



Développement d'un nouveau test de filtrabilité pour les vins

R. Ghidossi : Université de Bordeaux – Institut des Sciences de la Vigne et du Vin
Tél : 05 57 57 58 70 remy.ghidossi@u-bordeaux.fr

Pour réduire le colmatage rencontré pendant une étape de filtration, la détermination du caractère colmatant du fluide à traiter est une question primordiale. Pour caractériser le colmatage, plusieurs indices ont été proposés tel que le SDI (Silt Density Index) ou le MFI (Modified Fouling Index). Les modèles utilisés pour la quantification du colmatage reposent les Modèles dits de « Hermia » qui repose sur la forme caractéristique suivante :

$$\frac{d^2t}{dV^2} = k \left(\frac{dt}{dV} \right)^n \quad (1)$$

Où t (s) et V (m³) signifient le temps de filtration et le volume cumulé du perméat, respectivement. Une limitation importante du modèle développé par Hermia est qu'il n'est valable que pour des systèmes à pression constante. Au contraire, les procédés de filtration rencontrés dans les chais sont conçus pour fonctionner à flux constant (alimentation de la mise en bouteille par exemple). En ce qui concerne l'indice SDI, il faut noter que la mesure étant réalisée avec une membrane de taille de pore fixée, l'information qu'elle délivre n'est pas directement transposable à un système employant une membrane d'un autre type (nature de la membrane, hydrodynamique, etc.). En effet, ce type d'approche ne prend pas en compte les phénomènes physiques à l'origine du colmatage et est limité par les conditions standards dans lesquelles sont réalisées les mesures.

Le MFI représente physiquement la résistance d'une unité de masse du dépôt par unité de surface de membrane filtrante. Cet indice de colmatage est basé sur la formation du dépôt à pression constante. Le MFI caractérise le caractère colmatant des fluides, donne des indications utiles, mais sa signification n'est pas absolue, car la résistance du dépôt peut dépendre nettement des conditions opératoires (contrainte de cisaillement, pression...).

Ces indices de colmatage sont empiriques et ne permettent pas de prévoir a priori les paramètres de procédés ni les fréquences de nettoyage des médias. Malgré ces limites, plusieurs chercheurs utilisent ce protocole pour caractériser la filtrabilité de leur solution à traiter.

D'autre part, les vinificateurs sont amenés à filtrer des vins ayant des caractéristiques très différentes (turbidité, matières en suspension, teneur en protéines, tanins, glucanes, polysaccharides,...). Dans ces situations de filtration de vins très colmatants, les indices de

filtrations actuelles telles que l'indice de colmatage (IC) ou le Volume maximum filtrable (V_{max}) ont montré leurs limites.

L'indice de colmatage du vin est obtenu par la mesure de la différence de temps de passage de 200 ml et 400 ml de vin sous une pression de deux bars relatif à travers une membrane de nitrate de cellulose dont les pores sont de 0.65 μm et de 3.9 μm .

$$\text{Indice de Colmatage} = (t_{400} - 2 \times t_{200}) \times 1.66 \quad (2)$$

On estime que la filtration sur membrane pourra se dérouler dans de bonnes conditions si le vin a un IC inférieur à 20-30. Le V_{max} est calculé en utilisant la représentation linéaire de l'équation régissant la loi du colmatage progressif des pores (Gaillard, 1976) et en utilisant le même matériel que pour l'Indice de Colmatage. À une pression fixe de 1 bar, les volumes filtrés V_1 et V_2 après respectivement 2 et 5 minutes sont mesurés.

$$V_{max} = \frac{5 - 2}{\frac{5}{V_{5min}} - \frac{2}{V_{2min}}} \quad (3)$$

Ainsi, on estime que le colmatage de la membrane est rapide si le V_{max} est inférieur à 4000 et que le colmatage est lent si V_{max} est supérieur à 5000. Ainsi, la valeur du V_{max} indique si le vin est filtrable sur membrane et cet indice peut être utilisé pour estimer le volume maximum filtrable à travers un filtre de 0,65 μm avant colmatage (Serrano et al., 1993).

Le V_{max} et l'IC sont particulièrement bien adaptés à des vins pré-filtrés et ainsi prêts à subir une clarification finale avant l'embouteillage. D'autres indices existent tel que le CFLA (Critères de Filtration Lamothe-Abiet). Cet indice préconise de prendre en compte la turbidité du milieu et la valeur q_0 (débit) à l'instant initial. Cependant, ces deux paramètres ne permettent pas de juger de la filtrabilité car des vins ayant une turbidité initiale inférieure à 0 peuvent présenter des difficultés de filtration et le débit initial traduit un équilibre peu reproductible ou plusieurs phénomènes croisés interfèrent (temps d'ouverture des pores de la membrane, écoulement dans la cellule, équilibre de la pression...). Dans tous les cas, ces indices ne sont pas adaptés à la qualification de la filtrabilité de tous les vins.

De plus, les filtres rencontrés en œnologie ont des comportements très variés. Même si la filtration tangentielle se développe en œnologie, les principaux filtres utilisés restent les filtres à alluvionnage continu (adjuvants), les filtres plaques et les cartouches (filtration frontale). Il est complexe de choisir pour un utilisateur un média filtrant approprié et ceci nécessite le développement d'un test de filtrabilité spécifique.

Pour ce faire, nous avons cherché dans un premier temps à relier un résultat expérimental TF (Test de Filtrabilité) à un type de filtration (dégrossissante, clarifiante ou stérilisante).

A travers cette étude, nous avons cherché simplement à proposer une méthodologie simple et transférable dans les chais pour permettre de mieux orienter le choix du média filtrant industriel à utiliser pour permettre une filtration sans problème de colmatage sur un cycle de 8h. Ce test permettra potentiellement d'éviter des filtrations successives parfois inutiles et énergivores. L'avantage de ce test n'est pas unique. Il permettra également à termes de mieux appréhender l'effet des différents traitements (soutirage, collage, enzymage...) sur la filtrabilité des vins et d'identifier potentiellement des molécules colmatantes (par méthode comparative) avec des concentrations seuils associées.

La membrane de laboratoire choisie parmi toutes les membranes testées devait répondre à plusieurs critères : une répétabilité des perméabilités à l'eau et assurer un débit suffisant pour assurer une précision satisfaisante dans tous les cas de figure (vin colmatant ou peu colmatant). L'incidence du matériau doit être caractérisée en termes de dimension de pores (homogénéité et répétabilité), de la porosité (pour obtenir une perméation suffisante pour discriminer les différents cas) et de la nature de matériau (affinité avec le milieu).

De nombreux essais ont été réalisés au laboratoire sur différents matériaux (fibres de verre - FV, Esters de cellulose - EC, nitrocellulose - NC, cellulose régénérée - CR, acétate de cellulose - AC et polytetrafluoroéthylène - PTFE) avec plusieurs seuils de coupure. Pour un même seuil de coupure, un exemple de mesure de volume à l'eau en 5 minutes sur des membranes de différents matériaux est donné sur la tableau 1.

Tableau 1 : Exemples de l'influence de la composition de la membrane sur le volume de filtrat récupéré (membrane EC: ester de cellulose; CR: cellulose régénérée; AC: acétate de cellulose ; NC: nitrate de cellulose, FV: Fibre de verre, PTFE: polytétrafluoréthylène)

	Nature de la membrane (0,6 - 0,7 µm)	Volume filtré à 5 minutes (mL)
<i>Vin A</i>		<i>TU = 9.4 NTU</i>
	EC	64
	CR	51
	AC	53
<i>Vin B</i>	PTFE	50
		<i>TU = 40 NTU</i>
	EC	25
	NC	24
<i>Vin C</i>		<i>TU = 14 NTU</i>
	EC	34
	FV	64

Il est possible d'établir un classement des matériaux membranaires du volume filtré du plus important au plus faible : FV > EC=NC > CR=AC > PTFE pour une même dimension de pores. Nous avons constaté également que le volume récupéré lors de la filtration est relativement faible (50 mL) pour certaines dimensions de pores et matériaux. Ce n'est pas suffisant pour garantir une précision satisfaisante. Pour affiner la caractérisation des

membranes de laboratoire et s'assurer que celle-ci aura une distribution de taille de pores répétable et centrée, la pométrie bi-liquide a été utilisée (figure 1).

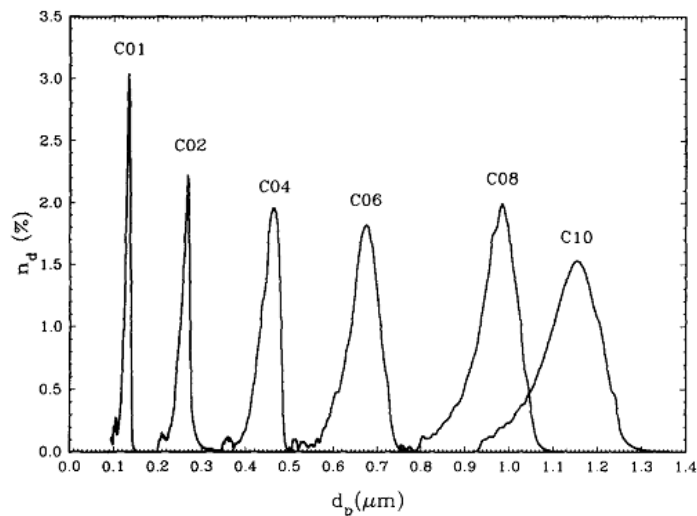


Figure 1 : Distribution de taille de pores pour les membranes testées (TF)

Nous constatons que pour les membranes ayant des diamètres de pores petits, nous aurons des membranes avec des distributions de pores plus resserrées et mieux définies. Cependant, avec des pores plus petits, nous obtiendrons un volume de filtrat plus faible et donc une précision moins grande. Un compromis entre ces deux paramètres clés doit être identifié. Nous constatons que pour les membranes ayant des diamètres de pores élevés (3 à 8 μm), la distribution de la taille des pores est très variées (distribution gaussienne large) et aussi une répétabilité très faible. Des membranes de 0,2 μm à 3 μm (0,2 ; 0,45 ; 0,65 ; 0,8 ; 1,2 et 3 μm) ont été testées sur plusieurs vins pour s'assurer d'obtenir un volume suffisant même pour les vins les plus colmatants.

Après plus de 500 essais sur des vins très différents et une trentaine de vérifications industrielles, nous avons retenu une membrane qui répond à ce compromis (seuil de coupure, volume de filtrat et répétabilité). Pour chaque filtration, les 4 lois de colmatage classique de la filtration ont été utilisées. Dans 97% des cas étudiés, la loi de colmatage progressif de pores s'applique.

Cette loi de filtration sur gâteau est obtenue à partir de la loi de Darcy, en considérant que les particules arrêtées forment un dépôt qui augmente la résistance à l'écoulement :

$$R_T = R_0 + R_c \quad (4)$$

Avec (R_T la résistance totale au transfert et R_0 , la résistance initiale)

$$\text{et (Résistance liée au colmatage)} \quad R_c = \frac{\alpha W}{A} \quad (5)$$

Où α est la résistance spécifique du gâteau et W est la masse de gâteau sec par unité de volume de filtrat. Cette équation peut s'écrire sous une forme linéarisée :

$$\frac{t}{V} = \frac{\mu\alpha W}{2\Delta P} V + \frac{\mu R_0}{\Delta P} \quad (6)$$

L'ordonnée à l'origine est une caractéristique du milieu filtrant initial alors que la pente représente l'aptitude à la filtrabilité de la suspension. Ce terme peut être écrit sous forme simplifiée par $F_k/2$ où F_k est appelée coefficient de filtrabilité (Rivet et al, 1981).

$$F_k = \frac{\mu\alpha W}{\Delta P} \quad (7)$$

En considérant la même approche dans le cas de la loi de colmatage progressif des pores, il est possible de définir aussi un test de filtrabilité TF qui correspond à la pente de la droite t/V en fonction de t . Ainsi, il est possible de décrire le pouvoir colmatant d'un vin par la détermination de ce paramètre. Ce nouveau test de filtrabilité va donc permettre de relier par une simple expérience réalisée en laboratoire quel média filtrant doit être employé pour réaliser la filtration du vin considéré. Le passage d'un volume défini de vin à travers une section de membrane définie va permettre de modéliser le phénomène à grande échelle.

Pour le calcul du TF, le temps est pris en minutes et le volume en mL. Ainsi, sous une pression constante de filtration, avec une membrane bien définie et à une température de 20°C, nous traçons t/V en fonction de t (protocole complet détaillé dans la Revue Oeno-One - <https://oeno-one.eu/>). Cette méthodologie peut être appliquée à partir des systèmes permettant de déterminer l'Indice de Colmatage et le V_{max} . La figure 2 illustre la linéarisation de la loi de colmatage progressif des pores avec l'emploi de cette membrane.

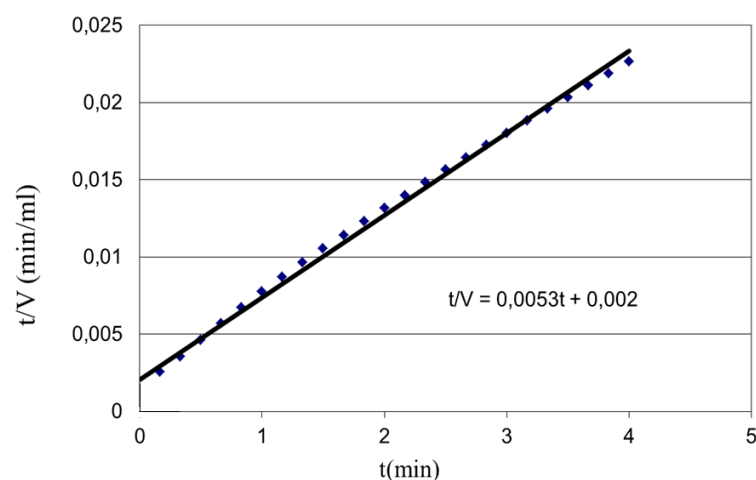


Figure 2 : Illustration de la détermination du test de filtrabilité pour un vin (TF)

Ainsi, l'ordonnée à l'origine de la droite donne l'inverse du débit initial. La pente de la droite (avec le temps de filtration exprimé en minutes et le volume écoulé en litre) permet de déterminer le test de filtrabilité TF (TF = pente de la droite x 1000).

Ces expérimentations ont pour but de mettre en relation les valeurs de cet indice avec le média filtrant adapté. Dans ce cas précis, la pente est de 5,3 L⁻¹ (TF=5,3). Ainsi, à partir de ces résultats, nous avons confronté chacun des indices de filtrabilité à différents média filtrants. A partir du moment où les valeurs de débit ont été jugées en adéquation avec les valeurs types données par le fabricant, nous avons pu valider l'utilisation de celui-ci pour un indice de filtrabilité donné.

Après de nombreux essais laboratoire, nous avons pu mettre en évidence que pour un indice de filtrabilité supérieur à 8, les médias clarifiants ne « fonctionnent » pas (ex : Q<500 L.h⁻¹.m⁻² pour les plaques). Il faudra donc utiliser des médias filtrants plus lâches. Pour un indice de filtrabilité de 2.5, le débit de filtration pour les plaques stérilisantes est acceptable (~ 300 L.h⁻¹.m⁻²). Pour un TF supérieur à 30, il sera en revanche nécessaire de réaliser un prétraitement (collage ou enzymage). Pour les adjuvants de filtration, les mêmes expériences ont été réalisées pour corréliser le TF à une précouche adaptée (précouche fine, grossière...). Ainsi en multipliant ces expériences, il a été possible de déterminer quel media filtrant est adapté en fonction de l'indice de filtrabilité. Ces essais en laboratoire ont été validés à grande échelle sur plusieurs sites et ont permis d'assurer la filtration d'une trentaine de vins. Le tableau 2 résume ces résultats.

Tableau 2 : Corrélation entre TF et médias filtrants / prétraitements

TF	Média filtrant
> 30	Vins très colmatants – Prétraitements collage ou enzymage
> 8	Filtration colmatante – filtration dégrossissante, précouche grossière
Entre 4 and 8	Vin colmatant à préfiltrer (plaque clarifiante ou précouche fine)
< 4	Vin filtrable pour la mise en bouteille - Filtration stérilisante

Ainsi, en réalisant la mesure du TF, il est désormais possible de préconiser les médias filtrant adéquats et ainsi assurer la filtration de ces vins.

Ce travail a été long et fastidieux mais représente la base pour pouvoir évaluer le pouvoir colmatant d'un vin. En effet, l'analyse globale des composés et de ces teneurs n'est pas possible et l'identification des molécules impactantes n'est pas complètement démontré. Ce travail permet de proposer une base sur laquelle nous appuyer pour comparer la filtrabilité des différentes matrices étudiées dans le futur. A titre d'exemple, nous avons montré grâce à cet outil que seul le paramètre turbidité (utilisé classiquement) ne permet pas de prédire le bon déroulement d'une filtration. En effet, même des vins ayant une

turbidité très faible (< 1 NTU) peuvent présenter un fort pouvoir colmatant ($TF > 8$) (figure 3).

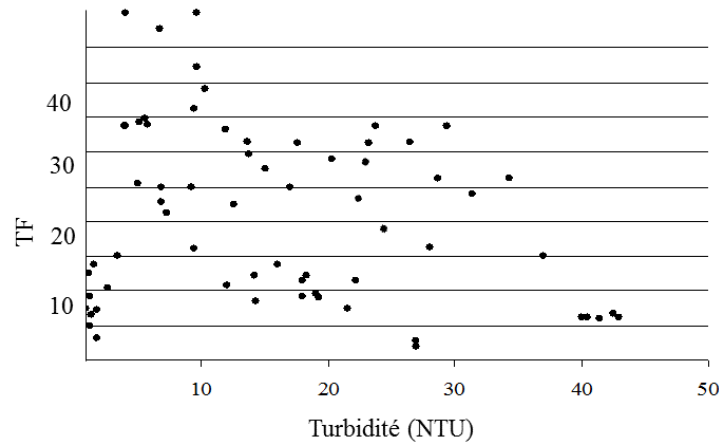


Figure 3 : Evolution du TF en fonction la turbidité du vin

Grâce au TF, nous avons démontré qu'aucun lien n'existe entre la turbidité et la filtrabilité des vins. Ce résultat illustre que cette méthodologie va pouvoir aider à comprendre plus finement les phénomènes intervenant au cours de la filtration des différentes matrices.

Copyright MatéVi. Toute reproduction totale ou partielle des contenus est strictement interdite. Pour pouvoir les diffuser, contactez-nous.