

PROPOSITION DE CRITERES DE FILTRATION EN APPLICATION DU COEFFICIENT DE COLMATAGE

H. ROMAT (Hervé Romat Conseil/Consultant Lamothe Abiet-Novozymes) romat@herve-romat-conseil.fr

G. REYNOU (Lamothe Abiet), greynou@lamothe-abiet.com

La recherche d'une meilleure filtration, moins traumatisante pour les vins, et mieux appréhendable en terme économique, est un souci pratique constant pour de nombreux œnologues. Face aux nombreux médias disponibles et utilisés dans les différentes filtrations, il est apparu nécessaire de trouver une caractérisation pratique du couple « vin-média ». Ainsi, dans le cadre de la recherche d'applications pratiques du Coefficient de Colmatage, nous proposons de définir avec la participation de la société Lamothe Abiet, des Critères de Filtration (dénommé CFLA).

Les critères de filtrations sont issus de nombreuses observations de terrain, et permettent d'orienter le type de filtration le plus adapté à la filtrabilité d'un vin considéré.

Cela s'inscrit aussi dans la suite des travaux de A.Humbert (2004-2005) qui a pu montrer l'influence des traitements enzymatiques spécifiques (fournit par Novozymes) sur la filtrabilité, en parallèle d'autres travaux sur la filtration abordés par un groupe de travail (LGPE/M.Mietton-Peuchot avec Novozymes/RM Canal LLaubères, Hervé Romat Conseil, et Lamothe Abiet).

Approche générale :

Trop souvent, pour les filtrations intermédiaires ou préparatoires à la mise en bouteille (en dehors de la filtration finale sur membrane), les praticiens filtrent sans vraiment avoir les moyens de caractériser et d'appréhender les colmatages qui peuvent survenir, pouvant remettre en cause le déroulement normal du cycle prévu et/ou la qualité finale des vins. Par ailleurs, les colmatages impromptus peuvent avoir des conséquences sur les coûts directs ou indirects (gestion des liquides et valorisation du vin). C'est donc une opération capitale, qui ne possède pas de véritable caractérisation, et reste encore assez mal maîtrisée.

La définition du coefficient de colmatage comme approche de la filtrabilité reste assez théorique, et peut être difficile à utiliser sans repère précis. Il est donc intéressant d'en avoir une application pratique, mettant en perspectives les principaux médias filtrants pouvant être utilisés, permettant une appréhension générale de la filtration des vins à différents stades d'élaboration.

Pour cela, nous avons effectués durant près de 6 mois des tests et des suivis de filtrations pratiques sur les principaux matériaux de filtration, cela pour de très nombreux vins, issus de différentes régions, de différentes vinifications et de différents élevages, pour avoir une validation la plus large.

Description des tests :

Choix des médias filtrants :

Dans un souci de simplification, après de nombreuses observations, nous avons réussi à rassembler les différents matériaux utilisables (Terres, plaques, lenticulaires, membranes) sous 3 types de médias. Ensuite, nous avons conçu une segmentation de 3 niveaux (Tableau I) pour ces 3 médias, en fonction de la turbidité.

Les différents médias (identifiés Lamothe Abiet) sont de matériaux et de diamètres de pore différents:

- de type 0.65µm pour les vins d'une turbidité inférieure à 3 NTU,
- de type 1.2 µm pour les vins d'une turbidité de 3 à 15 NTU
- de type 5 µm pour les vins d'une turbidité de 15 à 50 NTU

Procédé

Le test de filtration s'effectue à pression constante sous 1 bar (permettant de s'assurer de l'application de la loi du colmatage progressif des pores) ; le volume est mesuré toutes les 10 secondes pendant 5 minutes maximum.

A partir de l'écoulement, on retranscrit les résultats sur un tableau, et en appliquant l'équation du colmatage progressif des pores : « $t/V = K.t + 1/Q_0$ » on peut en déduire le Coefficient de Colmatage K/Q_0 .

Critères de Filtration

Les critères de filtrations sont déterminés en fonction des meilleures adéquations Vin- Média filtrant, rassemblées dans le tableau I.

Tableau 1: Critères de Filtration (en fonction de la turbidité et à 20°C)

	<u>TURBIDITE (NTU)</u>		
	T < 3 NTU	3 NTU < T < 15 NTU	15 NTU < T < 50 NTU
<u>CFLA</u> ($K/Q_0 \cdot 10^{-5} \cdot s/l^2$)	MEMBRANE A * (type 0,65µm)	MEMBRANE B * (type 1,2µm)	MEMBRANE C * (tpe 5µm)
CFLA < 10	PREFILTRE CARTOUCHE + MEMBRANE 0.65µm <i>CALCUL DU VMAX OU IC</i>	PLAQUE/LENTICULAIRE « SERREE » Type K 100-EK * ou PREFILTRE CARTOUCHE + MEMBRANE 1.2µm	PLAQUE/LENTICULAIRE Type K250 - K 100 * ou (FRITTE INOX 05)
10 < CFLA < 50	PLAQUE/LENTICULAIRE "STERILISANT" TYPE EK-EKS * ou PREFILTRE CARTOUCHE + MEMBRANE 1.2µm	PLAQUE/LENTICULAIRE Type K250 - K 100 * ou (FRITTE INOX 05)	PLAQUE « CLARIFIANTE » Type K 700 * ou TERRE FINE (<1Da) ou TANGENTIELLE
200 > CFLA > 50	PLAQUE/LENTICULAIRE Type K250 - K 100 ou (FRITTE INOX 05)	PLAQUE « CLARIFIANTE » Type K 700 * ou TERRE FINE (<1Da)	TERRE LACHE (2Da) ou MELANGE AVEC FINE (<1Da) ou TANGENTIELLE

Note : * identification Lamothe Abiet et référence Pall-Seitz

- CFLA < 10 : cela signifie que la filtrabilité est optimum par rapport au média utilisé en test, que le colmatage sera faible avec un cycle supérieur à 8 heures, avec un risque de surfiltration limité à l'adsorption du matériau indiqué. On pourra alors filtrer sur un matériau comparable au média test.
- 10 < CFLA < 50 : cela signifie que la filtrabilité est moyenne par rapport au média utilisé en test, avec un risque de colmatage et de surfiltration en fin de cycle. Cela signifie qu'il faudrait filtrer sur un matériau légèrement plus lâche que le type du matériau testé, ou qu'il est nécessaire d'améliorer la préparation du vin.
- 50 < CFLA < 200 : cela signifie que la filtrabilité est mauvaise par rapport au média utilisé en test. Le cycle de filtration sera écourté et la surfiltration avérée. Il faut donc filtrer sur un matériau beaucoup plus lâche que le type de média test, ou améliorer la préparation du vin (collage, traitement enzymatique,...).

Remarques :

- 200 < CFLA : cela traduit une impossibilité de filtration. Il y a une totale inadéquation entre le vin et le média considéré. Il y aura surfiltration caractérisée, et on pourrait en déduire que si le vin est quand même filtré il perdra une partie de sa structure colloïdale.
- Si la turbidité est supérieure à 50 NTU, il est difficile d'effectuer un test cohérent compte tenu de la grande diversité des particules qui varie en fonction des vins, de leur origine et de leur historique.

- Si la turbidité est inférieure à 3 NTU et si le coefficient de colmatage est suffisamment faible, alors il est possible de faire un Indice ou Colmatage ou un V max, pour retrouver les repères existants pour la filtration sur membrane.
- Les applications médias filtrants ne sont valables que si les débits préconisés par les fabricants et matériaux sont respectés.
- Il est impératif d'interpréter et de comparer des coefficients de colmatage uniquement associés au même type de média (nature, diamètre de pore et fabricant), dans les mêmes conditions d'essai.
- La température ayant un effet direct sur la filtrabilité, les tests doivent être effectués à la même température que celle utilisée lors de la filtration pratique.

Interprétation

Les indications données dans le Tableau I sont représentatives des filtrations les plus courantes, cependant :

- pour ce qui est des filtrations sur terres, il est difficile de faire une interprétation directe, compte tenu des différentes compositions et débits possibles. Malgré cela, les essais que nous avons suivis nous permettent d'en faire une extrapolation suffisante pour une bonne conduite de cette filtration, de mieux l'appréhender et de la rationaliser.
- pour la filtration tangentielle, si elle peut s'appliquer théoriquement à toutes les filtrabilités, quels que soient les critères, leur prise en compte permettra néanmoins d'optimiser les cycles et de ne pas appauvrir les vins en colloïdes bénéfiques ou de remettre en cause la durée de vie des membranes.
- pour la filtration sur plaque, il existe une grande diversité que nous avons volontairement réduite aux plaques les plus utilisées.
- pour la filtration sur Inox Fritté, bien qu'encore peu utilisée, elle a été le matériau référence des travaux initiaux sur la filtrabilité.

Ainsi, les critères de filtration permettent d'orienter rapidement la filtration d'un vin (quel que soit son stade d'élevage) vers le matériau courant le plus adapté. Cela permet, soit d'éviter les colmatages prématurés (pas toujours prévisibles par les tests actuels), soit de valider les itinéraires techniques de préparation des vins en vue de leur filtration, soit d'éviter toute dégradation qualitative importante.

Exemples d'application

1- Amélioration de la filtrabilité par collage sur un vin blanc

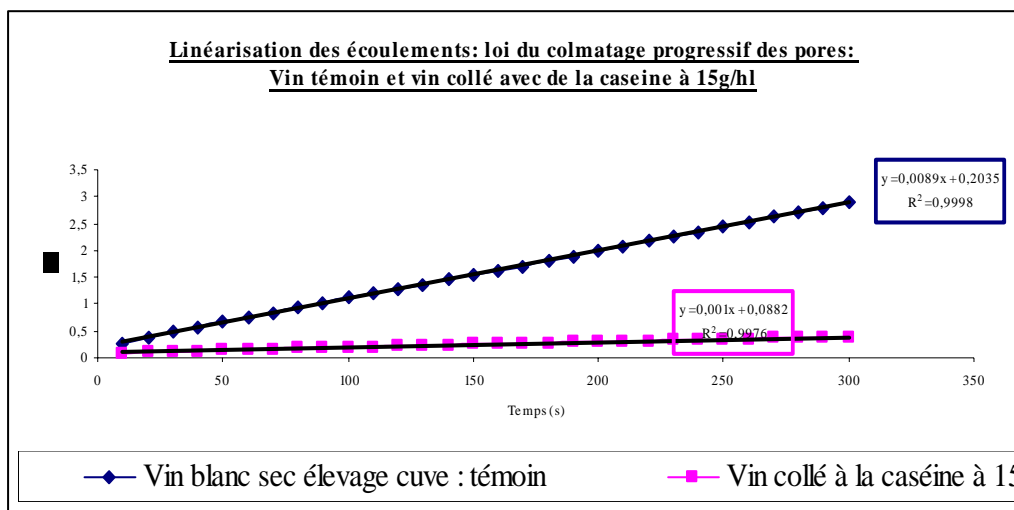


Figure 1 : Incidence d'un collage sur la filtrabilité d'un vin blanc

Tableau 2: Résultats de filtrabilité des vins témoin et collé

Test filtrabilité sur membrane 5µm	Vin Témoin	Vin collé à la caséine à 15g/hl
Turbidité (NTU)	9	2
Volume écoulé en 5min (ml)	103	774
K (10 ⁻³)	8.9	1
1/Q ₀ (10 ⁻²)	20.3	8.8
CFLA=K/Q ₀ (10 ⁻⁵)	181	9

Le vin blanc avant et après collage dont les écoulements sont retranscrits sur la figure 1 et dans le tableau 2, présentait une turbidité avant collage de 9 NTU. Le CFLA sur 5µm [CC (5µm-20)] de 181 signifie qu'il était très difficilement filtrable même sur terre. Suite à un collage à la caséine à 15g/Hl, le CFLA a été réduit à 9, soit autorisant directement une filtration sur plaque ou lenticulaire.

2- Filtration d'un vin rouge à la mise en bouteille

Tableau II : suivi d'une mise en bouteille d'un vin rouge 2004.

Incidence d'un traitement enzymatique (Vinoflow G 4g/Hl pendant 5 jours)

	Turbidité	Membranes	Volume écoulé (ml) en 120s	K 10 ⁻⁴	1/Q ₀ 10 ⁻²	CFLA K/Q ₀ 10 ⁻⁵	Observations durant la filtration
Vin brut	10 NTU	0,65	31	271	64	1734	Filtration sur Plaque K 250 Colmatage rapide après 1 heure
		1,2	45	189	45	851	
		5	143	58	14	81	
Vin traité (Vinoflow G 4g/hl)	7 NTU	0,65	74	79	23	182	Filtration sur Plaque K 250 Pas de problème de colmatage sur 8 h de filtration
		1,2	163	46	18	83	
		5	526	10	11	11	

Le vin décrit Tableau II présentait une turbidité qui paraissait très acceptable pour le média filtrant considéré (déterminé par habitude). Or, le jour de la mise en bouteille, la filtration s'est avérée impossible avec un colmatage au bout d'une heure. Le calcul du Coefficient de colmatage a confirmé cette difficulté (CFLA 5µm > 50). Les critères nous montrent également qu'une filtration sur terre n'aurait pas facilement résolu ce problème de colmatage, et aurait nécessité certainement une autre filtration.

Suite au traitement enzymatique, le CFLA sur 5µm à 15°C [CC (5µm-15)] a été très largement amélioré conduisant à une filtration sur le matériau choisi, qui a pu s'effectuer sans aucune difficulté sur 8 heures et sans dégradation qualitative.

Conclusion :

L'utilisation du Coefficient de Colmatage caractérisant la filtrabilité vis-à-vis d'un couple vin – média, permet de proposer une application très pratique par la proposition de critères de Filtration dénommé « Critères de Filtration Lamothe Abiet » (CFLA).

Ces critères sont une aide à la rationalisation de la filtration par l'appréhension du colmatage potentiel, permettant le meilleur choix du média filtrant et/ou de valider l'itinéraire technique de la préparation des vins en vue de leur filtration (validation des produits et procédés mis en oeuvre lors de l'élevage ou de la préparation à la mise en bouteille).

Enfin, cela peut aussi constituer une nouvelle approche de l'ensemble des éléments de l'élaboration des vins, intégrant les techniques et produits de vinification, les différents adjuvants ou

auxiliaires, pouvant favoriser ou défavoriser la filtrabilité, qui est un élément clef de la qualité finale des vins en bouteille.

NB : Ce travail a été effectué dans le cadre d'un «Projet filtration » initiée par Lamothe Abiet. Par ailleurs Lamothe Abiet proposera prochainement un « kit de Filtrabilité » avec les différentes membranes pour l'interprétation du Coefficient de Colmatage et l'application des Critères de Filtration. Lamothe Abiet assure d'ores et déjà un service technique sur l'approche et le suivi des filtrations.