APPLICATIONS DES MESURES DE LA LIMPIDITE AUX DIFFERENTES METHODES DE CLARIFICATION DES VINS

J.L. MANDRAU
Institut d'Œnologie - Université de Bordeaux II
351, cours de la Libération, 33405 Talence (France)

I. — MESURE DE LA LIMPIDITE APPLIQUEE A LA CENTRIFUGATION.

La centrifugation est une technique surtout appliquée en préclarification sur des vins assez troubles, pour faciliter les opérations de collage et augmenter la longueur des cycles de filtration. Elle est aussi utilisée pour débourber rapidement et efficacement les moûts ainsi que pour « délevurer » les vins en fin de fermentation, afin d'accroître leur stabilité pendant la conservation.

A. — PRINCIPE DE LA CENTRIFUGATION.

Dans le cas d'une clarification spontanée, les particules sont seulement soumises à l'action de la pesanteur, la vitesse de chute obéit à la loi de Stokes :

$$v = \frac{1}{18} \frac{(\rho_1 - \rho_2)}{\eta} \cdot g.d^2$$

ρ_1 et ρ_2 sont respectivement les masses volumiques de la particule et du liquide, g est l'accélération de la pensanteur et d le diamètre de la particule.

La centrifugation a pour conséquence de multiplier considérablement la pesanteur g qui est remplacée par l'accélération ω_2 r. ω est la vitesse de rotation de la centrifugeuse et r la distance entre la particule et l'axe de rotation. La particule qui, dans le cas de la sédimentation naturelle, était uniquement soumise à l'action de son propre poids, subit l'action d'une force centrifuge plusieurs milliers de fois supérieure, ce qui multiplie sa vitesse de chute du même facteur.

D'autre part, les centrifugeuses sont construites de telle manière que la distance de chute soit très faible, ainsi on réalise en quelques

secondes une séparation qui demanderait plusieurs jours ou plusieurs semaines pour se faire spontanément. Il faut noter cependant que la vitesse de chute est proportionnelle au carré du diamètre de la particule, si l'élimination de grosses particules levures est importantes, on peut prévoir qu'elle décroîtra au fur et à mesure que la taille des particules diminuera, jusqu'à devenir nulle pour des particules de très petites tailles.

B. — RESULTATS D'ESSAIS DE CENTRIFUGATION.

Les contrôles que nous avons pu faire au cours de centrifugations industrielles illustrent assez bien les remarques théoriques. Les essais ont été effectués avec une centrifugeuses Westfalia ; la vitesse de rotation est fixée à 4 500 tours minutes ; seul le débit est variable.

TABLEAU I

Mesure de la turbidité et nombre de levures en fonction du débit de la centrifugeuse

Débit de la centrifugeuse (hl/l)	Turbidité (mg de silice par l)	Nombre de levures par ml
avant centrifugation	1200	6.000.000
30	56	134
45	80	180
60	100	1.800
75	124	4.400

Dans le tableau I, nous avons rassemblé les résultats obtenus pour un vin jeune fortement chargé en levures ; la première remarque que l'on peut faire c'est que 99,93 p. 100 des levures sont éliminés, même pour le débit le plus élevé de 75 hl par heure ; par contre, la turbidité a seulement été divisée par dix ; cela tient au fait que de nombreuses petites particules sont restées en suspension dans le vin.

Le tableau II montre bien l'élimination préférentielle des particules en fonction de leur taille. Dans cet essai avant centrifugation, le vin a déjà subi une clarification naturelle comme le montre une turbidité relativement faible et un nombre de grosses particules assez réduit. Sur un tel vin, la centrifugation (4 500 tours par minutes ; débit 45 hl par

heure) a éliminé environ deux tiers des plus grosses particules (diamètre supérieur à 2,8 micromètres), et seulement la moitié des plus petites ; en outre, la diminution de turbidité est seulement de 20 p. 100 ce qui laisse supposer que l'élimination des petites particules, dont le diamètre est inférieur à 1,40 micromètre, est encore plus faible.

TABLEAU II

Nombre de particules et de levures dans un vin avant et après centrifugation

Diamètre des particules (micromètres)	Nombre de particules	
	avant centrifugation	après centrifugation
4,4	16.000	5.000
3,5	109.000	36.000
2,8	336.000	124.000
2,2	676.000	332.000
1,75	1.190.000	682.000
1,40	4.018.000	1.950.000
Nombre de levures par ml	120	20
Turbidité (mg de silice par l)	68	54

Lorsque la centrifugation est effectuée sur un vin qui n'est pas très trouble, elle présente assez peu d'intérêt, quel que soit le débit adopté, car le gain de limpidité est faible (tableau III). Pour un vin dont les grosses particules ont été déjà fortement éliminées par sédimentation naturelle, même si le débit de la centrifugeuse est faible, la turbidité reste relativement élevée (tableau III).

Si la centrifugation apparaît comme une opération valable pour la préclarification des vins très troubles, principalement des vins jeunes très chargés en levures, elle ne peut pas permettre d'obtenir une clarification poussée jusqu'à la limpidité suffisante pour la mise en bouteilles. Dans la plus part des cas, elle ne peut même pas éviter une filtration sur Kieselguhr avant la filtration sur plaque de cellulose-amiante, sinon le rendement de cette dernière serait trop faible par suite d'un colmatage rapide des plaques filtrantes.

II. — MESURE DE LA LIMPIDITE APPLIQUEE A LA FILTRATION.

La filtration est une technique de clarification du vin relativement récente, du moins dans son utilisation courante ; RIBEREAU - GAYON (1955) note que la filtration s'est considérablement répandue dans ces dernières décades, alors qu'au début du siècle elle n'était pratiquement pas employée. C'est LABORDE (1905) qui a fait connaître le premier les avantages de la filtration sur terre d'infusoires. Il n'est plus concevable, à l'heure actuelle, de mettre du vin en bouteilles sans l'avoir au préalable filtré ; ce que l'on demande en premier lieu à la filtration, c'est d'assurer une bonne limpidité au vin ; elle peut même procurer la stabilité microbiologique en éliminant la totalité des microorganismes. Cependant, il ne faut pas attendre de la filtration une solution à tous les problèmes posés par les vins troubles.

TABLEAU III

Turbidité d'un vin en fonction du débit de la centrifugeuse

Débit de la centrifugeuse (hl/l)	Turbidité (mg de silice par l)
avant centrifugation	184
30	23
45	30
60	36
75	41
100	46

A. — PRINCIPES GENERAUX DE LA FILTRATION.

1. Les mécanismes de la filtration.

Nous rappellerons simplement ici les grandes lignes des mécanismes de la filtration. Celle-ci procède de deux principes fondamentaux : l'effet de tamisage et l'adsorption.

L'effet de tamisage est basé sur le fait que toutes les particules dont la taille dépasse la dimension des mailles du filtre sont retenues ; il en résulte que les particules dont le diamètre est inférieur à celui des pores du filtre peuvent en général le traverser sans être retenues ; par contre, les particules plus grosses obstruent les pores, ce qui entraîne un colmatage rapide et un faible rendement de la filtration tamisante ;

cependant, si le filtre a une certaine épaisseur, la particule peut ne pas être arrêtée à la surface mais à l'intérieur de la masse filtrantre lorsqu'elle rencontre un passage resserré ; on peut ainsi augmenter très sensiblement le rendement de la filtration tamisante.

L'effet d'adsorption peut retenir des particules dont la taille est bien inférieure aux dimensions des mailles du filtre ; la matière filtrante retient les particules par une véritable attraction. Les lois physiques de l'électrostatique qui régissent les phénomènes d'adsorption sont très complexes ; elles dépendent principalement de la structure moléculaire tant de la matière filtrante que de la particule. Lorsque la capacité d'adsorption de la masse filtrante est saturée, les particules ne sont plus arrêtées et le liquide coule trouble. Il est important de noter que si une particule est soumise à cette force d'adsorption, elle est aussi sous l'action de la force de frottement du liquide en mouvement à travers le filtre ; pour que la particule reste adsorbée, il faut que cette force de frottement reste inférieure à l'adsorption afin que la particule ne soit pas « décollée » ; il faut donc que la vitesse du liquide à travers la couche filtrante reste inférieure à une valeur déterminée, ce qui revient à limiter le débit.

TABLEAU IV

DEBIT EN EAU DES PLAQUES FILTRANTES SEITZ
UTILISEES POUR LA FILTRATION DES VINS.

Mesures effectuées sous une pression de 200 millibars sur un disque de 16 cm^2 et à une température de 20 °C.

Référence de la plaque	Débit : Litres par heure et par mètre carré
K_0	41.850
K_1	19.950
K_2	12.375
K_3	4.950
K_5	3.000
K_7	863
K_{10}	630
EK	465

Dans la pratique, la filtration est en général le résultat des deux phénomènes conjugués, sans que l'on puisse déterminer avec exactitude le rôle respectif de chacun d'eux.

2. **Débit d'un filtre.**

Il ne suffit pas qu'une couche filtrante arrête une certaine quantité de particules pour présenter un intérêt sur le plan pratique, il faut aussi qu'elle permette un débit suffisant, compte tenu de certains impératifs économiques. Il n'existe pas de formule mathématique qui permettre de calculer exactement le débit d'un filtre, mais on peut, par certaines approximations, tenter une approche du problème. Il est commode de considérer une couche filtrante comme la somme d'une multitude de tubes capillaires ; dans ce cas, la loi de Poiseuille donne le débit dans chaque tube en fonction de plusieurs paramètres. Soit V le débit, c'est-à-dire le volume de liquide écoulé dans l'unité de temps, H la pression à laquelle est soumise le liquide, L la longueur du tube capillaire et d son diamètre ; on a alors la relation suivante :

$$V = \frac{c}{v} H \frac{d^4}{L}$$

c étant une constante et v la viscosité du liquide.

Examinons l'influence que chacun de ces paramètres peut avoir sur la filtration des vins.

a) L'épaisseur de la couche filtrante : dans le cas d'une masse filtrante, il ne s'agit pas à proprement parler de la longueur de canaux réguliers, mais de l'épaisseur de la couche filtrante. DUCLAUX avait établi que le débit est inversement proportionnel à l'épaisseur de la couche filtrante. Ainsi, dans le cas de la filtration du Kieselguhr à alluvionnage continu, lorsque l'épaisseur de la couche filtrante augmente. tous les autres paramètres restant constants par ailleurs, le débit diminue.

b) Le diamètre des canalicules : d'après la formule de Poiseuille, le débit diminue très vite lorsque le diamètre des canalicules diminue ; c'est ce que l'on observe dans la pratique. Ainsi le diamètre des canalicules d'une couche filtrante de Kieselguhr dépend de la taille des particules de silice ; plus elles sont petites et plus le diamètre des canalicules est faible ; dans les plaques filtrantes de cellulose-amiante, la taille des pores varie en fonction du tassement, de l'orientation des fibres et des quantités respectives de fibres de cellulose et de fibres d'amiante. Le tableau IV donne le débit en eau de plaques filtrantes de cellulose-amiante Seitz de plus en plus serrées.

Les plaques à gros débits K_0, K_1, K_2 et K_3 sont surtout utilisées en filtration dégrossissante, celles à débits moyens K_5, K_7 et K_{10} en filtration clarifiante ; seule la plaque EK arrête tous les microorganismes, les bactéries aussi bien que les levures ; elle est dite stérilisante.

c) La pression : que la couche filtrante soit du Kieselguhr ou une plaque filtrante de cellulose-amiante, le débit est à peu près proportionnel à la pression, du moins tant que celle-ci n'est pas trop importante ; lorsque la pression dépasse 1 bar environ, il y a tassement de la couche filtrante qui augmente avec la pression, ce qui a pour effet de diminuer le diamètre des pores ; par conséquent le débit n'est plus proportionnel à la pression.

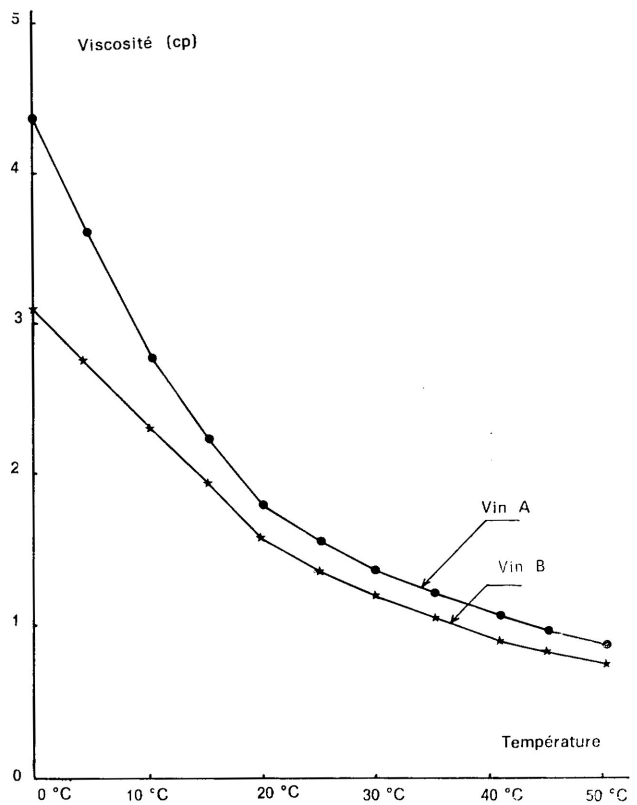


Fig. 1. — Viscosité de deux vins blancs en fonction de la température.

d) La viscosité du liquide : le débit d'un filtre est sensiblement inversement proportionnel à la viscosité du liquide. La viscosité du vin dépend de plusieurs facteurs qui sont surtout le degré alcoolique, la richesse en sucre et la température.

Les mesures de viscosité que nous avons effectuées sur un grand nombre d'échantillons de vins nous donnent les valeurs extrêmes de 1,48 et 2,35 centipoises.

La figure 1 montre que la température du liquide a une influence sur la viscosité qui apparaît plus importante que la richesse en sucre ou le degré alcoolique. Le vin A est un vin blanc liquoreux et le vin B un vin blanc sec ; la viscosité augmente vite aux basses températures, surtout pour le vin A qui est un vin beaucoup plus riche en matières mucilagineuses que le vin B.

Dans le tableau V, nous avons consigné les débits d'une même plaque filtrante pour un vin dont on a fait varier la viscosité par des additions de glycérine.

TABLEAU V

Débit d'une plaque filtrante K10 en fonction de la viscosité du vin

Surface filtrant 16 cm^2 ; pression 1 bar.
La viscosité mesurée à 20 °C est exprimée en centipoises (c.p.)

Temps (minutes)	c.p. = 1,40	c.p. = 1,85	c.p. = 2,65
2	130	80	50
4	260	155	100
6	390	230	150
8	515	305	200
10	635	380	250
12	765	450	300
14	870	525	350
16	980	595	400
18	1.095	665	450
20	1.200	735	500

3. **Le colmatage.**

Le débit initial de la filtration ne se maintient pas constant tout au long de la filtration, mais il diminue plus ou moins vite par suite du colmatage du filtre. Les particules arrêtées par la couche filtrante bouchent un nombre croissant de pores au cours de la filtration, et pour maintenir un débit constant on est obligé d'augmenter graduellement la pression

jusqu'à une valeur maximale, fonction de la solidité de la couche filtrante ; cette valeur atteinte, le débit diminue jusqu'à atteindre un seuil qui n'est plus compatible avec un rendement suffisant.

La vitesse de colmatage est très variable selon les vins et dépend de la nature du trouble, comme l'ont montré RIBEREAU-GAYON et PEYNAUD (1961), elle dépend beaucoup de la phase colloïdale.

TABLEAU VI

Essai de filtration sur plaque Seitz K7

Surface filtrante 16 cm² ; pression 0,5 bar

Durée (minutes)	Quantité de liquide filtré (en ml)	Quantité de liquide filtré par plaque	Débit horaire (litres par plaque et par heure)
2	130	13	390
4	235	23,5	315
6	320	32	255
8	390	39	210
10	450	45	180
12	500	50	150
14	545	54,5	135
16	585	58,5	120
18	620	62	105
20	650	65	90
22	675	67,5	75
24	695	69,5	60
26	710	71	45
28	720	72	30
30	730	73	30

Ni les mesures néphélométriques ni le comptage des particules ne peuvent fournir des indications suffisantes pour prévoir la vitesse de colmatage d'une couche filtrante déterminée et pour un vin donné. Il est alors intéressant d'effectuer un essai de filtration : le vin est filtré à travers un disque d'une surface de 16 cm² découpé dans une plaque filtrante de cellulose-amiante ; la filtration se fait sous une pression de 0,5 bar et le vin filtré est recueilli dans une éprouvette graduée afin de mesurer, à intervalles réguliers (en général toutes les deux minutes), la quantité de liquide écoulé ; on peut ainsi construire une courbe du débit de la filtration en fonction du temps de laquelle on tire plusieurs indications. Prenons l'exemple de l'essai de filtration représenté par le tableau VI.

La quantité X ml de liquide filtré en deux minutes correspond à 100 X ml de liquide filtré dans le même temps sur une plaque de filtre de 40 cm X 40 cm, cela correspond à un débit horaire par plaque de 3 X litres.

Si on s'est fixé un débit minimal de 75 litres par heure et par plaque, on ne peut filtrer que 67,5 litres par plaque, ce qui, au débit de 75 litres à l'heure, représente cinquante-quatre minutes de filtration ; c'est là une durée trop brève pour être rentable, aussi à partir de ces résultats peut-on envisager plusieurs solutions :

a) Augmenter la pression de filtration : lorsqu'on atteint le débit minimal que l'on s'est fixé, on augmente progressivement la pression afin de maintenir le même débit, mais on ne peut dépasser une pression limite déterminée, qui varie de 1,5 à 2 bars pour la filtration sur plaque. Il ne faut pas s'attendre à ce que la durée de la filtration soit multipliée par le même facteur, il est presque toujours bien inférieur.

b) Augmenter le nombre de plaques filtrantes sur le filtre : on diminue ainsi le débit par plaque, de même que le débit minimal, ce qui fait que l'on peut filtrer une quantité de liquide plus importante par plaques et, le nombre de plaques étant plus grand, la quantité de liquide filtré est au total plus importante. Ce n'est cependant pas une solution très économique.

c) Utiliser une plaque moins serrée : on augmente de cette façon la durée de filtration mais on diminue la limpidité obtenue ; souvent, l'essai de filtration est effectué parallèlement sur plusieurs qualités de plaques et on choisit la plaque qui donne le meilleur rapport entre la limpidité obtenue et le rendement de la filtration.

d) Effectuer une filtration dégrossissante préalable. Cela fait, bien sûr, deux filtrations successives, mais on augmente considérablement la longueur de chacun des cycles. Sur le plan de la limpidité obtenue, il y a toujours une amélioration appréciable et même sur le plan économique, c'est le plus souvent une opération rentable.

Il est évident que l'extrapolation que nous avons faite à partir de l'essai de laboratoire ne correspond pas rigoureusement à ce qui se passe au cours de la filtration industrielle ; il y a cependant une bonne corrélation entre les deux qui permet d'éliminer quelque peu l'empirisme qui préside le plus souvent au choix de la qualité de la couche filtrante.

B. — RESULTAT PRATIQUE DE LA FILTRATION.

1. La filtration sur terre d'infusoires à alluvionnage continu.

La mise en bouteilles des vins jeunes pose souvent un problème de filtration, car il s'agit là de vins en général assez troubles qui n'ont pas eu le temps de subir une clarification naturelle assez longue ; la filtration directe sur plaque de cellose-amiante assez serrée en vue de l'embouteillage, entraîne un colmatage rapide et de plus une mauvaise élimination des cellules microbiennes comme le prouve l'exemple suivant :

Un vin rouge contenait avant toute filtration 13 000 levures par ml et 30 000 bactéries par ml ; après une filtration directe sur une plaque Seitz K 5, il contient encore 280 levures et 4 000 bactéries par ml ; après une filtration sur Kieselguhr puis filtration sur la même plaque K 5 il ne reste plus que 25 levures et 2 000 bactéries par ml ; sur le vin, juste après la filtration sur Kieselguhr, il y avait 500 levures et 8 000 bactéries par ml.

TABLEAU VII

Turbidité des vins avant et après filtration sur Kieselguhr

Les chiffres sont des mg de silice par litre

Avant filtration	Après filtration
53	2,2
83	2,6
124	3,1
74	3,6
88	5,0
162	7,5
148	9,0
282	12
195	16

Lorsque les vins ne sont pas très troubles, on peut obtenir avec la filtration sur Kieselguhr un vin presque brillant ; ainsi d'un vin dont la turbidité initiale était de 104 mg de silice par litre, après la filtration sur Kieselguhr, sa turbidité n'est plus que de 4,2 mg de silice par litre, et alors qu'il contenait 500 levures par ml, il ne lui reste plus que 5 levures par ml.

Ce qui caractérise la filtration sur Kieselguhr, c'est une certaine irrégularité de la limpidité obtenue ; en effet, l'efficacité dépend de la qualité du Kieselguhr choisi par le filtreur ; en général, il choisit la granulométrie du Kielselguhr en fonction de l'appréciation visuelle du vin, et son choix est un essai de compromis entre longueur du cycle de filtration et la limpidité à obtenir. En gros, ce sont les vins les plus clairs avant la filtration qui sont les plus limpides après la filtration, car le filtreur, au vu de l'aspect du vin, a choisi une terre plus serrée, mais cette liberté de choix explique les irrégularités que l'on trouve dans le tableau VII. Comme nous le voyons dans ce tableau, avec des vins déjà bien dépouillés avant la filtration, par un choix judicieux de terre d'infusoires, on peut obtenir une bonne limpidité, de l'ordre de 3 mg par litre de silice, on pourrait alors penser pouvoir effectuer la mise en bouteilles de ce vin sans filtration supplémentaire sur plaque de cellulose-amiante ; c'est là une opération à déconseiller, car il est rare que la limpidité reste constante au cours d'une filtration sur Kieselguhr ; en effet, les erreurs de manipulations ont des conséquences plus graves pour ce genre de filtration que pour la filtration sur plaques ; une brusque variation de la pression, une prise d'air, peuvent altérer plus ou moins la régularité de la couche filtrante. Outre le fait que dans ce cas un peu de Kieselguhr est libéré dans le vin filtré, celui-ci peut couler trouble le temps que la couche filtrante se soit reconstituée.

TABLEAU VIII

Evolution de la turbidité d'un vin au cours d'une filtration sur Kieserguhr

Echantillon	Turbidité (mg de silice par l)
Avant filtration	114
Après 1 heure de filtration	3,8
Après 2 heures de filtration	2,7
Après 3 heures de filtration	4,6
Après 4 heures de filtration	3,1

Il est certain que si nous avions eu à notre disposition un néphélomère avec enregistreur, nous aurions pu déceler des irrégularités plus importantes que celles que nous avons consignées dans le tableau VIII. Comme dans la presque totalité des mises en bouteilles, il n'y a aucun moyen de contrôle sensible de la limpidité, il y a toujours intérêt à faire une filtration sur plaques.

Même si la filtration sur Kieselguhr donne une bonne limpidité, la filtration sur plaques qui suit est encore rentable, car le cycle de filtration est considérablement allongé et, compte tenu du fait que l'on peut utiliser des plaques plus serrées, l'élimination des microorganismes, qui sont peu nombreux, est presque totale et la limipidité obtenue est meilleure. Dans tous les cas, lorsqu'on désire faire une filtration stérilisante, il est nécessaire d'effectuer une préfiltration, qui doit être au moins une filtration sur Kielselguhr très soignée, afin que le vin à filtrer ne contienne plus qu'un nombre limité de microorganismes pour que leur élimination soit totale.

Si la filtration sur Kieselguhr donne, pour des vins de turbidité semblable, de meilleurs résultats que la centrifugation c'est que cette dernière n'élimine bien que les grosses particules, alors que la filtration sur Kieselguhr élimine mieux des particules plus petites, il suffit, pour s'en rendre compte, de comparer les tableaux II et IX.

TABLEAU IX

Comptage de particules sur un vin rouge filtré sur Kieselguhr

Diamètre des particules (micromètres)	filtration Après	Avant filtration
7,0	2.400	500
5,6	4.000	1.400
4,4	15.600	1.600
3,5	51.000	2.700
2,2	142.600	9.000
2,8	324.000	23.000
1,75	660.000	62.000
1,40	1.486.000	339.000
1,25	2.390.000	621.000
Turbidité (mg de silice par l)	62	4,8

2. **La filtration sur plaques de cellulose-amiante.**

a) Mise en bouteilles traditionnelle : la filtration sur plaque de cellulose-amiante est le fait des deux mécanisme conjugués ; adsortion et tamisage ; selon la qualité de la plaque, la grosseur et la nature des particules, c'est l'un ou l'autre des mécanismes qui joue le rôle prépondérant.

Le tableau X reproduit les résultats d'une filtration industrielle sur plaque de cellulose-amiante Seitz. Dans le cas de la filtration sur la plaque K 5, les levures sont retenues surtout par tamisage ; lorsque le filtre colmate, la rétention des levures s'améliore, car les pores sont de plus en plus étroits ; par contre, les bactéries qui sont essentiellement retenues par adsorption voient leur nombre augmenter au cours du temps, au fur et à mesure que le pouvoir d'adsorption décroît par saturation progressive de la plaque. Par contre, lorsque la filtration a lieu sur plaque K 10, le colmatage plus important (la pression de travail croît plus rapidement), augmente l'effet de tamisage qui se fait aussi sentir sur la rétention des bactéries.

TABLEAU X

Rétention des microorganismes en fonction de la plaque filtrante et du temps de filtration

	Nombre de levures	Nombre de bactéries
Avant filtration	540	6.000
Filtration sur K5		
après 1 heure	76	500
après 3 heures	82	500
après 5 heures	55	800
après 7 heures	32	2.000
Filtration sur K10		
après 1 heure	23	160
après 3 heures	25	150
après 5 heures	18	120
après 7 heures	6	70

Ainsi, lorsque les plaques sont peu serrées et lorsque la population microbienne est importante, il arrive un moment de la filtration où le degré de saturation de la plaque est tel qu'une proportion importante des microorganismes et surtout des bactéries n'est plus retenue par le filtre.

Lorsque la population microbienne d'un vin est très importante et ce, surtout pour les vins rouges jeunes dans lesquels une fermentation malolactique relativement récente a laissé un nombre important de

bactéries, la filtration n'élimine qu'une partie des microorganismes, variable avec la qualité de la plaque : la filtration d'un vin rouge contenant 15 000 levures et 100 000 bactéries par millilitre a laissé 300 levures et 5 000 bactéries par millilitre lorsque la filtration a lieu sur une plaque K 5, 80 levures et 3 500 bactéries par millilitre sur K 7 et 10 levures et 1 000 bactéries par millilitre sur une plaque stérilisante EK. C'est donc en général sur les vins rouges que la population bactérienne est la plus importante, même après un temps de garde prolongé, à cause de l'extrême lenteur de la sédimentation naturelle des bactéries et de la grande facilité avec laquelle elles se remettent en suspension à la moindre agitation ; il faudrait donc les filtrer très soigneusement ; or, dans la pratique, c'est l'inverse qui se produit ; les vins rouges sont filtrés faiblement, le plus souvent sur des plaques de type K 5, à cause d'éventuelles conséquences organoleptiques dont nous reparlerons ultérieurement ; le vin mis en bouteilles conserve donc une population bactérienne importante.

Il n'est pas rare d'observer des développements levuriens dans les vins blancs qui possèdent des sucres fermentescibles ; la cause en est, le plus souvent, le fait d'erreurs dans la conduite de la filtration ou un manque d'hygiène du matériel d'embouteillage, plutôt qu'un mauvais choix de plaques, car on a l'habitude de filtrer les vins blancs plus serrés que les vins rouges.

Nous ne saurions trop insister sur l'importance de l'hygiène au cours des opérations de mise en bouteilles, car de nombreux contrôles nous ont montré que les risques de contamination sont nombreux. Il en est ainsi de l'exemple suivant qui relate la méthode de travail de nombreuses chaînes d'embouteillage industrielles. Le matériel est lavé une fois par semaine avec des solutions détergentes et bactéricides ; pendant la semaine, le filtre est vidangé chaque soir et lavé à l'eau, en général, l'embouteilleuse est seulement vidangée ; cette façon de travailler donne les résultats suivants :

Le vin avant la filtration contient 180 levures par millilitre ; la mise en bouteilles se fait après filtration sur des plaques Seitz de type K 5 : le premier jour, en début de tirage, il y a 30 levures par millilitre, le deuxième jour 100 levures et le troisième jour 700 levures par millilitre, c'est-à-dire quatre fois plus que dans le vin avant filtration. Et malgré tout, nous serions tentés de dire qu'il s'agit là d'une situation relativement favorable, car il n'est pas rare de rencontrer des filtres qui ne sont vidangés que tous les deux ou trois jours ; il y a ainsi concentration

dans le filtre des microorganismes de la centaine d'hectolitres qui a été filtrée dans la journée, soit souvent plusieurs millions par millilitre qui continuent à proliférer pendant toute la nuit, ce qui explique les contaminations importantes. Les impératifs d'hygiène à observer devraient au moins consister en un lavage soigné de tout le matériel d'embouteillage ; il y aurait tout avantage à opérer, dans la mesure du possible, comme dans la mise en bouteilles stérile à froid.

Dans la plupart des cas, la filtration sur plaques donne une bonne limpidité si le vin avant filtration est déjà assez dépouillé, même si l'on utilise des plaques peu serrées, comme le montre le tableau XI.

TABLEAU XI

Turbidité de différents vins avant et après filtration en fonction de la plaque filtrante utilisée

Qualité de la plaque	Turbidité (mg de silice par l)	
	avant filtration	après filtration
K3	12,4	3,0
K5	12,4	2,0
K5	7,0	1,8
K7	7,8	1,8
K7	10,0	1,7
K7	5,6	1,3
K7	14,2	2,4
EKS	12	1,2
»	16	2,2
»	3,6	1,8
»	7,8	1,8
»	2,2	1,2

Certains vins, relativement limpides avant filtration, peuvent être difficiles à clarifier complètement, compte tenu de la nature du trouble ; ainsi ce vin rouge ayant une turbidité initiale de 9 mg de silice par litre mais 40 000 bactéries par millilitre ; après filtration sur plaques K 7 sa turbidité est encore de 5,5 mg de silice par litre, et même après une filtration sur plaque stérilisante la turbidité est de 4 mg de silice par litre. Par contre, un autre vin rouge dont la turbidité initiale était de 12,4 mg de silice par litre mais qui n'avait pas fait sa fermentation malolactique a une turbidité de 3 mg de silice par litre après filtration sur K 3 et de 2 mg de silice par litre après filtration sur K 5.

TABLEAU XII

Comptage de particules sur deux vins filtrés sur plaques stérilisantes

Diamètre des particules (micromètres)	Nombre de particules			
	Vin N° 1		Vin N° 2	
	Avant filtration	Après filtration	Après filtration	Avant filtration
4,4	1.200	3.000	1.400	4.000
3,5	6.400	4.800	3.200	4.800
2,8	9.600	6.400	5.400	7.200
2,2	17.200	9.800	6.000	9.600
1,75	44.000	29.200	9.000	22.600
1,40	338.000	46.000	26.000	24.000
1,25	1.540.000	86.600	73.200	32.600
Turbidité (mg de silice par l)	16	2,2	3,6	2,8

Même par la filtration stérilisante, il n'est pas possible d'éliminer la totalité des particules en suspension dans le vin tout en obtenant cependant l'élimination totale des microorganismes ; comme le montre le tableau XII, il reste une certaine quantité de particules qui varie peu d'un vin à un autre, quelle que soit la quantité de particules avant filtration, à condition bien sûr que l'on reste dans des limites raisonnables. Dans le tableau XII, on observe même le phénomène paradoxal d'une augmentation du nombre des grosses particules après filtration, tout en ayant cependant une diminution de la turbidité ; cela intervient dans un vin déjà très bien préfiltré qui a certainement été sali par des débris rencontrés par le vin après la filtration soit dans les canalisations, soit dans la bouteille.

Par un simple examen des résultats de mesure de la limpidité et de comptage des particules, on pourrait penser que pour des vins déjà bien préfiltrés, le choix de la plaque filtrante en vue de la mise en bouteilles importe peu, et que prendre des plaques très serrées n'apporte qu'un gain de limipidité qui n'est même pas appréciable à l'œil nu, mais que, par contre, on augmente de façon sensible le prix de revient de la filtration. C'est qu'à ce niveau on ne peut se contenter de mesures néphélométriques et des comptages de particules et qu'il faut compléter ces mesures par un comptage des microorganismes vivants sur milieu solide. Comme nous l'avons vu précédemment, les résultats de ces comptages justifient pleinement l'emploi de plaques filtrantes serrées et même de plaques stérilisantes.

b) La mise en bouteilles stérile à froid : La mise en bouteilles stérile des vins présente de nombreux avantages et on peut s'étonner qu'elle soit relativement peu employée, car si elle n'est pas la solution à tous les problèmes d'altération de la limpidité, elle permet, tout au moins, d'éliminer ceux dus aux développements microbiens, ainsi que les défauts organoleptiques qu'ils entraînent. En outre, la législation vinicole s'oriente vers une diminution des doses d'emploi de l'anhydride sulfureux, qui ne pourra être respectée que dans la mesure où le vin aura acquis sa stabilité microbiologique.

Il existe plusieurs façons d'obtenir la stérilisation du vin au cours de la mise en bouteilles : soit par la chaleur qui tue tous les microorganismes, soit par la filtration stérilisante qui les retient en totalité. Dans le cas de la thermolisation, le vin, qui est mis en bouteilles en général entre 45 °C et 50 °C, est lui-même l'agent stérilisant, il n'y a donc pas de précautions particulières à prendre quant à la propreté

du matériel ; cependant, l'élévation de température entraîne une modification des caractères organoleptiques, que l'on peut rechercher pour certains types de vins mais qui est néfaste pour d'autres ; dans la deuxième éventualité, on a donc recours à une filtration stérilisante.

Le vin qui est stérilisé par la filtration ne doit plus rencontrer sur son parcours de sources de contamination afin de demeurer stérile ; d'autre part, la filtration elle-même, n'est stérilisante que dans la mesure où certaines règles sont observées.

Nous pensons qu'il n'est pas inutile de développer ici les règles de la filtration stérilisante qui, à notre avis, est une méthode appelée à une certaine expansion dans un proche avenir.

Il faut bien sûr utiliser des plaques stérilisantes, mais ces plaques ne sont stérilisantes que dans la mesure où la population microbienne dans le vin avant filtration est faible, ce qui suppose que le vin ait subi au préalable une filtration clarifiante efficace sur Kieselguhr ou sur plaques. Le circuit emprunté par le vin filtré doit être stérile ; le meilleur agent stérilisant est certainement la vapeur d'eau sèche, c'est-à-dire à une température supérieure à 100 °C, qui doit circuler de vingt à trente minutes dans le filtre avec les plaques montées, dans les canalisations et dans l'embouteilleuse. Il y a toujours une certaine condensation de la vapeur d'eau dans le filtre, et le passage d'une émulsion d'eau et de vapeur est très préjudiciable pour la qualité des plaques ; aussi faut-il prévoir de purger le filtre de l'eau de condensation. Il va sans dire que le matériel doit être résistant à la chaleur, surtout en ce qui concerne les plateaux du filtre, les canalisations et les joints d'étanchéité. La filtration doit être conduite avec soin ; il faut éviter tout à-coup de pression sur le filtre à l'aide de système de régulation efficaces, ainsi que les prises d'air, car les deux sont la cause de détériorations de la plaque filtrante qui perd sa capacité stérilisante ; pour la même raison, le filtre, lors de son remplissage, doit être purgé très soigneusement de tout l'air qu'il contient ; en outre, l'oxygène de l'air qui serait dissout dans ces conditions altérerait les caractères organoleptiques du vin.

La mise en bouteilles ne peut être totalement stérile que si la bouteille qui reçoit le vin filtré est elle-même stérile ; le fait que l'on utilise le plus souvent des bouteilles neuves n'est pas en général une garantie suffisante, il est nécessaire de stériliser la bouteille, pour cela, on injecte dans la bouteille un jet d'anhydride sulfureux que l'on chasse ensuite avec un jet d'air comprimé stérile.

Il est bien évident que si ces règles sont impératives pour une mise en bouteilles stériles, leur application aux installations de mise en bouteilles traditionnelles est un facteur d'amélioration appréciable ; on obtient ainsi une mise en bouteilles dite « pauvre en germes » et le vin acquierra une bonne stabilité microbiologique.

Grâce à toutes ces précautions, nous avons pu effectuer plusieurs mises en bouteilles stériles à froid ; ainsi, sur un vin qui contenait 45 levures et 2 000 bactéries par millilitre avant la filtration, nous avons trouvé 0 levure et 6 bactéries par bouteille, ce qui est la garantie d'une stabilité microbiologique totale.

3. **Utilisation des enzymes pour améliorer la filtrabilité de certains vins.**

Les vins rouges de presse et les vins rouges issus de vendanges chauffées sont, en général, très troubles ; de plus, leur clarification naturelle est très longue et très imparfaite ; les collages traditionnels, même avec des doses de colles importantes, n'ont qu'une efficacité très limitée. La seule façon de les obtenir limpides est de procéder à leur filtration ; on se heurte alors à une grosse difficulté, car ce sont des vins qui colmatent rapidement les plaques filtrantes.

Si, dans ces vins, le trouble est aussi intense et persistant, c'est que les particules qui en sont la cause ne s'agrègent pas entre elles et restent très petites ; ceci entraîne une sédimentation très lente et parfois même impossible quand les particules restent trop petites et qu'elles sont constamment remises en suspension par les courants de convection dont le vin est le siège.

On a reconnu depuis plusieurs années le rôle de certaines substances telles que les pectines dans ce genre de phénomène. YAMASAKI et **al.** (1967), expliquent l'action des pectines en tant que colloïdes protecteurs de la façon suivante : les pectines adsorbées à la surface des particules en suspension dans le vin leur communiquent des charges superficielles négatives, on a alors dans le vin des particules uniquement négatives qui se repoussent mutuellement ; si on détruit cette enveloppe de pectine, en l'occurrence par un traitement enzymatique, on détruit par là même ce qui empêchait les particules de former des agrégats dont la vitesse de chute est beaucoup plus rapide.

Sur un vin de presse, qui après six mois de conservation était resté très trouble, nous avons effectué une addition de l'enzyme pectolytique « Ultrazym 100 », des Etablissements Ciba-Geigy, à la dose de 1 gramme

par hectolitre. Après quinze jours, les vins furent soutirés ; le témoin avait encore une turbidité de 2 400 mg de silice par litre, alors que pour l'échantillon enzymé, la turbidité n'était plus que de 230 mg de silice par litre. Quant à la filtrabilité de ce vin, elle était très sensiblement améliorée, comme en témoigne la figure 2.

La mesure a été effectuée sur un disque de 16 cm^2 découpé dans une plaque Seitz K 7 et sous une pression de 0,5 bar. Il faut en outre préciser qu'après 25 ml le vin témoin coule trouble, ce qui est la preuve que le trouble est provoqué par de très nombreuses petites particules qui ont très rapidement saturé les capacités d'adsorption de la plaque filtrante.

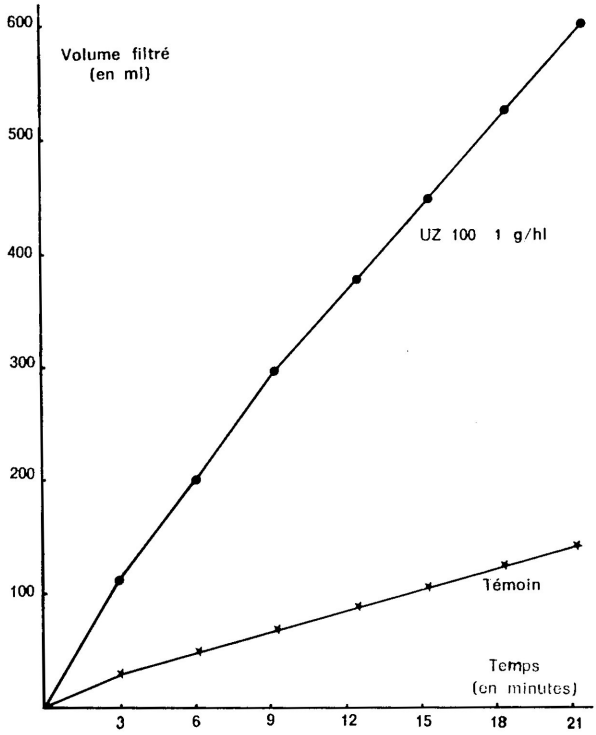


Fig. 2. — Influence de l'addition d'enzyme pectolytique sur la filtration d'un vin de presse

Dans le cas des vins rouges issus de vendanges chauffées, le seul traitement avec des enzymes est insuffisant pour obtenir une clarification appréciable, mais le résultat obtenu après collage à la gélatine est nettement meilleur. Toutefois, comme la clarification nous paraissait insuffisante, en plus de l'enzyme pectolytique, nous avons effectué

des essais d'enzymage avec plusieurs enzymes, dont une enzyme Ciba-Geigy, la lipase CGA 20388, qui a à la fois une activité pectolytique et une activité lipasique. Notons immédiatement que la dextranase, l'amylase et la protéase que nous avons utilisées parallèlement s'avérèrent inefficaces contre ce genre de trouble. Nous avons donc opéré comme suit :

Le vin, réparti en magnums, a été traité avec l'enzyme pectolytique « Ultrazym 100 » à la dose de 2 g par hectolitre et un autre échantillon avec l'enzyme CGA 20388 à raison de 5 g par hectolitre ; douze jours après le début du traitement, le vin a été soutiré puis collé à la gélatine à la dose de 15 g par hectolitre, un deuxième soutirage est intervenu douze jours après le collage. Afin d'apprécier l'efficacité des différents traitements, nous avons procédé à des mesures de turbidité et de filtrabilité dont les résultats sont consignés dans le tableau XIII et la figure 3.

TABLEAU XIII

Turbidité d'un vin rouge issu de vendange chauffée après traitement enzymatique

Enzyme utilisée	Turbidité (mg de silice par l)	
	Avant collage	Après collage
Témoin	1.520	890
Ultrazyme 100	1.440	420
CGA 20388	1.320	150

De ces mesures, il ressort que c'est l'enzyme CGA 20388 qui a donné les meilleurs résultats pour la clarification des vins rouges issus de vendanges chauffées ; mais nous ne pouvons pas pour autant en déduire la nature du trouble de ce type de vin, ni même le mécanisme de la clarification ; nous devons nous en tenir encore à des hypothèses. Cette même enzyme CGA 20388, employée sur le vin de presse de l'exemple précédent, ne donne pas de meilleur résultat que l'enzyme pectolytique ; aussi peut-on émettre l'idée qu'il y a une différence dans la nature du trouble de ces deux types de vins et que le chauffage de la vendange extrait certains lipides de la cire cuticulaire et des membranes cellulaires, lipides qui sont partiellement responsables de l'intensité et de la persistance du trouble.

L'utilisation des enzymes pectolytiques pour faciliter le débourbage, outre le fait qu'elle donne des moûts très bien débourbés, accélère très sensiblement la clarification spontanée des vins faits et, par là même, leur filtrabilité. Ainsi de deux vins ayant terminé leur fermentation depuis un mois, l'un ayant subi un débourbage classique et l'autre un débourbage avec addition d'enzyme, le premier avait une turbidité de 145 mg de silice par litre et le second de 52 mg de silice par litre.

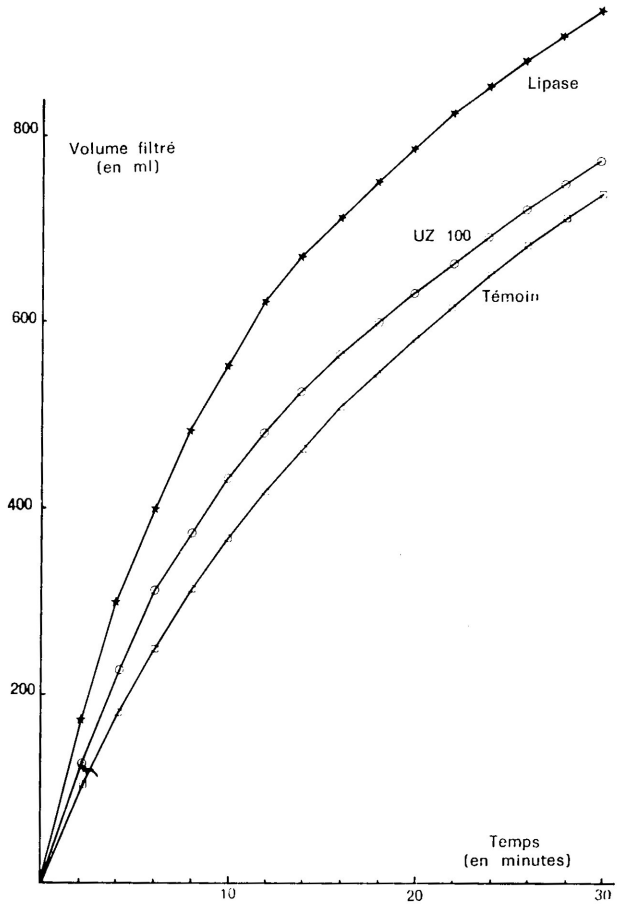


Fig. 3. — Influence de l'addition d'enzyme pectolytique et de la lipase sur la filtrabilité d'un vin rouge issu de vendange chauffée.

Certains vins issus de vendanges botrytisées très riches en matières mucilagineuses présentent de réelles difficultés de filtration, car ils sont très colmatants. Jusqu'à présent, nous n'avons pu trouver d'enzymes capables de dégrader ces polysaccharides mais, à notre avis, ce n'est qu'une question de temps et c'est certainement la meilleure solution.

4. **Conséquences organoleptiques de la filtration.**

On peut parfois s'étonner de la résistance de certains professionnels à la filtration des vins, qui la considèrent presque comme un mal nécessaire et qui, afin d'en minimiser les effets, utilisent des plaques peu serrées ; ils reprochent à la filtration d'amaigrir et même de décharner les vins. Et pourtant de nombreuses constatations tendent à prouver le contraire : « Rappelons qu'un filtrage bien fait n'abîme nullement le vin comme on le croyait autrefois ; les modifications éventuelles proviennent du matériel, des canalisations, de l'aération ou du produit filtrant, mais non pas du simple passage du liquide à travers la surface filtrante » (RIBEREAU-GAYON (1955). A propos des vins de la récolte de 1963, issus de vendanges pourries, PEYNAUD et SUDRAUD (1964), notaient : « Au point de vue gustatif on a toujours constaté un net assouplissement, un caractère plus fondu avec la disparition des éléments en suspension à goût astringent, rugueux, donnant une amertume finale due à des polyphénols condensés ; l'affinement gustatif a toujours été très marqué. »

Enfin, PEYNAUD (1971) a distingué très nettement les effets organoleptiques de la filtration de ceux dus à des phénomènes secondaires : « On doit savoir discerner dans les effets du filtrage les modifications dues au seul passage mécanique du vin à travers la couche filtrante et celles qui sont dues à des phénomènes secondaires. Une action purement mécanique est sans effet sur le vin. Mais le filtrage exige des déplacements, des pompages qui s'accompagnent d'une dissolution plus ou moins grande d'oxygène, et provoquent un certain évent (...). D'autre part, il faut insister sur les goûts de terre, de papier, de tissu ou simplement la mâchure plus ou moins durable, provoqués par des matériaux filtrants de mauvaise qualité. Certains effets ne sont que passagers et, après quelques semaines de repos, la fatigue du filtrage disparaît complètement. »

Si des avis de ce genre ont permis à la filtration de se répandre largement, il reste que l'on reproche actuellement à la filtration stérilisante ce que l'on reprcohait autrefois à la filtration, c'est-à-dire d'amaigrir les vins et surtout les vins rouges, car elle requiert l'emploi de plaques filtrantes plus serrées. Aussi nous sommes-nous attachés à faire plusieurs dégustations aveugles de vins filtrés sur différentes plaques.

Un même vin rouge prélevé sur une chaîne d'embouteillage industrielle a été filtré sur une plaque K 5 utilisée le plus souvent pour ce

type de vin, et sur plaque stérilisante, la dégustation aveugle effectuée par dix-neuf dégustateurs avertis a donné les résultats suivants :

Le vin témoin avant filtration a été classé :

— 6 fois premier,
— 8 fois deuxième,
— 5 fois troisième.

Le vin filtré sur K 5 a été classé :

— 4 fois premier,
— 6 fois deuxième,
— 9 fois troisième.

Le vin filtré sur plaques stérilisantes a été classé :

— 10 fois premier,
— 6 fois deuxième,
— 3 fois troisième.

Il se dégage une préférence marquée pour le vin filtré sur plaques stérilisantes. Plusieurs autres dégustations de ce genre ont toujours donné un net avantage à la filtration stérilisante, car le vin apparaissait affiné, avec des caractères fondus, on a même noté parfois un bouquet plus intense ; en aucun cas il n'a été noté que le vin paraissait amaigri.

Il nous a paru en outre intéressant de comparer les effets organoleptiques de la filtration stérilisante et de l'embouteillage à chaud. Si sur les vins rouges les avis sont très partagés, la moitié des dégustateurs préfèrent le vin embouteillé à chaud et l'autre moitié le vin embouteillé après filtration stérilisante ; sur les vins blancs, la plupart des dégustateurs préfèrent le vin ayant subi la filtration stérilisante.

On peut donc conclure que dans la plupart des cas, la filtration sur plaques stérilisantes n'a aucune conséquence défavorable sur les caractéristiques organoleptiques des vins, et comme elle permet d'obtenir une bonne stabilité microbiologique, tout concourt à la généralisation de son emploi.

La filtration sur plaques de cellulose-amiante permet d'obtenir une très bonne limpidité et le brillant nécessaire à la mise en bouteilles du vin, cela peut s'obtenir avec des plaques relativement peu serrées ; cependant, un vin brillant n'est pas un vin propre ; outre un assez grand nombre de particules, il peut contenir encore de nombreux microorga-

nismes qui compromettent sa stabilité au cours de la conservation ; c'est pourquoi il est recommandé d'employer des plaques plus serrées que ne l'exigeait la seule limpidité à obtenir. La capacité des plaques à clarifier des vins troubles dépend beaucoup de la nature des particules en suspension, aussi n'est-il pas inutile de pratiquer des essais de filtration afin de choisir la plaque qui donnera le résultat optimum. On rencontre parfois des vins très difficiles à filtrer car très colmatants, il nous est apparu que l'utilisation des enzymes pectolytiques permet de résoudre certains de ces problèmes dus aux matières pectiques et que d'autres enzymes, qu'il reste encore à trouver, devraient, dans un avenir relativement proche, permettre de résoudre les difficultés provoquées par d'autres matières mucilagineuses.

On trouve déjà des installations de filtration où la limpidité obtenue est contrôlée en continu à l'aide de néphélomèbres, nous pensons que, compte tenu de l'évolution de la législation et des exigences croissantes des consommateurs, le contrôle de la limpidité du vin ainsi que celui de sa propreté microbienne est appelé à se généraliser sur les chaînes de mise en bouteilles ; cela ne pose aucun problème technologique mais seulement des problèmes économiques.

Manuscrit reçu le 23 juillet 1974.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

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

MANDRAU J.L., 1974. Les méthodes de mesure de la limpidité des vins. **Conn. Vigne Vin, 8,** N° 1, 21-55.

PEYNAUD E. et LAFOND-LAFOURCADE S., 1970. Numération électronique des particules appliquée à l'étude de la limpidité des vins. **Conn. Vigne Vin, 4,** N° 1, 75-90.

RIBEREAU-GAYON J. et PEYNAUD E., 1961. **Traité d'Œnologie, Tome II,** edit. Ch. Beranger, Paris.

YAMASAKI K., KATO A., CHU S.Y. et ARIMA K., 1967. **Agr. Biol. Chem.,** 31, 551.