
5 - Après "contact"	0,95	909	110	3,64	9,8	28,9
Vin N° 6 : Côtes du Rhône 1980						
1 - Avant traitement	2,75	845	78	3,39	25,0	31,6
2 - Sortie contherm 2	2,5	800	75	3,36	21,3	25,4
3 - Sortie "Crystal-Flow"	2,05	680	80	3,35	14,8	21,6
4 - Ensemble traité	2,15	690	79	3,35	15,7	22,4
5 - Après "contact"	2,0	637	95	3,35	13,5	25,0
Vin N° 7 : Rosé d'Anjou						
1 - Avant traitement	1,55	720	160	2,99	8,8	10,6
3 - Sortie "Crystal-Flow"	1,55	748	163	2,99	9,1	10,8
4 - Ensemble traité	1,61	770	173	3,00	9,8	12,2
5 - Après "contact"	1,25	630	180	3,10	6,9	13,9

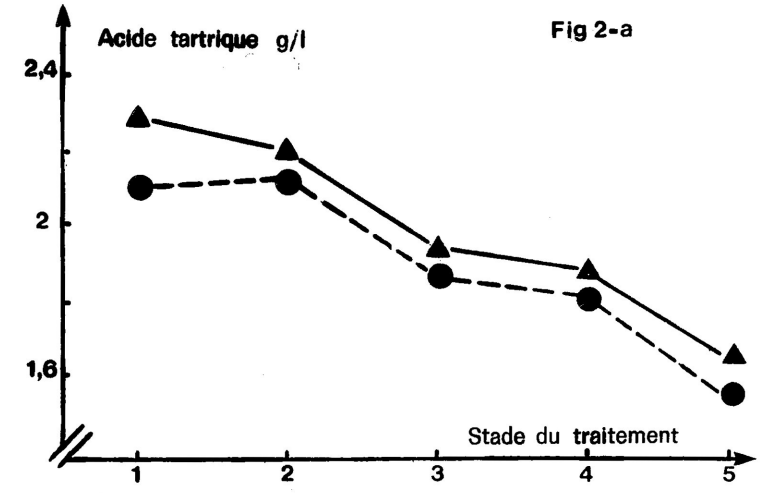


Fig 2-a

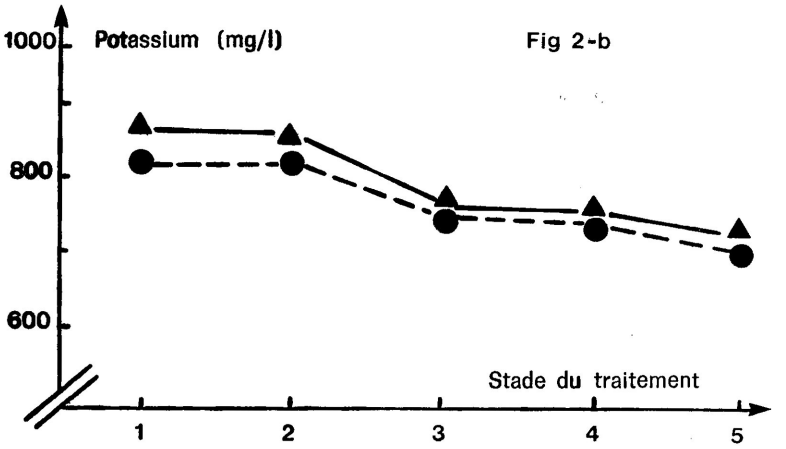


Fig 2-b

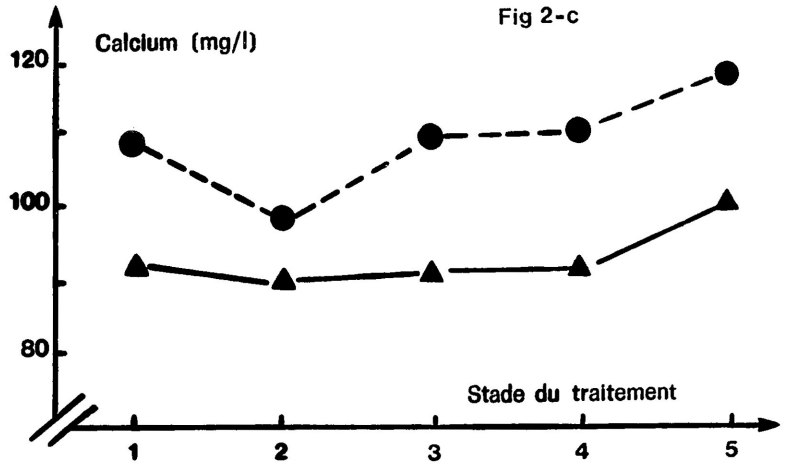


Fig 2-c

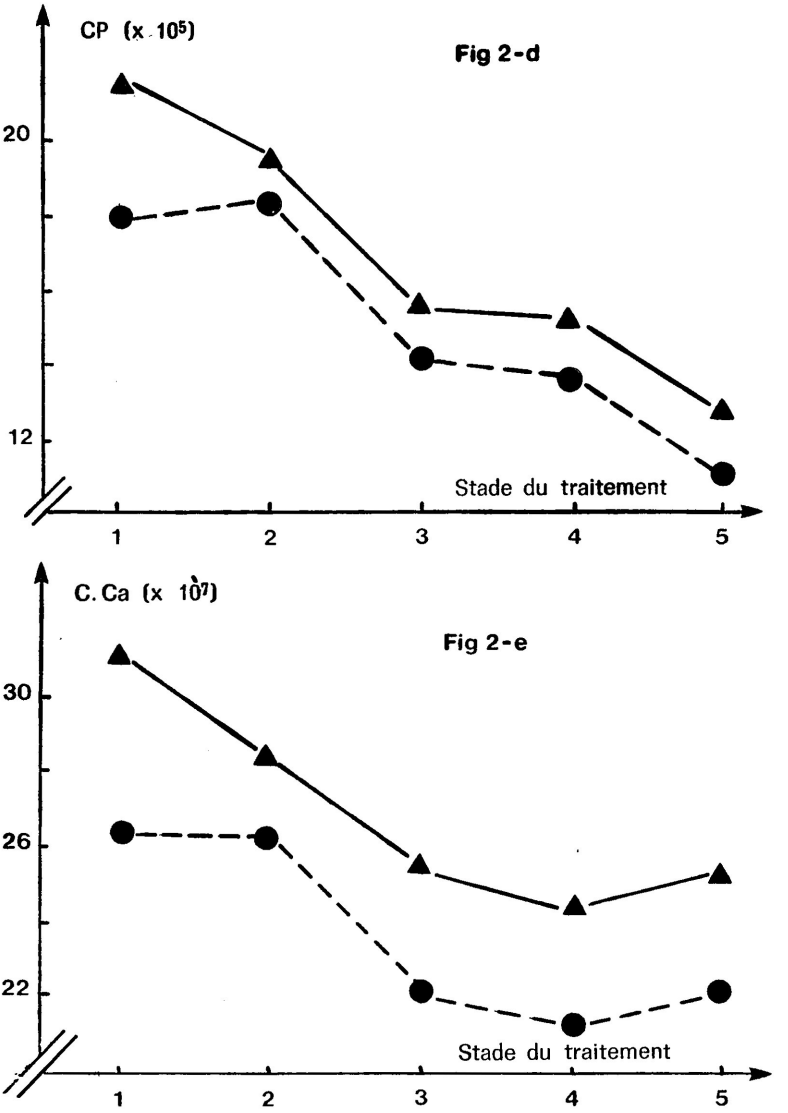


Fig. 2-a, b, c, d et e. — Evolution de la teneur moyenne en certains éléments en cours de traitement

Ensemble des vins

Vins rouges

1. Témoin ; 2. Sortie Contherm n° 2 ; 3. Sortie Crystal-Flow ; 4. Ensemble traitée ; 5. Après « traitement contact » en laboratoire.

Les figures nos 2 et 3 montrent l'évolution des principaux éléments dosés au cours du traitement, pour l'ensemble des sept vins ou des seuls cinq vins rouges.

On observe, du premier au cinquième traitement, une baisse des teneurs en acide tartrique et en potassium ; elle varie de 26 à 15 p. 100,

elle est particulièrement sensible dans la cuve de stabulation (différence entre stade 2 et stade 3) et par « contact » (différence entre stades 4 et 5).

La variation moyenne du produit de concentration des ions bitartrate et potassium est beaucoup plus sensible que celles du potassium ou de l'acide tartrique : environ moins 40 p. 100.

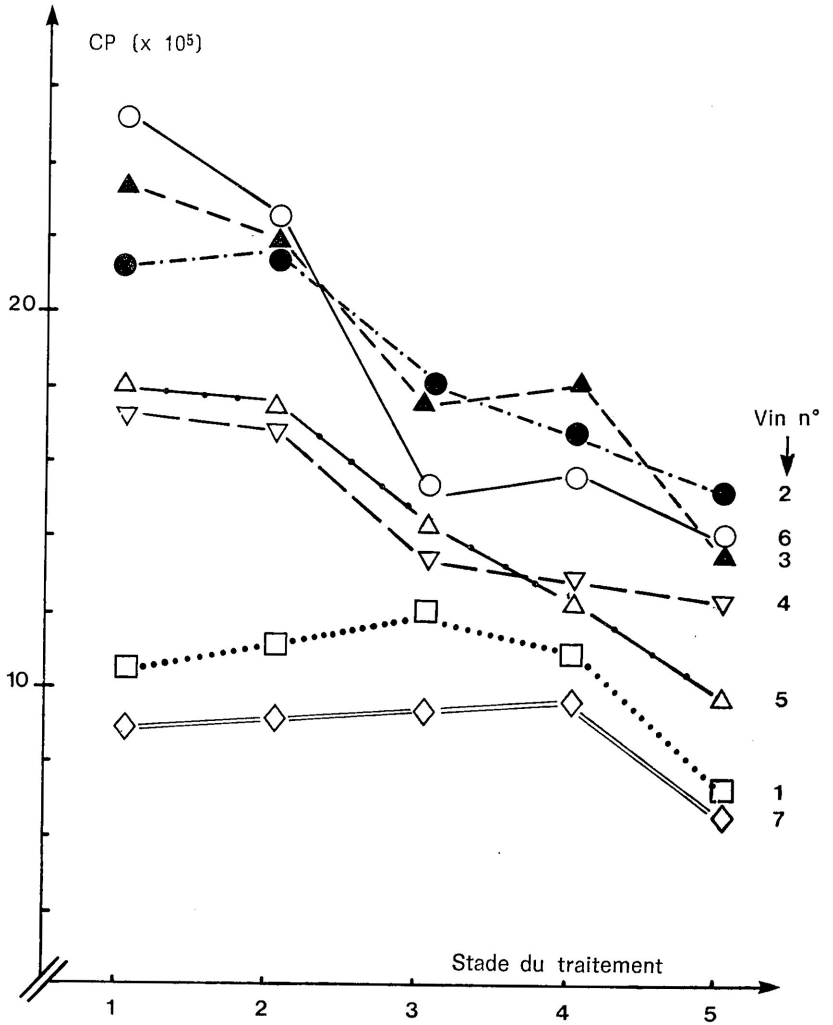


Fig. 3. — Evolution du CP des 7 vins au cours du traitement
1. Témoin ; 2. Sortie Contherm n° 2 ; 3. Sortie Crystal-Flow ; 4. Ensemble traitée ; 5. Après « traitement contact » en laboratoire.

Par contre, le taux de calcium et le produit de concentration des ions tartrate et calcium n'évoluent guère, sauf une petite augmentation difficile à expliquer après traitement par contact.

TABLEAU IV

Analyse de la variance du CP pour traitement Crystal-flow (5 vins rouges)

Variation	Sommes des carrés	ddl	Carrés moyens	F		Signification
				observé	limite	
Total	235,1	19				
Entre vins	89,0	4	22,3	15,4		
Entre traitements	128,0	3	42,7	29,5	1 % 11,6	+++
Interaction	2,2	1	2,2	1,5	5 % 4, 84	NS
Résiduelle	15,9	11	1,4			

b) Interprétation statistique.

La moyenne des résultats pour les différents vins est la suivante :

	CP moyen ($\times 10^5$)	Bitartrate de potassium (g/l)
Vin témoin	20,9	2,72
Sortie « contherm »	19,8	2,65
Sortie cuve isotherme	15,5	2,34
Ensemble traité	15,1	2,31
Traitement contact sans filtration	13,4	2,18
Traitement contact avec filtration	12,6	2,11

On effectue une analyse de la variance à deux voies et une répétition (un résultat par vin et par traitement), avec test d'additivité de Tukey, pour les valeurs du produit de concentration des ions bitartrate et potassium des cinq vins rouges (n° 2 à n° 6). L'analyse de variance du CP est donnée tableau IV.

Malgré l'existence d'un important « effet bloc » (différence entre vins dont les valeurs du produit de concentration des ions bitartrate et potassium moyennes varient de 13,6 à 18,2) et en l'absence d'interaction (F. interaction non significatif), on observe un « *effet traitement* » *très hautement significatif.*

II. — COMPARAISON ENTRE LES TRAITEMENTS « CRYSTAL-FLOW » ET CONTACT.

On compare les échantillons correspondants au traitement « CRYSTAL-FLOW » au vin traité « par contact » avant ou après filtration sur membrane à pores 0,45 µm, soit en tout six traitements.

L'analyse de variance du CP est donnée tableau V.

TABLEAU V

Analyse de la variance du CP par traitement Crystal-flow et Contact (5 vins rouges)

Variation	Sommes des carrés	ddl	Carrés moyens	F		Signification
				observé	limite	
Total	451,4	29				
Entre vins	138,9	4	34,7	24,1		
Entre traitements	204,6	5	56,9	39,5	1 % 6,6	+++
Interaction	0,6	1	0,6	0,4	5 % 4,4	
Résiduelle	272,0	19	1,4			

Comme précédemment, il y a un *effet traitement très hautement significatif.*

L'analyse statistique plus fine (ppds, test de Newman et Keuls, méthode des contrastes) montre qu'il y a différence significative entre (1 — 2, 3 — 4) et (5 — 6) : le traitement « Crystal-Flow » a un effet très net (CP = 15,1), encore amélioré par le procédé « contact » (CP = 12,6 à 13,4).

REMARQUES

1. — L'analyse statistique des teneurs en acide tartrique et potassium (tableau VI) ne fait apparaître que des différences non significatives. C'est encore plus net pour le calcium et le produit de concentration des ions tartrate et calcium.

2. — Les variations pour le vin n° 1 (blanc) et le vin n° 7 (rosé) ne peuvent être considérées qu'isolément : elles vont dans le même sens que l'ensemble des vins rouges.

c) Essais de tenue au froid.

Après enrichissement de 1 p. 100 d'alcool et deux mois de séjour à — 4/— 5 °C, les vins sont restés limpides, à l'œil, sauf un très léger dépôt marron clair sur les vins n° 1 et n° 7, identifié comme levures et consécutif à un sulfitage insuffisant pour cet essai de tenue.

Après filtration de toute la bouteille conservée au froid (375 ml) sur membrane à pores de 0,45 µm, l'examen microscopique du léger dépôt collecté montre :

— vin n° 1 : levures.

— vin n° 2 : matière colorante plus quelques rares cristaux, levures et bactéries.

— vin n° 3 : presque exclusivement de la matière colorante.

— vin n° 4 : cristaux et matière colorante.

— vin n° 5 : quelques agglomérats de petits cristaux plus matière colorante.

— vin n° 6 : beaucoup de matière colorante plus quelques rares cristaux.

— vin n° 7 : levures.

Ces dépôts sont cependant très faibles et observables seulement après collecte sur une membrane à pores très fins. Ils sont techniquement négligeables.

d) Filtrabilité.

On apprécie la filtrabilité par mesure de l' « indice de colmatage » (pores 0,45 µm, pression 2 bar, calculs selon J. LAURENTY) ou par le rapport durée filtration vin traité/durée filtration vin témoin pour un même volume filtré, généralement égal au volume colmatant pour le vin témoin. Le vin sortant du Crystal-flow était préalablement débarrassé des cristaux par sédimentation à froid. Si pour le vin témoin on prend la valeur 100 comme indice de filtrabilité à la sortie du crystal-flow, les indices de filtrabilité sont 160 pour le vin N° 1, 310 pour le vin N°3, 290 pour le vin N° 4, 650 pour le vin N° 5 et 190 pour le vin N° 7. Dans tous les cas, il y a une sensible amélioration de la filtrabilité des vins par le traitement « Crystal Flow ».

e) Dégustation.

Les sept vins ont été dégustés en test triangulaire, comprenant vin « témoin » et « ensemble traité », par cinq dégustateurs.

Il n'a pu être mis en évidence aucune différence particulière (Test de Kramer) sauf une légère oxydation pour 2 vins insuffisamment sulfités pour des manipulations importantes liées au petit débit de l'appareil expérimental mis en œuvre.

CONCLUSION

L'appareil « CRYSTAL-FLOW », utilisé ici, n'était pas conçu pour des études mécaniques ou thermiques approfondies (rendements, puissances mises en jeu ...) mais il a permis une bonne observation œnologique sur sept vins assez différents pour autoriser d'utiles conclusions pratiques.

— Le fonctionnement en continu est très pratique. Après la mise en route, il est automatique, sans réel problème mécanique. L'installation est bien conçue. Le réglage, le nettoyage et la désinfection sont faciles.

— Le traitement à l'aide du « Crystal-Flow » entraîne une réduction sensible du taux de bitartrate de potassium. Le produit de concen-

tration moyen des ions bitartrate et potassium passe de 20,9, avant traitement, à 15,1 après traitement.

La chute de bitartrate est amorcée dans les réfrigérants « Conterm » mais se développe surtout dans la cuve isotherme à agitation.

— Un traitement ultérieur « par contact » entraîne une nouvelle réduction du taux de bitartrate, particulièrement si le vin a été filtré « très serré » sur membrane à pores de 0,45 µm. Remarquons cependant que les valeurs observées ici, sur cinq vins rouges, sont très nettement supérieures aux valeurs limites habituellement observées (CP de 12,6 contre 6 à 8 habituellement, soit 2,3 g de bitartrate par litre contre 1,4 à 1,68).

Dans le cas d'appareil industriel séparant à l'aide d'une centrifugeuse les cristaux formés, il est possible de recycler ces cristaux pour les injecter dans le circuit du vin à traiter et obtenir ainsi une cristallisation plus rapide et plus efficace.

— Les variations du taux de calcium, comme pour tous les autres traitements des vins par le froid, essayés à ce jour, sont sans signification pratique.

— Les vins obtenus en sortie du « Crystal Flow » restent pratiquement stables deux mois à — 4/— 5 °C, après enrichissement de 1 p. 100 d'alcool. On peut les considérer comme « techniquement stables ».

— Les effets secondaires sont une sensible amélioration de la filtrabilité et l'absence de modifications gustatives imputables au traitement. Les éventuelles précipitations de matière colorante ne sont pas supprimées.

EN RESUME, les résultats obtenus ici montrent que le « Crystal Flow » permet une réduction significative du taux de bitartrate de potassium qui reste cependant nettement supérieur à celui observé par traitement par contact et aux valeurs limites habituellement constatées. Les vins obtenus semblent cependant d'une stabilité tartrique pratique suffisante.

Ce système original (formation volontaire de glace pour élever momentanément le titre alcoométrique du vin traité), mécaniquement bien conçu, bien construit, de réglage et d'entretien faciles est susceptible de rendre d'utiles services si sa rentabilité se révèle satisfaisante dans les conditions d'emploi de l'entreprise souhaitant l'acquérir.

Remerciements

Les auteurs remercient la Société LICHINE (Bordeaux), M. LEON et Mlle JANIN, pour les vins mis à leur disposition et les excellentes conditions de travail qu'ils leur ont fournies.

Manuscrit reçu le 15 octobre 1982, accepté pour publication le 30 mars 1983.

RESUME

Les essais conduits avec le système ALFA-LAVAL - CRYSTAL-FLOW de traitement des vins par le froid en continu pour provoquer leur stabilisation tartrique ont montré que cet appareil avait un bon fonctionnement mécanique et thermique et qu'il conduisait à une très sensible diminution des traces de bitartrate de potassium en solution. Les vins traités sont stables en froid et ne présentent pas d'évolutions secondaires parasites.

SUMMARY

Trials concerning stabilization of the wine against tartaric precipitations using a continuons cooling equipment (Alfa-Laval - Crystal-Flow) are described. Operating conditions about mechanical and thermic aspects are correct and consequences are a large decrease of solubilized potassium bitartrate elements. Treated wines are stable when cooled and have no undesirable further evolution.

RESUMEN

Los ensayos realizados con el sistema ALFA-LAVAL - CRYSTAL-FLOW de tratamiento de los vinos por frio, en continuo a fin de lograr su estabilización respecto al tartárico, han mostrado que este aparato tiene un buen funcionamiento mecánico y técnico y que procura una disminución muy sensible del bitartrato potásico disuelto. Los vinos tratados son estables al frio y no presentan evoluciones parásitas secundarias.

RIASSUNTO

Le prove condotte col sistema ALFA-LAVAL - CRYSTAL-FLOW di trattamento dei vini col freddo in continuo per incitare la loro stabilizzazione tartarica, hanno mostrato che questo apparecchio aveva un buon funzionamento mecanico et termico e dava una diminuzione molto sensibile delle traccie di bitartrato di potassio in soluzione. I vini trattati sono stabili in freddo e non presentono evoluzioni secondarie parasiti.