

# **UTILISATION DE MEMBRANES DE METAL FRITTE D'INOX DE SECONDE GENERATION POUR LA FILTRATION DES VINS : SYNTHESE DES PREMIERS ESSAIS SUR SITE DE PRODUCTION**

ROMAT H (1), DESCOUT JJ (1), 1) Sté INOXFILTRE, Domaine Fontbonne, 33710 Teuillac - inoxfiltre@wanadoo.fr

## **RESUME**

Les premières applications de filtration de vin sur métal fritté d'inox (1983-1986) ont conduit à l'adaptation de nouvelles membranes dites de deuxième génération. Les essais sur sites de production réalisés au cours de l'année 2001 sur des vins blancs, rouges et liquoreux conduisent à de très bons résultats de clarification et à une parfaite adaptabilité, offrant une véritable alternative originale, respectueuse du vin et de l'environnement. Cette nouvelle filtration frontale s'intègre parfaitement dans le cycle de stabilisation et de clarification de tous les types de vins, moûts et dérivés.

La première catégorie de fritté d'inox développée de type clarifiante, est particulièrement adaptée aux clarifications de vins d'une turbidité inférieure à 50 NTU, elle bénéficie d'une grande facilité d'utilisation, d'une bonne rétention de micro-organismes surtout vis à vis des levures, d'une neutralité absolue en terme de goût, d'une incidence très faible sur les macromolécules (en particulier polysaccharides) par rapport aux autres filtrations, avec l'avantage de n'avoir aucun consommable, ce qu'aucune filtration n'a pu garantir jusque là.

## **I - INTRODUCTION**

Le souci permanent de pouvoir présenter un vin brillant, stable micro-biologiquement, et conservant dans le temps ses caractéristiques olfactives et de saveurs, nous a amenés depuis 1982, à imaginer une nouvelle filtration sur inox fritté (J.J.DESCOU 1987, H.ROMAT et al. 1986).

Bien que des évolutions notables dans la filtration sur terres et sur plaques aient été effectuées depuis la fin des années 1970, l'utilisateur cherche toujours d'une part un matériau plus propre et plus facile à mettre en œuvre, et d'autre part un média plus neutre vis à vis du vin.

Cette nouvelle approche de la filtration frontale sur fritté d'inox correspond à ces exigences nouvelles : qualité d'hygiène et d'environnement, pas de consommable, recyclable, neutralité vis à vis du vin.

Par sa conception et par les premiers essais expérimentaux, sa mise en application dans le vin paraît incontournable. C'est dans ce contexte et avec l'évolution des membranes de fritté d'inox, qu'après un premier brevet en 1984 (n° FR 8401717), nous avons déposé un brevet Français en décembre 1999 (n° FR 9916206), suivi d'un brevet Européen en décembre 2000 (n° EP 1 110 592 A2).

## **II - PRESENTATION DES MEMBRANES D'INOX FRITTES POUR LA FILTRATION DU VIN**

Les membranes de fritté d'inox sont obtenues à partir de poudres d'inox calibrées et compressées à chaud, sous une atmosphère neutre et contrôlée. Ainsi ce frittage, permettant la soudure des éléments de la poudre, constitue une membrane poreuse rigide, pouvant être utilisée à la filtration de liquides.

La qualité d'hygiène et de neutralité de l'acier inoxydable, dans ce cas de type AISI 316, permet une stérilisation, un nettoyage et une utilisation neutre vis à vis du vin, sans consommable et en toute sécurité alimentaire.

Après les premières générations des années 1980 et 1990, de nouveaux tests nous ont conduits à réaliser un nouvel ensemble d'un mètre carré de surface filtrante de type A de seconde génération. Les caractéristiques des membranes choisies sont les suivantes :

- 1 ère bulle 74 millibars (test ISO 4003 - alcool éthylique)
- bulle généralisée 77 millibars (test ISO 4003 - alcool éthylique)
- diamètre de pore moyen : 12,6  $\mu\text{m}$
- diamètre du plus gros pore : 13,2  $\mu\text{m}$
- débit eau à 100 mbar : 10 l/h/cm<sup>2</sup>
- résistance : RT > 90 N/m<sup>2</sup>
- longueur des membranes 700 mm
- diamètre des membranes 25 mm

## **III – RESULTATS DES ESSAIS**

Le choix des vins s'est porté sur des vins blancs, rosés, claires, rouges et liquoreux, après une période de stabulation de quelques mois. Certains vins ont subi une première filtration grossière sur terres, pour nous placer dans le cas de filtrations d'avant collage, d'après collage ou d'après sortie froid, représentant des exemples concrets de clarifications pouvant être des standards de problèmes rencontrés, et pouvant être aussi transposés.

Les essais reproduits sont une sélection des différents essais menés à partir du mois de janvier 2001, dans des conditions pratiques de chais.

### **A - Essai de filtration d'un vin clair 2000 sorti froid.**

La filtration d'un vin après froid, est un exemple classique d'une des étapes fondamentales de la stabilisation de ce type de vin. Les conditions d'élevage sont décrites tableau I. La filtration sur métal fritté d'inox est comparée à une filtration sur plaque de type clarifiante (tableau II).

**Tableau I : Historique du vin clair.**

<b>Clairnet 2000</b>	
<b>Année</b>	<b>2000</b>
<b>Durée de l'élevage</b>	<b>6 mois</b>
<b>Nombre de soutirage</b>	<b>4</b>
<b>Collage</b>	<b>Bentonite 70 g/hl</b>
<b>Filtration</b>	<b>Sorti de colle (50 NTU) – sur terre P2 (1-2 NTU)</b>

**Tableau II : Protocole de filtration du vin clair.**

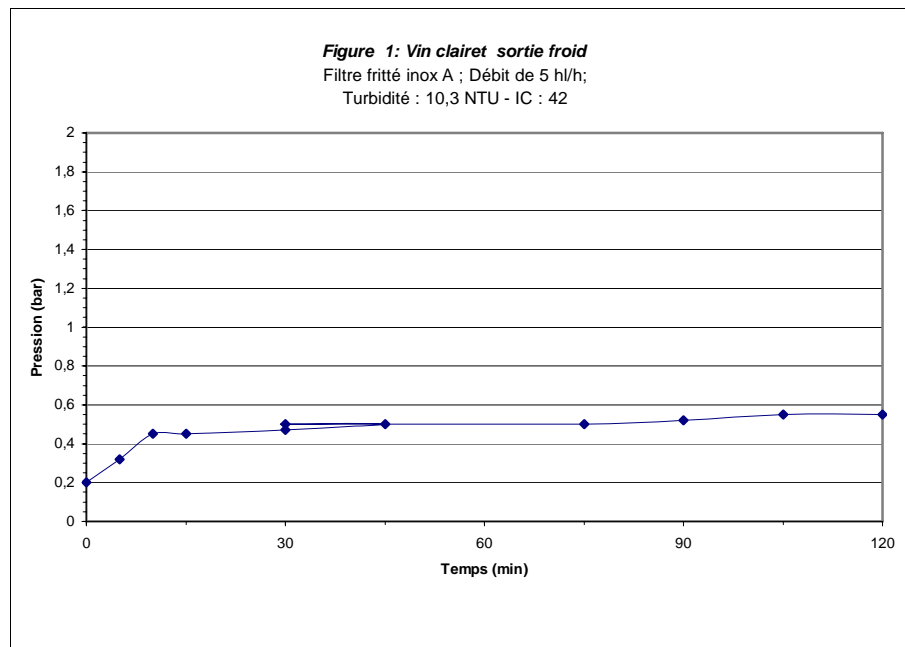
	<b>Métal fritté d'inox</b>	<b>Plaque</b>
<b>Volume de vin (hl)</b>	<b>10</b>	<b>97</b>
<b>Surface du filtre (m<sup>2</sup>)</b>	<b>1</b>	<b>6.4</b>
<b>Type de filtre</b>	<b>Fritté A</b>	<b>Plaque clarifiante</b>
<b>Débit (l/h/m<sup>2</sup>)</b>	<b>500</b>	<b>672</b>
<b>Durée de filtration (h)</b>	<b>2h00</b>	<b>2 h 10</b>
<b>Cycle de décolmatage</b>	<b>0</b>	<b>0</b>
<b>Température de filtration</b>	<b>-1°C</b>	<b>-1°C</b>

**(La pression de filtration a été relevée toutes les 15 min)**

**Les résultats de la filtration (figure 1 et tableau III) montrent :**

- **un colmatage presque linéaire avec une évolution faible de la pression**
- **une bonne reprise de limpidité conduisant à un vin brillant**
- **un indice de colmatage très bon**
- **une diminution de levures très importante, dans les critères pauvres en germes**
- **aucune diminution de bactéries a priori, ou peut-être re-contamination à la prise d'échantillon**
- **Une rétention plus faible des polysaccharides dans le cas du métal fritté (8%)**

**Après cette filtration sur fritté d'inox, ce vin présente des caractéristiques similaires à la filtration sur plaque et suffisantes pour une filtration sur membranes en vue de sa mise en bouteilles.**



**Tableau III : Comparaison de la filtration sur métal fritté à une filtration sur plaques.**

	Témoin	Métal fritté inox	Plaque
<b>Turbidité (NTU) à 20°C</b>	<b>10.3</b>	<b>0.29 – 0.39</b>	<b>0.28 – 0.32</b>
<b>Indice de colmatage</b>	<b>42</b>	<b>7 – 12</b>	<b>8 – 10</b>
<b>Levures (UFC/250 ml)</b>	<b>In comptables</b>	<b>&lt; 1</b>	<b>20 - 38</b>
<b>Bactéries total (UFC/100 ml)</b>	<b>In comptables</b>	<b>In comptables</b>	<b>In comptables</b>
<b>Polysaccharides mg/l éq glucose</b>		<b>139</b>	<b>128</b>

## B - Essai de filtration d'un vin rouge 2000 sorti de colle.

Le vin rouge choisi est un Bordeaux rouge 2000 sorti de colle, présentant des caractéristiques « classiques ».

**Tableau IV : Protocole de filtration du vin rouge sorti de colle**

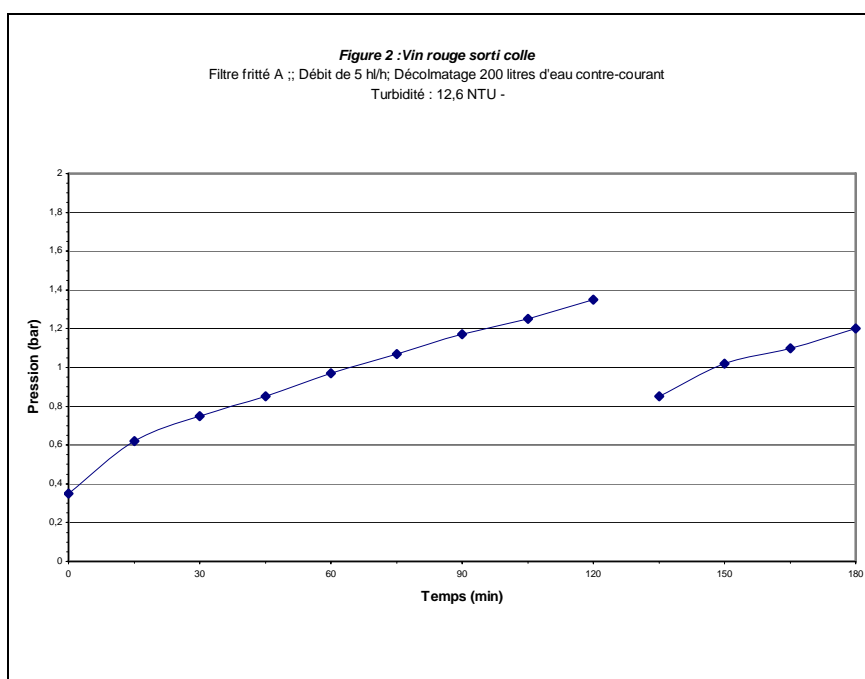
	Filtration Métal fritté d'inox	Filtre à terre
<b>Volume de vin (hl)</b>	<b>15</b>	<b>350</b>
<b>Surface du filtre (m<sup>2</sup>)</b>	<b>1</b>	<b>8 (filtre IMECA)</b>
<b>Type de filtre</b>	<b>Fritté d'inox A</b>	<b>Diatose 14 (2-3 Darcy)</b>
<b>Débit (l/h/m<sup>2</sup>)</b>	<b>500</b>	<b>/</b>
<b>Durée de filtration (h)</b>	<b>3 H 00</b>	<b>/</b>
<b>Cycle de dé colmatage</b>	<b>1</b>	<b>/</b>
<b>Température de filtration</b>	<b>20°C</b>	<b>20°C</b>

(La pression de filtration a été relevée toutes les 15 min)

La filtration sur métal fritté est comparée avec une filtration sur terre (tableau IV) ; les résultats montrent (figure 2 et tableau V) :

- un colmatage régulier
- un dé-colmatage à l'eau à contre-courant assez efficace
- une reprise de limpidité satisfaisante mais inférieure à la filtration sur terre
- une amélioration relative de l'indice de colmatage, inférieur à la filtration sur terre
- une très bonne rétention de micro-organismes comparable à la filtration sur terre.
- une rétention de polysaccharides très faible pour le fritté d'inox (6%) comparée à la filtration sur terres (47%), déstructurant le vin.

La filtration sur terre montre bien une rétention différente, sans qu'elle soit suffisante pour une mise en bouteille directe, bien que retenant presque 50% des polysaccharides en présence. La filtration sur fritté est satisfaisante, permettant une filtration finale dans des conditions correctes, et respectant parfaitement la structure du vin.



**Tableau V : Comparaison de la filtration d'un vin rouge sur métal fritté à une filtration sur terre.**

	Témoin	Métal fritté	Filtration terre
<b>Turbidité (NTU) à 20°C</b>	<b>12.6</b>	<b>5.75</b>	<b>2.82</b>
<b>Indice de colmatage</b>	<b>95 ml / 5 min</b>	<b>185 ml / 5 min</b>	<b>310 ml / 5 min</b>
<b>Levure (UFC/250 ml)</b>	<b>17 000</b>	<b>900 - 2200</b>	<b>5 000 - 9 000</b>
<b>Bactéries totales (UFC/100 ml)</b>	<b>1090</b>	<b>102 - 790</b>	<b>94 - 165</b>
<b>Polysaccharides mg/l éq glucose</b>	<b>189</b>	<b>178</b>	<b>100</b>

## IV - RESULTATS DE DEGUSTATIONS

Les résultats sont présentés dans le tableau VI :

**Tableau VI : Résultats de dégustation**

	<b>CLAIRET</b>	<b>BORDEAUX</b>
MOYENNE	1,03	1,25
OEL	1,13	1,00
NEZ	1,00	1,38
BOUCHE	1,00	1,25
HARMONIE	1,00	1,38

*Clairret: comparaison avec une filtration sur plaque*

*Bordeaux: comparaison avec une filtration sur terres*

*La note 0 est attribuée pour une préférence au média de référence, 1 sans différence et 2 pour le fritté.*

*Dégustation réalisée par un jury de 8 personnes*

Ils montrent une neutralité ou une préférence pour le métal fritté sur l'ensemble des critères.

Par ailleurs, il a été dégusté d'autres vins issus d'essais comparables. Toutes les dégustations sont neutres ou en faveur du métal fritté, surtout sur les critères *bouche* et *harmonie*, d'autant plus que la structure tanique est plus importante, et cela directement en relation avec la concentration en polysaccharides qui est respectée pour le fritté (de l'ordre de 5 à 10 %) et fortement diminuée pour la filtration sur terre (de 20 à 50%).

## V – RETENTION DES PARTICULES

La rétention n'est pas homogène suivant la taille et le type de particules. Il apparaît dans de nombreux cas que les micro-organismes sont bien retenus, étant pourtant d'une taille très inférieure au diamètre de pores ; des mécanismes de rétention non mécanique de type électrochimique ont déjà été démontrés (H. ROMAT 1986).

La reprise de limpidité, n'est pas la même dans tous les cas, et semble montrer une rétention différenciée suivant les particules en présence.

Afin de vérifier le seuil absolu de rétention du fritté d'inox, un échantillon non filtré et filtré sur métal fritté d'inox ont été soumis à un comptage de particules dont les résultats sont retranscrits dans le Tableau VII.

On observe bien une rétention absolue à partir de 10 µm, très bonne de 5 à 10 µm et assez bonne de 0,5µm à 5 µm, dont on peut expliquer en particulier la bonne rétention des levures et la relative bonne rétention des bactéries.

**Tableau VII : Comparaison des profils de distribution de taille de particules dans un vin blanc ( Sysmex, FPIA-2100, Prélèvement 0.37µl)**

	<b>Témoin</b>	<b>Filtré fritté d'inox</b>
<b>Classe de 20 à 40 µm</b>	<b>0</b>	<b>0</b>
<b>Classe de 10 à 20 µm</b>	<b>2</b>	<b>0</b>
<b>Classe de 5 à 10 µm</b>	<b>33</b>	<b>2</b>
<b>Classe de 0,5 à 5 µm</b>	<b>639</b>	<b>129</b>

## **VI – SYNTHÈSE-DISCUSSION**

L'ensemble des essais présentés, démontre la parfaite adaptation des membranes de frittés d'inox à une utilisation sur site de production, et ce pour une large palette de vins et de différentes recherches de clarification.

Les limpidités sont généralement suffisamment améliorées, et la rétention microbiologique est bonne et souvent suffisante au stade dans lequel se situe le vin.

La quasi-neutralité des frittés d'inox, vis à vis de la rétention des polysaccharides, autorise la répétition de la filtration sans aucun danger pour la structure du vin, ce qui n'est pas le cas des autres filtrations.

La dégustation reflète parfaitement cet état, et d'autant plus lorsque le vin est tannique.

Par ailleurs, la mise en place de différentes méthodes de décolmatage, par simple inversion de flux, eau à co-courant, eau à contre courant, eau chaude à 85°C, ou plus sophistiquées avec association de produits de désinfection, montrent bien la parfaite adaptabilité des membranes de fritté d'inox aux conditions de la pratique quotidienne des chais.

Ainsi l'application des nouvelles membranes d'inox fritté en Œnologie dans des conditions réelles sur site est démontrée. Sa parfaite adaptation pour la pré-filtration avant mise et la filtration sortie froid représentent deux étapes fondamentales où l'on doit au mieux respecter la structure du vin, et se différencie clairement et à son avantage des médias traditionnels.

L'utilisation d'un premier type de membrane en inox fritté, avec un diamètre moyen de pore de l'ordre de 12 µm, est parfaitement adaptée pour des clarifications de vins d'une turbidité inférieure à 50 NTU, ayant déjà eu un élevage minimum et ou une pré-clarification. Elle pourrait même s'envisager dans une conception de commercialisation en l'état, d'un certain type de vin ( soit de cycle rapide de consommation, soit d'un concept « non filtré »), permettant de garantir l'élimination de tout type de particules supérieur à 13,5 µm ( et donc de garantir sa parfaite alimentarité) et un minimum de stabilité, tout en respectant sa structure.

## **VII - CONCLUSION**

L'utilisation de membranes de fritté d'inox de seconde génération en Œnologie, constitue donc une réelle évolution d'une nouvelle filtration frontale, par son intégration parfaite dans le cycle de stabilisation et de clarification, et présente vis à vis des autres techniques séparatives les

**avantages suivants :une filtration sans consommable, une facilité de mise en œuvre qui ne requiert aucune technicité, une régénération simple et propre (par inversion de flux ou par de l'eau à contre courant, voire par des ultrasons, l'utilisation de produits chimiques étant réservée à des opérations très ponctuelles), une adaptation assez large aux différents objectifs de clarification, une adaptation à différents types de vins (blanc, rosé, rouge, liquoreux) et moûts ou dérivés (alcools et distillats), une neutralité absolue en terme de goût, et une incidence très faible sur les macromolécules et en particulier les polysaccharides qu'aucune filtration n'a pu garantir jusque là.**

**Cependant, l'utilisation des membranes de type A ne couvre pas l'ensemble de la clarification des moûts et des vins. Dans cette perspective, pour une utilisation plus large, nous travaillons à l'élaboration de membranes adaptées à la filtration de produits plus en amont (turbidité supérieure à 50 NTU) et pour des filtrations finales stérilisantes.**

**Ainsi, l'application de la filtration frontale, technique ancienne peut avec des membranes de fritté d'inox apporter de nouvelles perspectives, tant sur le type de rétention plus sélectif, que sur une approche nouvelle de la filtration d'une sécurité totale, avec une qualité environnementale parfaite, et un respect total de la qualité des vins.**

*Remerciements : ce travail a été réalisé avec la collaboration de Mr Guy GUIMBERTEAU, Mme Martine MIETTON-PEUCHOT, Mme Virginie MOINE, la Sté SARCO et Mr Jean-Philippe GERVAIS, ainsi que l'ensemble des propriétaires et négociants qui pour des raisons de confidentialité ne sont pas nommés.*

### **Bibliographie simplifiée**

- **Descout JJ : Utilisation des métaux frittés dans la filtration des vins. Revue Française d'oenologie, 1987.**
- **Romat H. : Etude de l'utilisation des parois métalliques poreuses frittées pour la filtration des vins. Thèse Doctorat d'Université Bordeaux II, 1986.**
- **Romat H., Descout JJ., Guimberteau G. : Etude de l'utilisation des parois métalliques poreuses frittées pour la filtration des vins. Connaissance de la Vigne et du Vin, n° 20, 1986.**