

<p style="text-align: center;">« COEFFICIENT DE COLMATAGE » : UNE NOUVELLE APPROCHE DE LA FILTRABILITE DES VINS</p>

H. ROMAT (Hervé Romat Conseil) romat@herve-romat-conseil.fr

La difficulté majeure de la pratique de la filtration des vins réside dans l'appréhension du colmatage, en terme économique et de ses conséquences sur la qualité des vins. Cela concerne non seulement les filtrations de mise en bouteilles mais aussi les filtrations intermédiaires ou préparatoires (filtration au cours de l'élevage, ou avant et après les traitements de stabilisation). Cela pose une réflexion sur la plus ou moins bonne préparation du vin à la filtration et simultanément sur le bon choix du média filtrant.

Depuis les années 1970-1980 où la filtration des vins suscitait un intérêt majeur (Gaillard 1976- Guimberteau, 1976 - Laurenty et Descout, 1977 – Serrano, 1981- Romat, 1983) avec l'abandon de l'amiante (1977), et les premières applications des membranes, d'une part les vins sont en général plus riche de constitution avec des consommateurs plus exigeants, et d'autre part la filtration des vins est devenue de plus en plus « technologique ». Cependant, au sens physique, les vins ne sont pas des solutions simples, mais des solutions complexes contenant des particules (différentes en taille et en nature, et plus ou moins colmatantes), des micro-organismes ainsi que des colloïdes. Ces derniers constituent une part importante des problèmes de clarification et de filtration, mais dans le même temps pour une partie ils sont aussi constitutifs de leur qualité. Ainsi les matériaux et techniques appliquées aux liquides en général (boissons simples, liquides chimique ou pharmaceutique) ne s'appliquent pas toujours facilement aux vins, et entraînent fréquemment de nombreuses conséquences œnologiques négatives, caractérisées par des dégustations défavorables, surtout sur les vins de qualités (Romat 2006).

La filtration des vins reste donc, et doit rester, une étape œnologique importante, pour la meilleure présentation du vin au consommateur (garantir le respect qualitatif et organoleptique, ainsi que la meilleure stabilité microbiologique), et doit être économiquement prévisible.

Ainsi, il est proposé une nouvelle caractérisation de la filtrabilité des vins par un « Coefficient de Colmatage » (CC), définissant le colmatage potentiel d'un vin vis-à-vis d'un matériau donné.

Point sur les caractérisations actuellement utilisées

Les tests ou indices actuellement utilisés ont été essentiellement créés pour la filtration finale sur membrane (de type 0.65µm). Le Volume Maximum Filtrable ou «V max » proposé par Gaillard (1978) (sous entendu à 0,65µm) et l' Indice de Colmatage » ou IC(M) par Laurenty et Descout (1977), ont permis d'estimer une certaine filtrabilité des vins pour cette filtration sur membrane.

Cependant, avant cette filtration ou en alternative à celle-ci, les vins doivent être filtrés à différents stades de clarification ou stabilisation et sur différents médias. Ainsi, les tests précédemment décrits ne permettent pas de caractériser correctement la filtrabilité et ne permettent pas d'appréhender de manière fiable les filtrations intermédiaires.

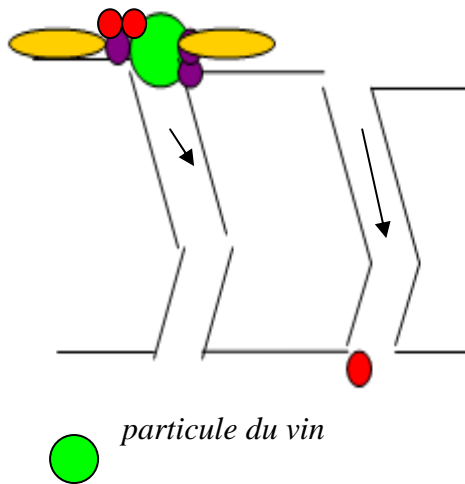
Par ailleurs, la turbidité ne prenant pas en compte ni la taille des particules et leur pouvoir colmatant, ni la présence de colloïdes en général, elle ne peut donc être utilisée que pour orienter grossièrement le type de filtration a minima.

Observations des conséquences œnologiques de différentes Lois de filtration

Les filtrations des liquides sur différents média filtrants peuvent obéir à pression constante à plusieurs lois de filtration comme modélisation (Herzig, 1970). Ainsi, pour la filtration des vins plusieurs lois peuvent s'appliquer en fonction des vins (type de particules, turbidité et état colloïdal), des matériels et des matériaux utilisés.

Cependant, il est important de voir qu'au-delà de l'application d'une modélisation, les lois dites de « colmatage brusques des pores » et de « colmatage progressif des pores » ont des significations différentes en termes de rétention, et donc de conséquences œnologiques :

Loi de Colmatage Brusque des pores :



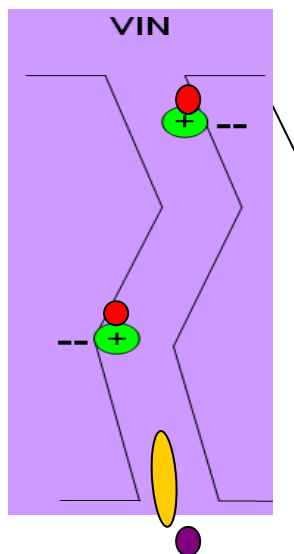
Cette loi entraîne une rétention à la surface du média filtrant, ce qui provoque à la fois :

- **une rétention aléatoire des micro-organismes** par une augmentation de la vitesse du fluide (croissante) dans les pores encore libres (de moins en moins nombreux), à débit constant.

- **une surfiltration par une rétention importante** de substances colloïdales et de colloïdes

Remarque : cette loi s'observe d'une part en filtration frontale dès que le colmatage est important et/ou que le diamètre moyen des pores est inférieur aux particules à retenir, et d'autre part en filtration tangentielle (principe de fonctionnement). Cela explique les rétentions parfois importantes de colloïdes et substances colloïdales (souvent associés à des tanins), pouvant occasionner des modifications sur les équilibres du vin et parfois même sur la stabilité (tartrique ou de matière colorante), caractérisant la « surfiltration ».

Loi de Colmatage progressif des pores :



Cette loi s'observe pour les filtrations frontales et exprime que le colmatage est progressif et que la rétention des particules n'obture pas les pores, en maintenant une vitesse de fluide quasi constante permettant :

- **une très bonne rétention des micro-organismes** par piégeage (mécanique ou électrochimique) si les débits sont respectés.

- **une rétention modérée de substance colloïdales et des colloïdes,** si un colmatage modéré est observé.

Remarque : Elle ne peut s'observer que si le diamètre moyen des pores est plus important que le diamètre moyen des particules à retenir. L'application de cette loi implique une rétention à la fois mécanique par piégeage mais aussi électrochimique.

Elle dépend du type de média et elle est fonction du pH du liquide filtré. Cela permet dans de nombreux cas un nettoyage du media à co-courant avec l'eau (pH 7 entraîne une libération des particules par le changement de charges des particules et/ou du matériaux), comme cela se pratique avec de nombreux matériaux de filtration frontale.

Analyse de la filtration par la loi dite de colmatage progressif des pores :

La loi du colmatage progressif des pores se définit à partir d'un écoulement à pression constante (figure 1), qui peut être traduit par une droite (figure 2) dont les éléments sont repris dans le tableau I :

$$t/V = K.t + 1/Q_0$$

t = temps, V=volume de vin recueilli, K= constante, Q₀=débit initial

Figure 1 : écoulements de 2 vins (A et B) au travers d'une membrane de 1.2 µm

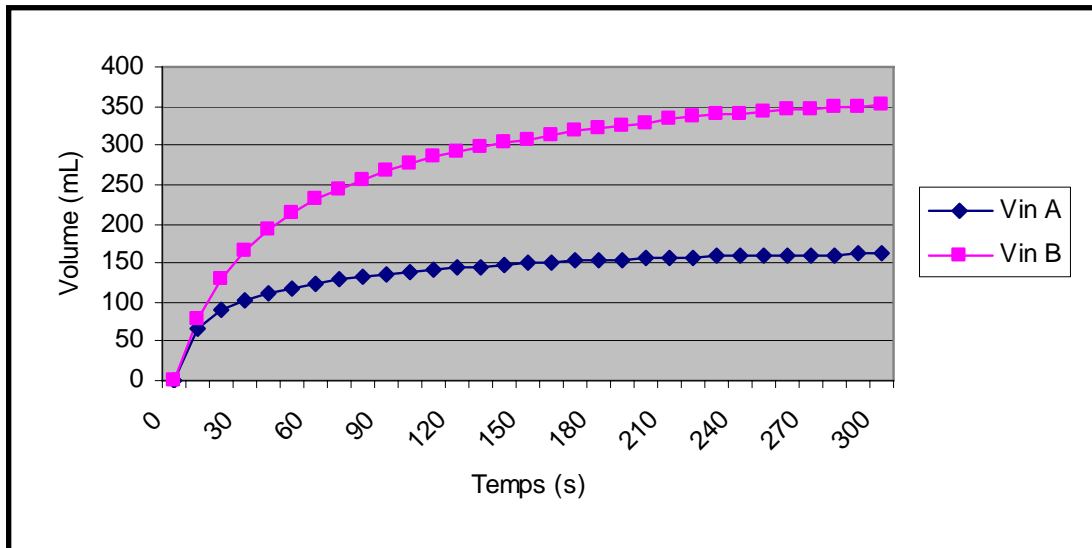


Figure 2 : linéarisation graphique des écoulements selon la loi du colmatage progressif des pores

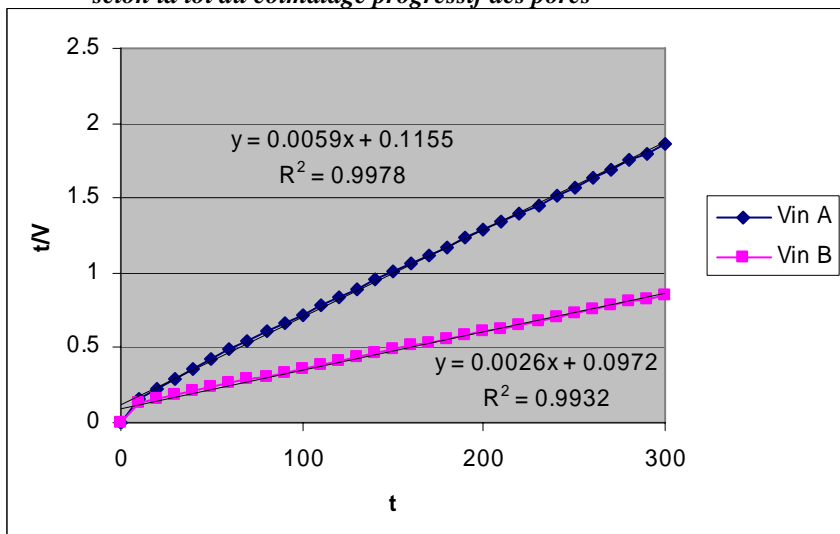


Tableau I : éléments des courbes de la figure 2

	Vin A	Vin B
K.10-3. l⁻¹	5.9	2.6
1/Q₀.10-2.s. l⁻¹	11.55	9.72

Remarque sur la constante K : elle représente la pente de la droite obtenue (et s'exprime en litre⁻¹), soit une approche du colmatage, plus elle est élevée plus le colmatage sera important. Elle a pu être définie comme le coefficient de filtrabilité (guide de la filtration) et peut être utilisée directement dans certains tests (M. Mietton-Peuchot, 2007).

Remarque sur Q₀, le débit initial (à pression constante) : il représente en fait l'adaptation du matériau au vin en terme de capacité de retenir la charge en particule du vin (il s'exprime en seconde/litre), et la plus ou moins bonne adéquation du seuil de rétention vis-à-vis du diamètre moyen des particules. Ainsi 1/Q₀ sera d'autant plus faible que le débit sera élevé.

La vérification de cette loi de filtration pour un vin donné en fonction d'un matériau, signifie une rétention sélective, et que cette rétention ne devrait que peu évoluer tout au long de la filtration considérée. Elle exprime le fait que les particules ou certains colloïdes ne bloquent pas les pores en surface, mais que ceux-ci se déposent dans l'épaisseur du matériau initial durant le cycle de filtration prévu, ou peuvent traverser le média si l'on considère que leur rétention n'est pas impérative. Cette loi pourrait donc être considérée comme le schéma idéal d'une filtration « œnologique », car respectueuse des qualités du vin et la plus intéressante économiquement par un colmatage pouvant être prévisible au-delà du cycle déterminé.

En parallèle de la considération du matériau (caractéristique de pore, matériau, et épaisseur), la filtration ne pourra obéir à la loi du colmatage progressif des pores, que si le vin se caractérise par une certaine filtrabilité, pouvant permettre un écoulement relativement constant à pression constante. C'est donc l'appréhension du « couple matériau – vin » qui permettra d'éviter un colmatage important ou prématuré et toute surfiltration. Dans de nombreux cas, la filtration ne suit cette loi qu'au début du cycle. Ensuite, par la rétention, le colmatage évolue plus ou moins rapidement pour se terminer par un colmatage total des pores.

Si l'on considère donc que la loi de colmatage progressif est souhaitable en œnologie, il faut donc en rechercher l'application la plus large (cette recherche de son application fût en particulier appliquée dans l'utilisation des inox frittés pour la filtration des vins -H. Romat 1986).

Définition du « coefficient de colmatage »

Si l'on associe la constante K et $1/Q_0$ on peut définir une nouvelle variable K/Q_0 , signifiant l'évolution du colmatage du vin vis-à-vis d'un matériau, et donc proposer un nouveau critère de filtrabilité : le coefficient de colmatage CC :

$$\mathbf{CC = K/Q_0 \text{ Coefficient de Colmatage}}$$

Il s'exprime en s/l^2 , soit en quelque sorte signifiant la décélération du débit, ou l'accélération du colmatage, à pression constante. Il est une véritable caractérisation du colmatage potentiel et de son évolution dans le temps.

Ainsi, une nouvelle caractérisation de la filtrabilité peut se faire, pouvant renseigner le praticien sur l'approche de la filtration, soit en terme économique en prévoyant le colmatage prématuré, soit vis-à-vis des conséquences œnologiques.

Application du Coefficient de Colmatage CC

Le Coefficient de Colmatage peut se faire sur n'importe quel média (de filtration frontale) avec un test à pression constante (si la loi du colmatage progressif est vérifiée), et peut s'appliquer à différents stades de préparation du vin.

Plus le Coefficient de Colmatage sera faible (< 10 exprimé en $10^{-5}.s/l^2$), plus la filtration suivra longtemps la loi de colmatage progressif, et permettra donc un bon déroulement de la filtration tant sur le plan économique que sur le plan qualitatif.

Plus il sera élevé (>50 exprimé en $10^{-5}.s/l^2$), plus l'accélération du colmatage sera rapide (abandon de la loi de colmatage progressif) avec des conséquences négatives, remettant en cause le déroulement de la filtration et/ou la qualité du vin.

Dans le cas où il dépassera $200 (10^{-5}.s/l^2)$ la filtration pourra être considérée comme impossible, avec une incompatibilité vin-matériau.

Dans l'exemple des vins A et B (figure 1 et 2, tableau I), dont les indices de colmatage étaient immesurables, on peut calculer les coefficients de colmatage respectifs sur un média de type $1.2 \mu\text{m}$ à 20°C :

$$\text{CC du vin A} = 68. 10^{-5}.s/l^2$$

$$\text{CC du vin B} = 25. 10^{-5}.s/l^2$$

On peut en conclure que la filtration du vin A entraînera des difficultés certaines, et que la membrane du type utilisée ($1.2 \mu\text{m}$) ne sera pas adaptée, alors que pour le vin B la filtration ne sera pas optimale, mais pourra certainement s'effectuer avec un colmatage plus modéré.

En terme pratique cela peut donc permettre, soit des applications directes pour appréhender la filtration d'un vin quelque soit son stade d'élevage et d'apprécier l'adaptation du matériau envisagé, soit des applications indirectes comme comparer la filtrabilité de différents vins (issus de différents assemblages, de différents traitements ou élevage, ...)

La répétabilité et la comparaison de différents Coefficients de Colmatage ne dépendent que du choix du média (à température constante). Comme dans les autres tests, il peut être important de faire un débit à l'eau (ultrafiltrée) pour avoir une base comparable de perméabilité.

Nomenclature : Pour la meilleure compréhension et une possible comparaison, il sera nécessaire de préciser le matériau et le diamètre de pore ainsi que la température, pour chaque test ; la nomenclature est définie comme suit : pour un diamètre de pore de 1.2 μm avec une mesure à 20°C on écrira « CC (1,2 μm -20°) ». D'une manière générale on n'utilisera pas de virgule, et on ne considérera les écarts comme significatifs qu'au delà de 3 %.

Conclusion :

La recherche d'une meilleure appréhension économique et qualitative de la filtration des vins à différents stades de préparation, a conduit à une nouvelle caractérisation de la filtrabilité par le calcul d'un Coefficient de Colmatage (CC). Il permet de caractériser par anticipation l'évolution du colmatage potentiel d'un vin vis-à-vis d'un média. Cela se traduit soit par la caractérisation de la plus ou moins bonne préparation des vins en vue de leur filtration sur un matériau prédéterminé à l'avance (contraintes/cahier des charges), soit par la remise en cause de l'utilisation d'un média donné si le vin n'a pas une filtrabilité suffisante (pour ne pas risquer un colmatage prématuré ou de dégrader ses qualités). Le coefficient de colmatage pourrait aussi servir à différencier des pratiques œnologiques qui favorisent ou défavorisent la clarification et/ou la filtrabilité des vins.

* Une application pratique de ce Coefficient de Colmatage CC, a permis dans une deuxième approche, de proposer des Critères de Filtration et font l'objet d'une publication complémentaire : « Proposition de Critères de Filtration en application du Coefficient de Colmatage ».