

APPROCHE PARTICULAIRE ET COLLOÏDALE DE LA FILTRATION : DEFINITION D'UN INDICE ŒNOLOGIQUE DE FILTRATION ET APPLICATIONS PRATIQUES

Hervé ROMAT /HERVE ROMAT CONSEIL - 33 710 TEUILLAC – romat@herve-romat-conseil.fr

La filtrabilité du vin est la résultante de la contribution au colmatage de deux parties distinctes : d'une part une fraction particulaire constituant le trouble et quasi « non modifiable », et d'autre part une fraction colloïdale et « modifiable ». La recherche d'une amélioration de la turbidité et/ou de la filtrabilité pourra alors faire appel à des approches œnologiques et/ou technologiques différentes suivant les fractions concernées et pouvant entraîner des mises en œuvre de filtrations diverses, et ayant des incidences et conséquences qualitatives différentes.

La difficulté de la filtration réside toujours dans l'optimisation de la rétention particulaire (turbidité et stabilité microbiologique), tout en protégeant au mieux la constitution colloïdale du vin. En parallèle, la recherche d'une certaine présence de polysaccharides peut être un des objectifs œnologiques, mais la conservation de ceux-ci, devrait être prédominante ou tout du moins tout aussi importante, pour avoir le meilleur vin et le plus stable possible en bouteille.

Bien que les dernières caractérisations de la filtrabilité (Romat, 2007), et de l'influence de la température (Romat, 2011), améliorent l'approche générale de la filtration, en pratique les choix œnologiques et le type de filtration nécessitent une appréhension du rapport entre les deux fractions particulaire et colloïdale, pour atteindre les objectifs et le meilleur respect des vins.

Dans ce contexte nous avons voulu proposer un Indice Œnologique de Filtration (IEF), qui permet une meilleure aide à la décision, particulièrement pour les turbidités > 2 et de filtrabilité > 10 .

CARACTERISATION DE LA SEGMENTATION PARTICULAIRE ET COLLOÏDALE

La fraction particulaire, se caractérise par des particules solides dont la constitution est définie physiquement, se mesurent en μm ($> 0.2\mu\text{m}$) et constitue le trouble du vin mesuré par la turbidité (NTU).

La fraction colloïdale se caractérise par des molécules chimiques, dont la structure peut évoluer en fonction du temps, du pH et d'éventuels additifs comme les enzymes ; ces molécules ne se mesurent pas en μm , mais se caractérisent par leur poids moléculaire KDa (kiloDalton) ; elle n'est pas quantifiée par la turbidité.

Rappel sur la Turbidité :

La mesure de la turbidité d'un liquide utilise le principe de l'interaction entre une onde lumineuse incidente et une particule en suspension engendrant principalement des phénomènes de diffusion, réflexion, absorption, et réfraction. Cette particule selon sa taille, sa nature, sa forme, son indice de réfraction et de la longueur d'onde du faisceau lumineux, ainsi que de son intensité, provoque une dispersion de la lumière incidente dans toutes les directions.

La turbidité mesurée par la quasi-totalité des turbidimètres utilisés en pratique, ne prennent pas en compte les particules en dessous de 0,2 μm , ne réfléchissant que peu de lumière ; cela exclut donc la prise en compte de la fraction colloïdale, ainsi que quelconque interprétation sur la composition de cette fraction.

Cependant, même en l'absence de particules dans un fluide il subsiste un « désordre moléculaire » engendrant une diffusion moléculaire d'une valeur pouvant être approchée par filtration ultrafine et qui se situe à +/- 0.3 NTU. Ce niveau constant (similaire à un bruit de fond naturel constant) représente une limite minimale théorique dans les mesures de turbidité, en deçà de laquelle il n'y a donc aucun intérêt d'objectif, cela d'autant plus que les vins sont déjà brillants à des turbidités plus élevées (Romat, 1986).

Influence sur le colmatage :

La fraction particulaire peut naturellement avoir des conséquences importantes sur la filtrabilité, surtout par la présence de micro organismes ayant des propriétés colmatantes importantes. Cependant, globalement on observera un colmatage de type plutôt « mécanique », bien que l'influence de charges électrostatiques puisse aussi jouer un rôle important suivant les matériaux utilisés.

La fraction colloïdale, non prise en compte dans le trouble, joue un rôle très important dans le colmatage. Le pouvoir colmatant des colloïdes, n'est pas seulement directement lié à leur teneur totale, mais plutôt à la nature, à leur poids moléculaire, à leur structure et à leur volume hydrodynamique (Vernhet, 1999) ; le pouvoir colmatant sera aussi largement influencé par la polarité (charge électrique) du matériau (Vernhet, 1999). Dans ce cas le colmatage sera plutôt de type adsorption, et donc très influencé par la nature du matériau (potentiel zêta).

Remarque : comme en témoigne les nombreux exemples de mesures de turbidités et de filtrabilités : pour un même vignoble, on peut avoir des vins très différents suivant les millésimes, et parallèlement dans un même millésime pour des vignobles comparables, suivant la vinification et l'élevage, la nature et la quantité de polysaccharides pourront être très différentes, et on peut/doit faire appel à des approches œnologiques et de filtrations très différentes. Ainsi, la répétition et la reproduction de pratiques œnologiques et/ou de filtrations peuvent conduire à des résultats très variables, voire dans certains cas à des échecs ou à des dégradations qualitatives.

CONSTITUTION PARTICULAIRE

La fraction particulaire est constituée de particules de différentes natures (tableau 1), et elle est caractérisée de manière très globale par la turbidité, mais sans que l'on puisse cependant en déduire le type, la taille et la quantité de particules.

Tableau I : Différentes particules du vins (d'après E. PEYNAUD)

> 50 µm	Débris végétaux amas flocculats divers
10 < < 50 µm	Cristaux, débris divers
1,5 < < 10 µm	Levures, précipités,
0,5 < < 1,5µm	Bactéries particules amorphes

La recherche d'une diminution de la turbidité par l'élimination de la fraction particulaire se fera au travers de différents procédés : sédimentation/soutirage, centrifugation (généralement réservée aux gros volumes), et les différentes filtrations existantes. Cependant ces différentes approches seront confrontées à l'influence colmatante colloïdale. Elle ne pourra donc se faire que si le vin n'est pas trop riche en colloïdes colmatant et/ou si le matériau utilisé n'est pas trop « réactifs » à certains colloïdes.

En effet, les sites de rétention du matériau filtrant seront d'autant plus disponibles et efficaces pour les particules, qu'ils ne seront pas « encombrés » de macromolécules colmatantes.

CONSTITUTION COLLOÏDALE

La composition colloïdale des vins est variable et peut avoir des constitutions chimiques différentes et l'on distingue principalement :

Par origine :

- raisin : la pectine, les polyphénols, polysaccharides du raisin et éventuellement de Botrytis, et macromolécules diverses,
- vinification : extraction des polysaccharides du raisin et polysaccharides de levure, ainsi que des mannoprotéines.
- élevage : polysaccharides et mannoprotéines de levures et éventuellement polysaccharides de bactéries lactiques, du bois, ou éventuellement issu d'additifs œnologiques

Par nature :

- Les glucanes : issus de Botrytis ou de Levures, ils sont très colmatants
- Les mannoprotéines (protéines+mannose) : provenant du raisin et surtout de la levure, et pouvant être additionnées pour améliorer la stabilité tartrique des vins ; elles ne sont pas très colmatantes mais sont facilement retenues dans des proportions assez fortes par des filtrations fines.
- les polysaccharides neutres : principalement ArabinoGalactanes-Protéines (AGP / AGP1 ou AGP2) représentant près de la moitié des polysaccharides du vin,

- les polysaccharides acides : principalement les Rhamnogalacturonanes (RG1 et RG2 provenant du raisin) qui représentent une grosse partie des polysaccharides du vin. Le RG2 bien que d'un poids moléculaire assez faible est particulièrement colmatant et non attaqué par les enzymes pectolytiques classiques.
- Certaines fractions colloïdales polyphénoliques : copolymérisation tanins avec des polysaccharides, association tanins avec des protéines, complexes divers dont le plus connus et le complexe tanin - fer.

Dans cette fraction colloïdale, une partie peut être considérée comme « non qualitative » tel que par exemple la pectine ou le glucane de Botrytis, et une autre partie considérée comme « qualitative » tel que les polysaccharides de la levure et en particulier les mannoprotéines.

Une classification pourrait/devoir être effectuée sur les caractéristiques organoleptiques, mais il n'y a pas de classification des polysaccharides de leur influence sur l'expression ainsi que sur la perception globale de la structure, et sur la densité - longueur. La seule observation globalement reconnue est qu'un vin trop filtré (à de nombreuses reprises ou sur des diamètres de pores trop petits) perd de ses qualités, et qu'en parallèle on constate que ces vins ont subits des pertes substantielles de polysaccharides (de 15 à plus de 60%), ce qui semble corréler le fait qu'ils jouent un rôle positif dans l'appréciation gustative.

Les opérations œnologiques pouvant entraîner des modifications colloïdales dans le vin sont de plusieurs types, principalement : les Enzymes pectolytiques (classiques ou enrichies en activités spécifiques comme la β -Glucanase, permettant le démantèlement partiel ou total des glucanes de Botrytis ou de la levure), le Collage (participant à une élimination de certains colloïdes, dont une fraction de polyphénols, contribuant ainsi à une amélioration globale de la filtrabilité ainsi qu'à la stabilité de la matière colorante), la stabulation à froid (entraînant une modification colloïdale provoquant des précipitations tartriques, des précipitations de matière colorante, ainsi que de certains colloïdes).

Elles doivent être considérées comme complémentaires au processus de clarification des vins, et permettent de diminuer généralement le nombre de filtration ainsi que les conséquences négatives de celles-ci.

DEFINITION D'UN INDICE ŒNOLOGIQUE DE FILTRATION « ICF »

Compte tenu de cette complexité et dualité de constitution, la turbidité et la filtrabilité seules n'apportent qu'une vision partielle ne différenciant pas les 2 fractions colloïdale et particulaire.

Ainsi, pour des vins de turbidité > 2 NTU et de filtrabilité >10, en complémentarité de la caractérisation de la filtrabilité, on peut proposer une caractérisation de l'orientation œnologique et/ou de la filtration, utilisant la turbidité et la filtrabilité (Coefficient de Colmatage* ou CFLA** / Romat, 2007) par la formule suivante :

$$ICF = \frac{\text{Filtrabilité}}{\text{Turbidité}}$$

- Filtrabilité : CC/CFLA exprimée en $10^{-5} \cdot s/l^2$ ***
- Turbidité : exprimée en NTU

*Coefficient de Colmatage défini par K/Q_0 , en utilisant un test d'écoulement vérifiant la loi de « Colmatage progressif des pores » $t/V = Kt + 1/Q_0$.

**CFLA (Critères de Filtration Lamothe Abiet) issu du Coefficient de Colmatage. Selon leur définition il pourra être utilisé différentes membranes suivant la turbidité.

***Le test de filtrabilité 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 120 secondes et les calculs de filtrabilité CC/CFLA s'effectuent à partir de $t/V = Kt + 1/Q_0$ (pratiqué par de nombreux laboratoires et description complète dans le N°124 Revue des Œnologues, 2007).

Tableau 2 : Exemples de résultats d'Indices Œnologique de Filtration en fonction de la Filtrabilité et de la Turbidité

<u>Turbidité (NTU)</u>	2	3	7.5	10	20	30	50
Filtrabilité CC ou CFLA ($10^{-5} \cdot s/l^2$)							
10	5	3	1.3	1	0.5	0.3	0.2
25	12	8	3	3	1.2	0.8	0.5
50	25	17	7	5	3	2	1
75	37	25	10	8	4	2.5	1.5
100	50	33	13	10	5	3.3	2
150	75	50	20	15	8	5	3
200	100	67	27	20	10	7	4

Ainsi, un vin d'une turbidité de 30 NTU, et dont la filtrabilité (CC/CFLA sur $5\mu m$) est de 25^* ($10^{-5} \cdot s/l^2$) aura un Indice Œnologique de Filtration de 0.8. Cette valeur indique que le vin malgré son trouble visuellement caractérisable, est assez peu colmatant par une présence assez faible de macromolécules colmatantes ; l'amélioration de cette filtrabilité ne nécessitera pas de traitement particulier et se fera facilement par élimination des particules.

Si au contraire un autre vin avec la même turbidité de 30 NTU a une filtrabilité (CC/CFLA sur $5\mu m$) de 200^* ($10^{-5} \cdot s/l^2$), l'Indice Œnologique de Filtration sera de 6,7. Cette valeur indique que le vin est très colmatant, « au-delà » de sa turbidité. L'amélioration de la filtrabilité devra donc passer par un traitement œnologique (collage et/ou froid et/ou ajout d'une enzyme spécifique), permettant de modifier la structure colloïdale colmatante, pour permettre une meilleure rétention des particules sans dégradation du vin.

*les valeurs de filtrabilité de 25 et de 200 sont obtenues par le calcul à partir du test de filtrabilité (CC/CFLA) défini plus haut.

Cet Indice Œnologique de Filtration génère donc une interprétation très intéressante sur l'approche de l'importance de l'une ou l'autre des fractions sur la filtrabilité, et permet donc des orientations œnologiques et/ou de filtration pour l'améliorer. Elle permet aussi d'anticiper la plus ou moins bonne rétention des particules dont les micro-organismes.

APPLICATION DE L'INDICE ŒNOLOGIQUE DE FILTRATION *ICF*

- *Si $ICF < 3$* : la filtrabilité est majoritairement influencée par la contribution de la fraction particulaire, par rapport à la fraction colloïdale ; la baisse de turbidité se fera facilement, soit par sédimentation naturelle soit par une filtration. Dans ce dernier cas, la filtration ne sera pas gênée par les colloïdes, la rétention des particules sera très bonne, et les risques de surfiltration seront limités à l'inadaptation de la filtration (seuil de rétention, techniques, matériau,...cf. Tableau CFLA).
- *Si $3 < ICF < 5$* : on peut considérer alors qu'il y a un mélange des contributions des différentes fractions particulaires et colloïdales. La rétention des particules pourra être gênée soit directement par certains colloïdes occupant des sites de rétention, soit indirectement par la modification des conditions hydrodynamiques (pression et/ou débit). La recherche d'une baisse de turbidité devra donc intégrer des opérations œnologiques et/ou technologiques pour améliorer la filtrabilité, diminuer les risques de surfiltration, et éviter toute dégradation du vin.
- *Si $ICF > 5$* : la filtrabilité est majoritairement marquée par la contribution colloïdale ; une baisse de la turbidité ne pourra s'envisager sans dégradation du vin, que par des opérations œnologiques et/ou technologiques de modification colloïdale (collage et/ou enzymage et/ou traitement au froid,...). Si une filtration était envisagée sans approche œnologique certains colloïdes gêneraient la rétention des particules, et entraîneraient une surfiltration dommageable, et s'en suivrait une dégradation de stabilité et qualitative.

Cet indice est donc très pratique pour appréhender les choix œnologiques et/ou les choix de filtration, et permet une meilleure anticipation des possibles surfiltrations et dégradations qualitatives, tout en améliorant la maîtrise de la filtration.

La fiabilité de cet indice sera toutefois conditionnée à la bonne représentativité de l'échantillon et à la bonne réalisation des tests de filtrabilité (conditions générales, température,...).

CONCLUSION

La répartition des fractions particulaire et colloïdale des vins, conditionne la bonne appréhension des opérations œnologiques et/ou des filtrations, et elle n'est pas semblable à tous les vins ; elle est variable en fonction de l'origine des raisins, des millésimes, des vinifications ou des élevages. Ainsi, le praticien qui est souvent confronté à une grande part d'inconnu, pourra utiliser le calcul de l'Indice Œnologique de Filtration pour avoir une meilleure appréhension. Cela lui permettra de mieux orienter les choix œnologiques influençant la filtrabilité, et de mieux choisir

l'opportunité et le type de filtrations, d'améliorer leur maîtrise, pour un meilleur respect des qualités des vins.