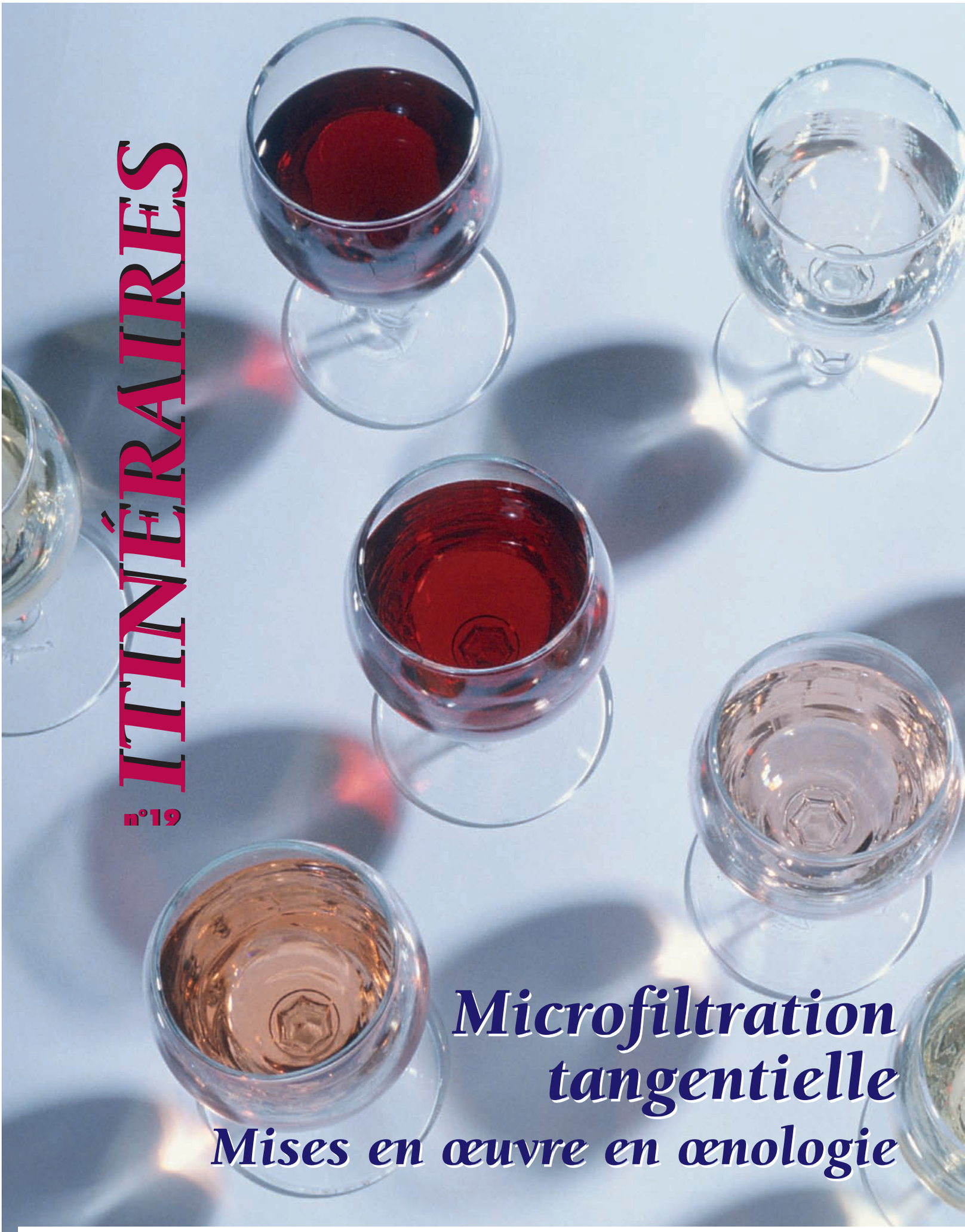


ITINÉRAIRES

n°19

Microfiltration tangentielle

Mises en œuvre en œnologie

ENTAV

FRANCE itv

Institut Français de la Vigne et du Vin

Sommaire

Principe et présentation du procédé ..... page 4
Matériaux, configurations, dispositifs d'utilisation et matériels ... page 8
Bonnes pratiques d'utilisation ..... page 15
Applications en œnologie et aspects qualitatifs ..... page 22
Aspects économiques ..... page 28
Glossaire / Pour en savoir plus ..... page 30

J-M. Desseigne, IFV

Avant-propos

Les travaux sur la filtration tangentielle ont commencé à l'ITV en 1983 avec des membranes d'ultrafiltration. Ils permirent de filtrer en un seul passage des vins troubles, mais les effets sur la composition des vins étaient non négligeables. Dès 1985, des membranes minérales puis organiques beaucoup plus ouvertes ont été évaluées. Les résultats ont progressé sur le plan de la qualité des produits.
Cette nouvelle technologie ouvre des perspectives très intéressantes à la fois sur le plan pratique par l'absence de consommables et les automatismes possibles, ainsi que sur les développements technologiques comme la possibilité d'éliminer la totalité des micro-organismes ou de faciliter les précipitations tartriques. De nombreux équipementiers du secteur vinicole se sont intéressés à cette nouvelle technologie, mais le développement de membranes adaptées à l'œnologie a été limité. Il en résulte une longue période de mise au point des paramètres de fonctionnement de la filtration et des différentes techniques de décolmatage des membranes. Ce dernier point a été le plus délicat et le plus long à résoudre. Il a fait l'objet de travaux de recherche et de thèses cherchant à comprendre la nature des dépôts, à améliorer les débits de perméation et *in fine* à obtenir une rentabilité économique de cette technique.

Jean-Luc Berger **Directeur Technique Vin et Marché**

ENTAV ITV FRANCE **Institut Français de la Vigne et du Vin**

Introduction

J-M. Desseigne, IFV

Essais de filtres tangentiels

Les premières applications de la microfiltration tangentielle ont été expérimentées dans le milieu des années 1980. Les premiers filtres n'étaient pas adaptés aux vins et la filtration engendrait de fortes rétentions en polyphénols et polysaccharides, avec une baisse de la qualité. Grâce aux progrès réalisés sur les matériaux membranaires et la maîtrise du procédé, les unités modernes de microfiltration tangentielle préservent désormais l'intégrité des vins et présentent de nombreux atouts pratiques : fonctionnement automatique et continu, réduction des pertes de vins et des rejets polluants… Cette technique suscite donc de plus en plus d'intérêt tant auprès des œnologues que des industriels.

Les applications envisageables sont multiples, la microfiltration tangentielle assurant à la fois la clarification et la stabilisation microbiologique des produits :

- clarification et stabilisation des vins avant embouteillage (ou autre conditionnement)
- filtration précoce des vins après fermentations
- stabilisation microbiologique des vins
- mutage et élaboration de vins partiellement fermentés
- débourbage des moûts et élaboration des jus de raisins
- filtration des bourbes
- filtration des sous-produits.

Ce document aborde dans un premier temps les principes du procédé de microfiltration tangentielle, les matériaux des membranes adaptées à l'œnologie et les schémas de fonctionnement des circuits de filtration. Ensuite, au travers d'essais réalisés par l'IFV et ses partenaires, seront présentés les bonnes pratiques d'utilisation, les applications en œnologie et enfin les données économiques attribuées à l'utilisation de la microfiltration tangentielle.

Un glossaire en page 30 facilitera la compréhension du document en proposant l'ensemble des définitions des termes cités, spécifiques à cette technique.

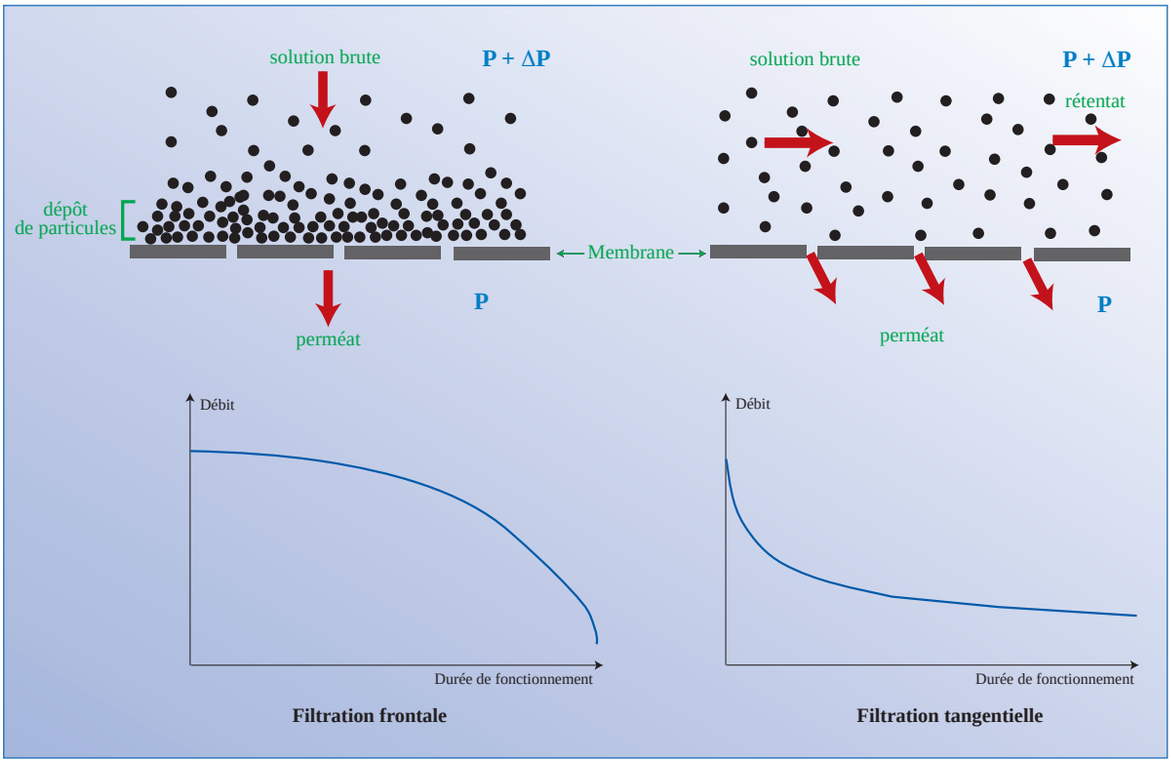
Jean-Michel Desseigne
Responsable équipements œnologiques à l'IFV

E. Vinsonneau, IFV

Principe et présentation du procédé

1. Principe général

La filtration tangentielle consiste à faire circuler le liquide à filtrer parallèlement à une membrane poreuse. Sous l'action d'un gradient de pression (pression trans-membranaire), le liquide passe au travers de la membrane et se clarifie. Le flux tangentiel crée des turbulences qui limitent l'accumulation de particules à la surface de la membrane et retardent ainsi son colmatage (**figure 1**). Contrairement à la filtration frontale, ce procédé permet donc de filtrer des liquides chargés avec un agent filtrant de faible porosité.



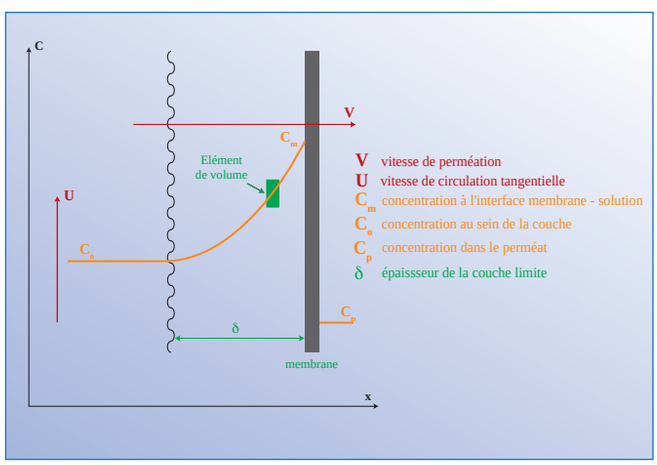
A-M. Denizot, IFV

Figure 1 *Comparaison des principes de la filtration frontale et de la microfiltration tangentielle*

2. Phénomènes de colmatage

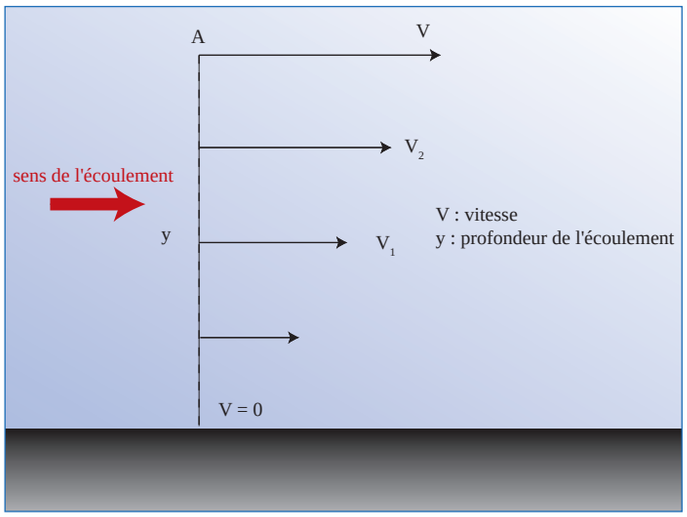
Malgré le flux tangentiel, il se produit un colmatage progressif des membranes. Ce colmatage se traduit par une diminution importante des flux de perméation. Le colmatage fait appel à des mécanismes complexes, où interviennent :

■ **Une polarisation de concentration** : une différence de pression de part et d'autre de la membrane va engendrer une augmentation de la concentration en solutés et en macromolécules à proximité de la membrane (**figure 2**). Cette couche de polarisation sur-concentrée va s'opposer au transfert.



A-M. Denizot, IFV

Figure 2 *Représentation schématique des phénomènes de polarisation (d'après F. Ivaldi, CEA)*



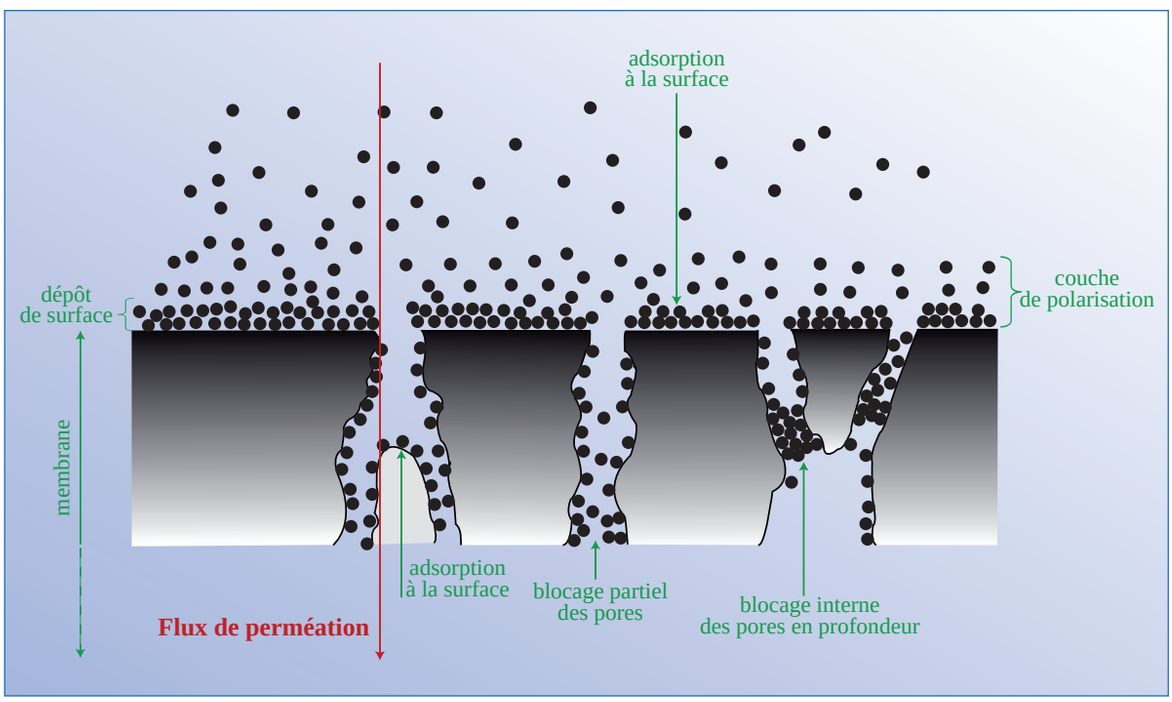
A-M. Denizot, IFV

Figure 3 *Gradient de vitesse dans un écoulement tangentiel*

■ **Un dépôt de particules à la surface de la membrane** : dans un écoulement tangentiel le long d'une paroi, les vitesses ne sont pas constantes (**figure 3**). Elles diminuent progressivement pour atteindre une vitesse nulle à proximité immédiate de la membrane. L'agitation ne sera pas parfaite, d'où l'accumulation de particules à la surface de la membrane. Ce dépôt peut être relativement épais et il est sensible à la compression sous l'effet de l'écoulement du perméat. Il se comporte comme une deuxième membrane ayant sa propre résistance à l'écoulement et sa propre sélectivité. Les deux phénomènes de colmatage ci-contre sont réversibles : ils disparaissent dès que la différence de pression est annulée.

■ **Un blocage interne des pores**. Cette obstruction mécanique des pores intervient avec des particules dont les dimensions sont inférieures à celles des pores (**figure 4**). Plus les dimensions des particules seront proches de celles des pores, plus les risques de blocages seront élevés. Ceci explique que l'augmentation du diamètre moyen des pores d'une membrane ne se traduit pas toujours par une augmentation des débits de filtration.

■ **Un dépôt-adsorption sur le matériau membranaire**, lié à l'existence d'interactions physico-chimiques entre certains constituants des moûts ou des vins et le matériau membranaire (**figure 4**). Les mécanismes d'adsorption sont multiples et peuvent impliquer de nombreux constituants (polysaccharides, polyphénols, protéines…). Le développement de membranes spécifiques au secteur vinicole et la modification des propriétés de surface des matériaux membranaires ont permis de limiter ces phénomènes d'adsorption. Avec des membranes adaptées, la quantité de matière adsorbée est désormais négligeable sur la qualité des moûts ou des vins filtrés.



A-M. Denizot, IFV

Figure 4 *Blocage interne des pores et dépôt-adsoption sur le matériau membranaire*

En résumé, le colmatage fait appel à des mécanismes complexes, non encore tous élucidés. Ces phénomènes de colmatage dépendent de la composition du moût ou du vin à filtrer (**tableau 1**), des conditions hydro-dynamiques et des caractéristiques de la membrane. La nature et l'intensité du colmatage vont conditionner les performances des installations. Dans les cas extrêmes (membrane inadaptée au vin, colmatage intense), il peut conduire à une rétention excessive de certaines molécules du vin.

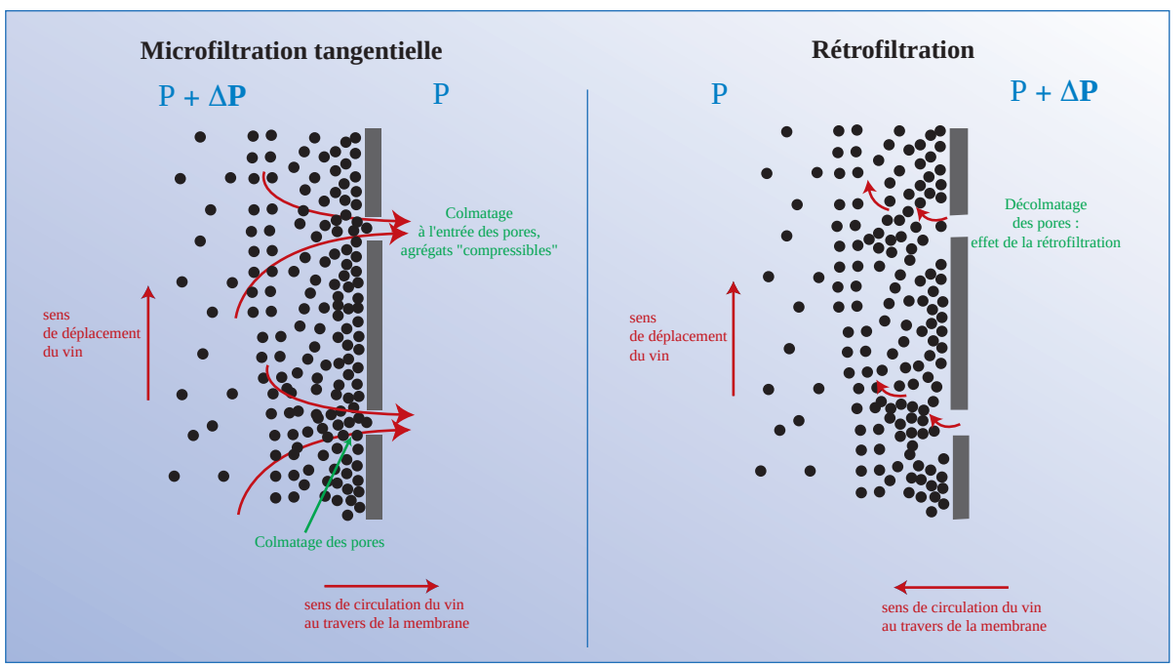
Certains colmatages sont réversibles, c'est-à-dire éliminés par une inversion de flux ou/et un simple rinçage à l'eau. D'autres colmatages sont dits « irréversibles » : le rétablissement des performances de la membrane nécessite un nettoyage (une régénération) à l'aide de procédures et de produits de nettoyage adaptés.

Tableau 1 *Pouvoir colmatant en microfiltration tangentielle*

Pouvoir colmatant reconnu	Pouvoir colmatant variable
Polysaccharides	Levures
Pectines	
Mannoprotéines	
Glucanes	
Polyphénols	Protéines

3. Dispositifs de décolmatage en phase de production

Le colmatage de la membrane est le facteur limitant en microfiltration tangentielle et se traduit par une diminution dans le temps des débits de filtration. Les performances peuvent être récupérées en fin de cycle de filtration par des opérations de rinçage et de nettoyage chimique (régénération).
En cours de filtration, le colmatage peut être également limité par la mise en œuvre de techniques séquencées de décolmatage. L'objectif est d'éliminer la couche de particules à la surface de la membrane et de déboucher les pores. En œnologie, le système de décolmatage le plus développé est l'inversion périodique du flux, appelé également rétro-filtration, rétro-lavage ou back-wash (M. Moutounet *et al.*).
Ce procédé est basé sur l'inversion du sens de l'écoulement, une partie du filtrat étant renvoyée à contre-courant à travers la membrane. Cette action annule le gradient de concentration au voisinage de la membrane et, par action mécanique, décolle et remet partiellement en suspension les dépôts responsables du colmatage (**figure 5**).



A-M. Denizot, IFV

Figure 5 *Représentation schématique des procédés de rétrofiltration (d'après A. Vernhet, SupAgro Montpellier)*

Ces rétrofiltrations sont réalisées très fréquemment, à intervalles réguliers (généralement toutes les 2 à 10 minutes), sur des durées très courtes (de 1 à 10 secondes), afin de ne pas pénaliser la productivité du filtre. Ces procédés de rétrofiltration améliorent de manière très significative les flux de filtration et diminuent également de façon significative les taux de rétention en colloïdes (**figure 6** et **tableau 2**).

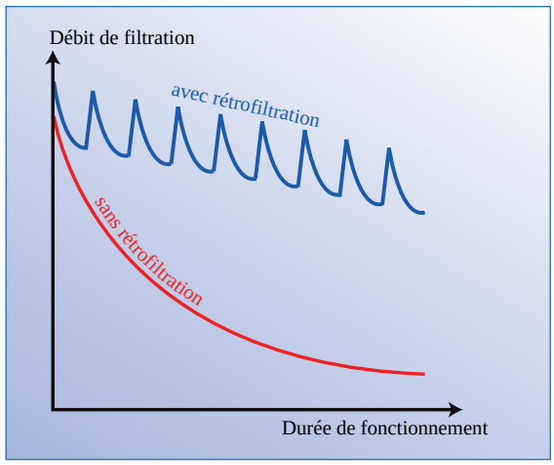


Figure 6 *Influence des rétrofiltrations sur les flux de perméation*

	Sans rétrofiltration		Avec rétrofiltration	
	Débit en l/h.m²	Taux de rétention en %	Débit en l/h.m²	Taux de rétention en %
Vin blanc ou rosé	77	22	166	17
Vin rouge	31	33	95	24

Tableau 2 *Effets des rétrofiltrations sur les débits de filtration et la rétention en colloïdes (d'après J-L. Escudier et al., INRA Pech Rouge, 2002)*

D'un point de vue technologique, différentes configurations sont actuellement proposées par les équipementiers dont :
- l'inversion du gradient de pression et du flux par un système pneumatique, de l'air comprimé compressant un manchon souple
- l'inversion du gradient de pression et du flux par un vérin hydraulique
- l'inversion du gradient de pression et du flux par la pompe du filtrat.

Parallèlement à ces procédés de rétrofiltration, d'autres techniques peuvent être mises en place pour limiter le colmatage des membranes lors d'un cycle de filtration. Ainsi, il peut être réalisé en cours de filtration des rinçages intermédiaires à l'eau. Ces rinçages intermédiaires interviennent après concentration et évacuation du rétentat (**figure 7**). Ces rinçages intermédiaires permettent un décolmatage de la membrane et donc, augmentent les flux instantanés de perméation. Ils limitent également les colmatages en profondeur. Leur fréquence doit être bien raisonnée, sous peine de perdre en productivité et d'augmenter notablement les consommations d'eau liées à l'utilisation des filtres.

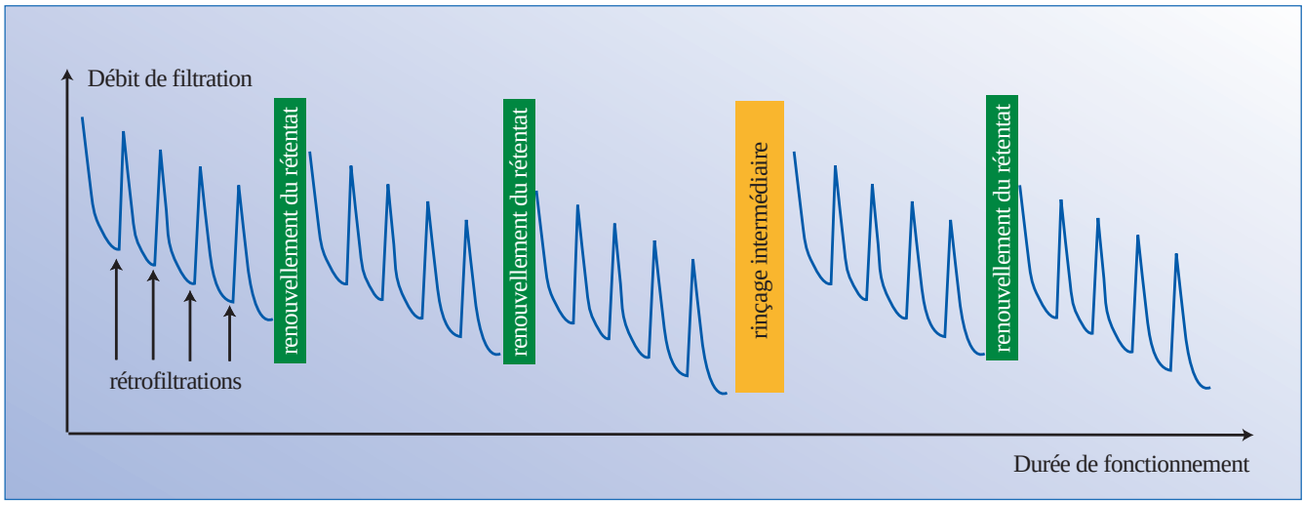


Figure 7 *Effet sur le débit des décolmatages par rinçage intermédiaire en cours de filtration (d'après Bucher-Vaslin)*

Matériaux, configurations, dispositifs d'utilisation et matériels

1. Membranes

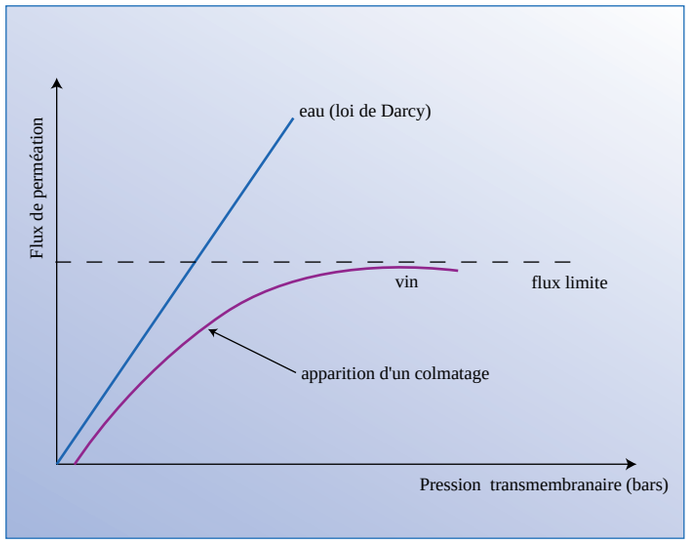
Caractéristiques

Les membranes constituent l'élément principal d'une installation de microfiltration tangentielle. Leurs caractéristiques vont conditionner en effet les performances en termes de débits et surtout l'innocuité de l'opération de filtration sur la qualité, en minimisant les rétentions.

■ **Le diamètre moyen des pores** : dans le secteur vinicole, des diamètres de 0.2 µm sont les plus utilisés. On rencontre également des diamètres plus élevés : 0.3, 0.45, 0.8 et 1.4 µm. D'autres caractéristiques doivent également être prises en compte, comme la répartition des diamètres autour de cette moyenne, la géométrie des pores… Le diamètre de pores n'est pas toujours déterminé avec les mêmes méthodes. Il n'y a donc pas toujours correspondance entre le diamètre des pores d'une membrane de microfiltration tangentielle et celui d'une membrane de filtration finale (filtration frontale sur cartouche) déterminée par le test du point de bulle.

■ **La perméabilité** : elle caractérise le débit de perméat qui traverse la membrane par unité de temps, de pression et de surface. Elle est généralement exprimée en $l.h^{-1}.m^{-2}.bar^{-1}$, sur de l'eau. Elle est fonction de la porosité et de l'épaisseur du milieu filtrant (**figure 8**).

■ **La résistance** : Une membrane doit à la fois être capable de supporter les opérations de nettoyage et de stérilisation chimique (tenue chimique), des températures élevées (tenue thermique) et les plages de pression de travail (tenue mécanique).



A-M. Denizot, IFV

Figure 8 *Représentation schématique de la perméabilité d'une membrane*

Classifications

Les membranes sont généralement constituées d'une couche support et d'une couche filtrante de très faible épaisseur (membranes asymétriques) mais peuvent être aussi composées d'une couche filtrante homogène (membrane symétrique). La composition est organique ou minérale.

■ Les **membranes organiques** sont élaborées à partir de polymères organiques de synthèse : polyether sulfone, polysulfone, polyamide, polyfluorures vinyliques… Les caractéristiques de résistance mécanique, chimique et thermique dépendent du polymère utilisé.

■ Les **membranes minérales** sont constituées de couches de céramiques poreuses. Les matériaux constituants de la couche filtrante et du support peuvent être de même nature ou de nature différente : oxydes métalliques (alumine, titane, zircone) ou carbone aggloméré pour la couche filtrante ; métal, silico-aluminate et carbure de silicium pour le support. Les membranes en inox fritté n'ont, à ce jour, pas d'applications industrielles dans le secteur vinicole.

E. Vinsonneau, IFV

Filtre tangentiel équipé de modules en fibres creuses organiques

Configurations

Les membranes sont insérées dans un dispositif que l'on appelle module. La surface dans chaque module et le nombre de modules déterminent la surface filtrante totale du filtre. Selon la géométrie des membranes, on distingue les modules plans, spirales, tubulaires ou capillaires (**tableau 3**).

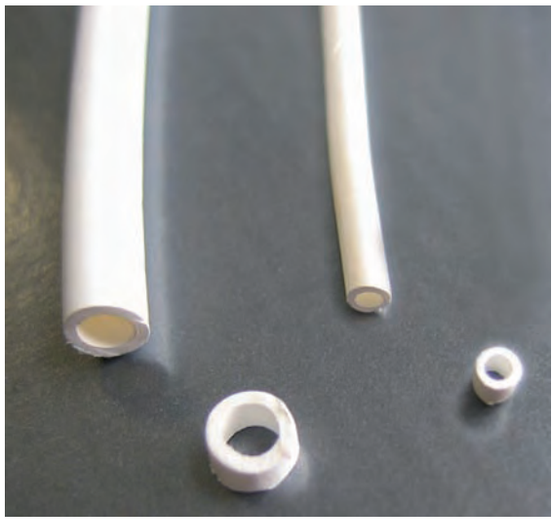
- Les **modules plans** rappellent par leur configuration les filtres-presses ou les filtres à plaques, mais sont peu utilisés.
- Les **modules spirales** sont obtenus par enroulement d'une membrane plane autour d'un axe central, avec comme avantage, une grande compacité, une perte de charge réduite et un investissement comparativement plus faible.
- Les **modules à fibres creuses** (capillaires) sont constitués de tubes cylindriques de très faible diamètre (de l'ordre du millimètre). Cette configuration permet de développer une grande surface de filtration dans un encombrement réduit.
- Les **modules tubulaires** sont constitués de tubes creux cylindriques avec des diamètres de l'ordre de quelques millimètres à un centimètre. Afin de réduire l'encombrement, certains fabricants de membranes céramiques proposent désormais des tubes multicanaux, de type fibre creuse, permettant d'augmenter le rapport surface/volume et ainsi de diminuer l'encombrement.

Modules	Caractéristiques	Avantages	Inconvénients
Plan	- membranes organiques ou minérales - montage type filtre presse	- encombrement réduit - démontage aisé - possibilité d'isolement d'une cellule défectueuse	- peu adapté aux produits présentant une forte charge particulaire - nettoyage difficile
Spirale	- membranes organiques - enroulement d'une membrane plane autour d'un axe central	- très grande compacité - investissement réduit - facilité de mise en œuvre	- intervention difficile - pas de lavage à contre-courant
Tubulaire	- membranes minérales ou organiques - tubes cylindriques ou tubes multi-canaux - possibilité de circulation du liquide à vitesse tangentielle élevée	- démontage et nettoyage aisés	- dispositif peu compact - volume mort relativement élevé - énergie de pompage élevée
Fibres creuses	- membranes organiques (ou minérales) - diamètre de l'ordre du millimètre	- faible encombrement - énergie de pompage réduite	- possibilité de points de fragilité

Tableau 3 *Configurations des membranes de microfiltration tangentielle (d'après A. Vernhet, SupAgro Montpellier)*

Bucher-Vaslin

Module à fibres creuses (capillaires)



Bucher-Vaslin

Fibres creuses organiques de différents diamètres

P. Larignon, IFV ; Siva-Tami

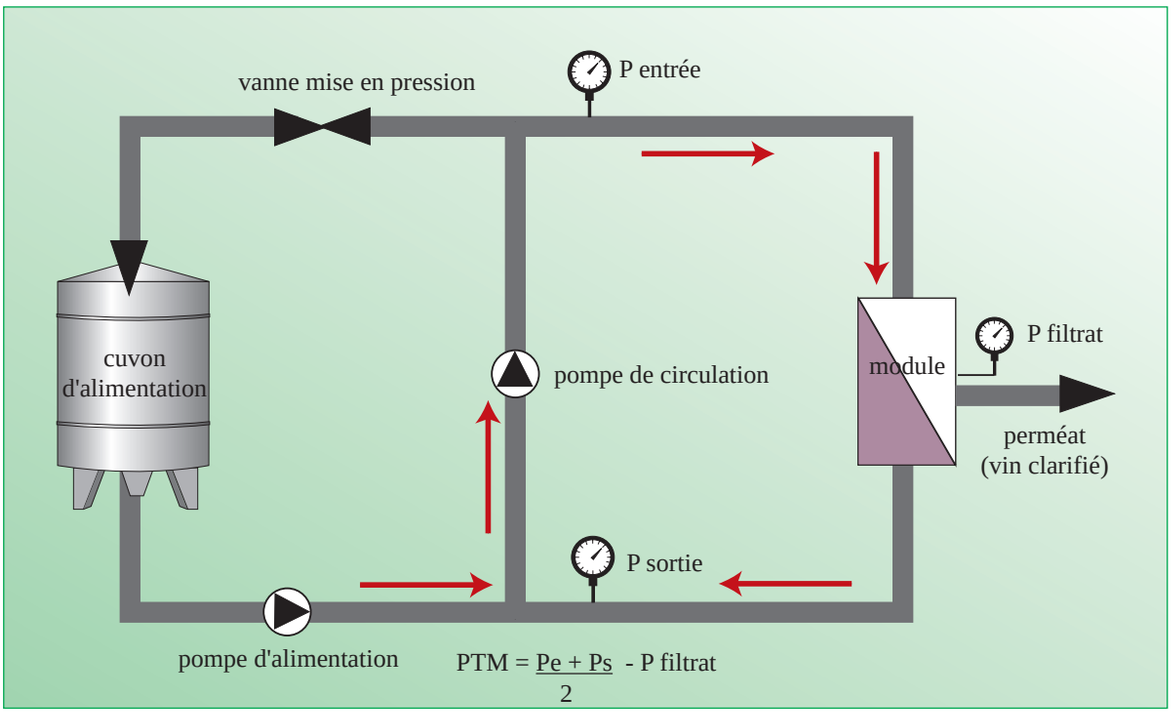
Différents profils de membranes minérales

Della Toffola

Module fibres creuses minérales (céramiques)

2. Principe général des installations

Une installation de microfiltration tangentielle compte un certain nombre d'éléments. Hormis les installations de laboratoire ou certains pilotes, toutes sont équipées d'un circuit de re-circulation (**figure 9**).



A-M. Denizot, IFV

Figure 9 *Schéma d'une installation de microfiltration tangentielle*

Une installation comprend au minimum :

- une cuve d'alimentation, intégrée ou non à l'unité de filtration (cuvons),
- une pompe d'alimentation, centrifuge ou volumétrique à débit variable. Elle assure l'alimentation et la mise en pression du fluide,
- une pompe de circulation (ou re-circulation). Elle assure la vitesse de circulation tangentielle. Une partie du rétentat est renvoyée dans la cuve d'alimentation. Une vanne peut permettre de réguler la pression trans-membranaire,
- un module de microfiltration. Lorsqu'une installation comporte plusieurs modules, ceux-ci sont généralement montés en parallèle,
- une tuyauterie en acier inoxydable, avec vannes et instruments de contrôle et de régulation (capteurs de pression, de débit, de température, de turbidité…).

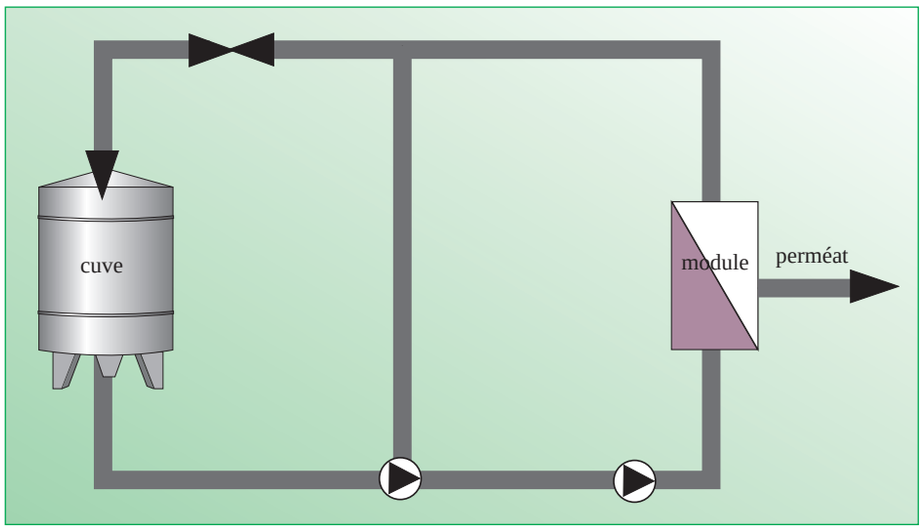
A l'exception des modules spiralés, les installations sont généralement équipées d'un système de décolmatage mécanique par inversion de flux (rétrofiltration).

3. Installations pratiques : les différents dispositifs

A partir de ce principe général, différentes configurations sont proposées. Ces différences sont liées essentiellement à la gestion du taux de concentration, aux besoins en termes d'automatisation et de débits d'installation.

Fonctionnement discontinu en batch

Dans cette configuration, la plus simple et la moins onéreuse, le rétentat est recyclé dans la cuve d'alimentation. Ce dispositif permet de filtrer à faible taux de concentration (FCV) sur la majorité du cycle, pour limiter le colmatage des membranes. Le circuit de retour du rétentat dans la cuve doit être bien étudié, afin de limiter les risques d'aération.

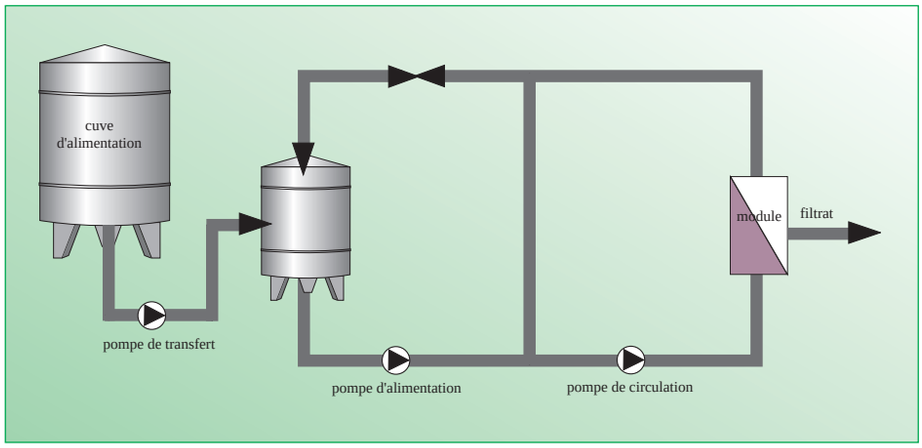


A-M. Denizot, IFV

Figure 10 *Fonctionnement discontinu en batch*

Fonctionnement en batch alimenté

Le rétentat est recyclé dans un cuvon intégré à l'unité de filtration. Parallèlement, ce dernier est alimenté en vin brut, l'ensemble étant commandé par des capteurs de niveau. Dans cette configuration, le FCV augmente plus vite que précédemment, mais permet d'automatiser l'ensemble du fonctionnement. Selon les configurations, le rétentat peut être concentré en cours de filtration et évacué à la lie (concentration intermédiaire), ou uniquement en fin de filtration pour limiter les pertes de produits.

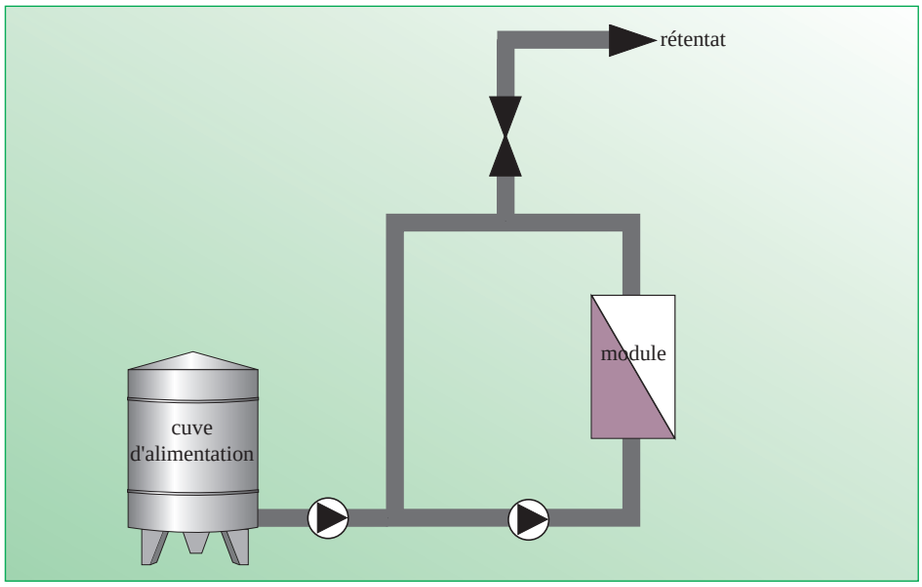


A-M. Denizot, IFV

Figure 11 *Fonctionnement en batch alimenté*

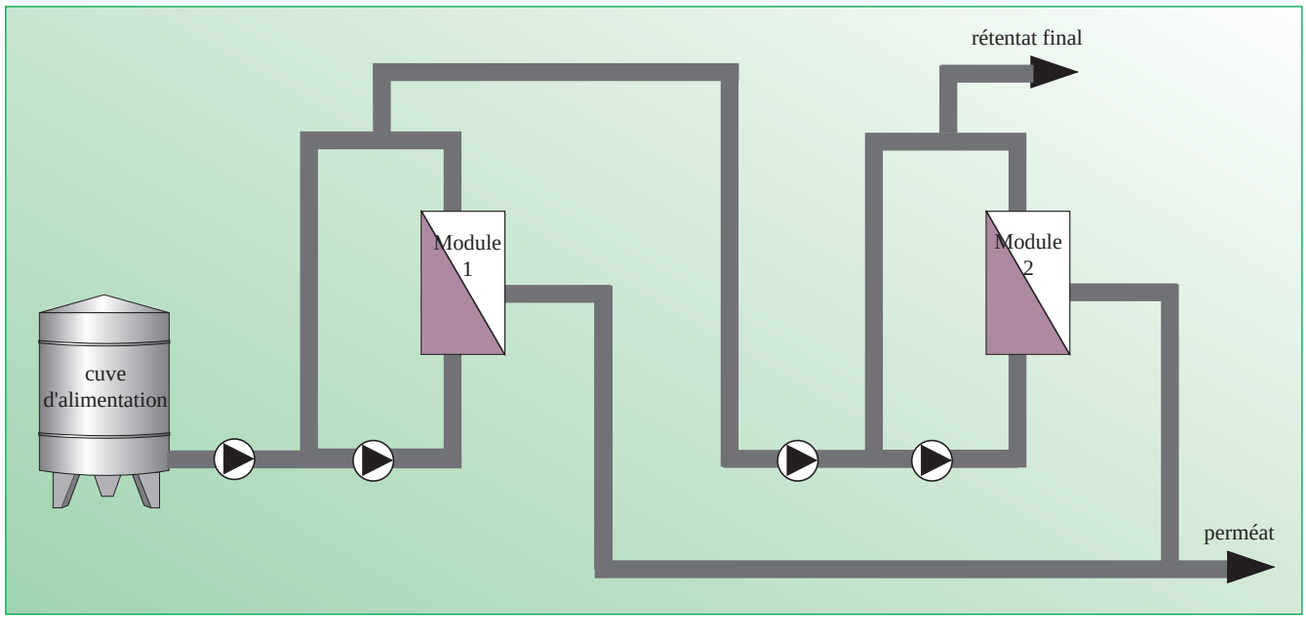
Fonctionnement continu mono-étage

Une fraction du rétentat est extraite en permanence, le débit d'alimentation étant modulé en fonction du taux de concentration ou du débit du perméat. L'évacuation du rétentat peut être pilotée en fonction du taux de concentration final désiré ou gérée entièrement par l'automatisme. Le rétentat est filtré en fin de cycle de filtration. Ce mode de fonctionnement permet de filtrer à faible taux de concentration, en limitant donc le colmatage, avec les avantages d'un fonctionnement continu.



A-M. Denizot, IFV

Figure 12 *Fonctionnement continu mono-étage*



A-M. Denizot, IFV

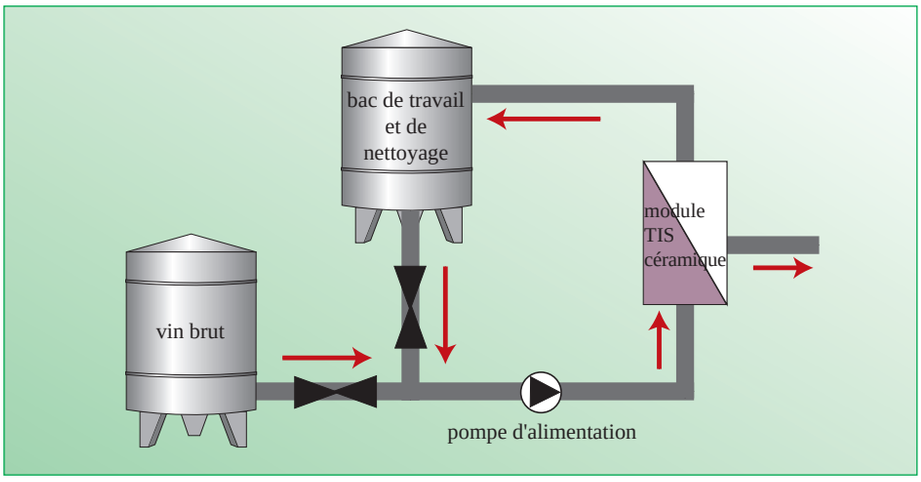
Figure 13 *Fonctionnement continu bi-étage*

Fonctionnement continu bi-étages

Le principe est de coupler deux filtres sur une même unité de filtration, chaque filtre étant équipé de membranes spécifiques. Le premier filtre le vin brut et évacue son rétentat dans un cuvon attenant. Le second filtre le rétentat du premier. Cette configuration permet de filtrer simultanément le vin et le rétentat et de diminuer les pertes en vin.
Des installations continues à plus de deux étages sont possibles mais n'ont actuellement pas d'applications industrielles dans le secteur vinicole.

Configuration spéciale

Avec le procédé « Tangential Integrated System », la boucle de circulation est intégrée à l'intérieur du carter. Chaque carter contenant un module est équipé de sa propre pompe de circulation. Ce procédé, couplé avec des membranes en céramiques, permet de réduire les dépenses énergétiques liées à l'utilisation de membranes minérales et de réduire fortement les volumes morts, donc le volume final de rétentat et les consommations en eau.



A-M. Denizot, IFV

Figure 14 *Configuration spéciale, Tangential Integrated System*

J-M. Desseigne, IFV

4. Matériels : évolutions et perspectives

Les filtres tangentiels font l'objet d'évolutions très significatives. Si les premiers filtres proposés dans les années 1980 avaient une incidence forte sur les composés et la qualité des vins, il est désormais reconnu, a minima, que les équipements actuels n'appauvrissent pas plus le vin qu'un autre procédé de filtration pour autant qu'ils soient utilisés selon les règles de l'art.
Historiquement, les progrès ont concerné en premier lieu les membranes, avec la mise au point de médias spécifiques au vin, limitant les phénomènes d'adsorption et de rétention. Les membranes font encore l'objet d'évolutions significatives, mais les avancées les plus récentes concernent surtout la maîtrise du procédé avec comme objectifs, outre la recherche permanente de la qualité :
- d'augmenter la productivité
- de faciliter la mise en œuvre de la filtration (simplicité et automatisation)
- de limiter les impacts environnementaux
- d'optimiser les coûts de production et les retours sur investissement.

Evolutions qualitatives

L'objectif est de limiter les impacts qualitatifs sur le moût ou le vin filtré. Ceux-ci sont liés aux phénomènes de rétention et de brassage.

■ Réduction des rétentions

Les rétentions de composés tels que polysaccharides ou polyphénols sont liées aux phénomènes d'adsorption de couche de polarisation et de colmatage des membranes. Les membranes utilisées sont désormais adaptées au vin. Les phénomènes de colmatage sont limités par la mise en place de systèmes de rétrofiltration et une gestion optimisée des paramètres de fonctionnement comme la pression trans-membranaire, les débits de perméation et les taux de concentration.

E. Vinsonneau, IFV

Filtre à l'échelle pilote

■ Réduction du brassage des vins

L'utilisation des premiers filtres tangentiels dans les années 1980 provoquait une augmentation importante de la température du produit filtré, en raison des puissances énergétiques mises en œuvre et de la recirculation du produit dans la boucle de circulation. Cette augmentation de température traduisait un brassage important et nécessitait la mise en place d'un échangeur de chaleur pour maîtriser cet échauffement.
L'augmentation de température liée à la filtration est actuellement généralement inférieure à 2 à 3°C, ce qui traduit bien une réduction importante des phénomènes de brassage. Ces résultats sont obtenus notamment par :
- une meilleure maîtrise du colmatage et des paramètres de fonctionnement comme la pression trans-membranaire et la vitesse de circulation tangentielle
- des améliorations de conception, notamment la réduction des volumes morts (réduction des temps de séjour), la réduction des pertes de charges, l'optimisation énergétique…

B-to-B Design

Filtre quatre modules, avec manchon de rétrofiltration, système hydraulique

■ Protection des vins vis-à-vis de l'oxydation

Les essais réalisés ces dernières années ont mis en évidence que la dissolution d'oxygène est désormais négligeable en cours de filtration. Les opérations de remplissage et de vidage des filtres peuvent être réalisées sous gaz inerte.

Améliorations de la productivité

La productivité exprimée en l/h.m^2 reste le facteur limitant en filtration tangentielle. Elle a cependant été fortement améliorée par la mise en place des

systèmes de rétrofiltration et une gestion optimisée des paramètres de fonctionnement. La réduction des volumes morts, l'augmentation de la surface filtrante par module permet, à encombrement égal, d'augmenter la productivité des filtres, exprimée en hl/h.

Améliorations de la « praticité »

Un des avantages de la filtration tangentielle est qu'elle peut être entièrement automatisée. La tendance actuelle est de réaliser des installations modulaires, permettant par exemple d'intervenir sur un module sans arrêter la production de l'ensemble du filtre.

Limitations des impacts environnementaux

Les consommations d'eau des anciens filtres tangentiels pouvaient être très élevées, jusqu'à 15 à 20 l/hl de vin filtré, avec une incidence directe sur le dimensionnement des unités de traitement des effluents. Grâce aux améliorations techniques apportées sur la conception (réduction des volumes morts, réduction du volume des rétentats) et de maîtrise du procédé (optimisation du nombre de rinçages intermédiaires, de nettoyages chimiques), les consommations en eau peuvent être comparables à celles de

Pall

Filtre douze modules, avec procédé de rétrofiltration

l'utilisation de filtres à alluvionnage à débâtissage à sec (filtres dits écologiques) : de 2 à 5 litres d'eau par hectolitre filtré.

Optimisations économiques

Actuellement, on recherche à améliorer le retour sur investissement par la réduction :
- des coûts de fonctionnement : de main d'œuvre grâce à l'automatisation, des consommations énergétiques, de la consommation en eau et de produits de nettoyage
- des pertes en vin : réduction des volumes morts (donc du volume du rétentat final) et filtration des rétentats.

5. Automatisation et contrôle

La possibilité d'automatiser les opérations de filtration constitue un des atouts de la filtration tangentielle. Le niveau d'automatisation a une incidence prépondérante sur les prix des installations et doit donc être raisonné en fonction des besoins. Plusieurs niveaux d'automatisation se distinguent :

■ **Fonctionnement semi-automatique** : L'automatisme ne gère que les opérations séquentielles, comme les rétrofiltrations et les sécurités (fonctionnement à sec des pompes, surpressions…). Les fonctions de régulation des débits, des pressions, les opérations de nettoyage sont réalisées manuellement par le filtreur, comme sur un filtre à alluvionnage.

J-M. Desseigne, IFV

Exemple d'automate

■ **Fonctionnement automatique de niveau 1** : Le cycle de filtration se déroule en automatique, jusqu'à épuisement de la cuve, mais les phases de démarrage et de nettoyage nécessitent la présence d'un opérateur.

■ **Fonctionnement automatique de niveau 2** : L'ensemble des opérations de filtration et de nettoyage se déroule en automatique. Les filtres sont équipés de compteurs volume, de débitmètres et de turbidimètres. L'automate permet une traçabilité des opérations. Seuls, le changement de cuve et la préparation des solutions de nettoyage nécessitent la présence d'un opérateur.

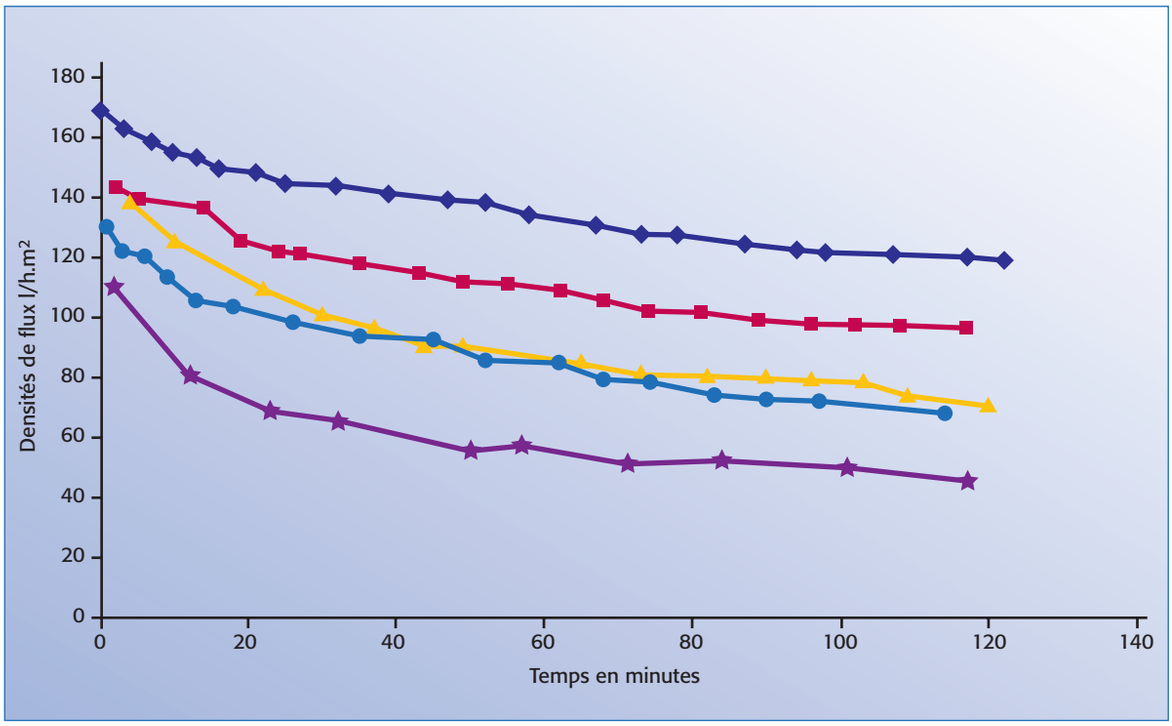
■ **Fonctionnement automatique de niveau 3 - supervision** : L'automatisme met en œuvre un planning de production : succession de cycles de filtration et de lavage, avec la possibilité de programmer la filtration de plusieurs cuves, avec une traçabilité complète. Le filtre peut être contrôlé à distance et assurer un travail 24 heures sur 24, sans la présence d'un opérateur.

Bonnes pratiques d'utilisation

1. Filtrabilité des moûts et des vins

Le comportement des moûts et des vins en microfiltration tangentielle, leur filtrabilité, demeurent difficile à prévoir sur la base des connaissances actuelles.

Pour un filtre donné, les performances de débits peuvent varier très fortement selon les produits filtrés (**graphique 1**). Cette variabilité s'explique par un colmatage plus ou moins rapide de la membrane, qui se traduit par une chute des valeurs de débits, observable dès le début du cycle de filtration. Il n'y a pas de relations simples entre les caractéristiques des vins (comme la turbidité, les indices de filtrabilité, la teneur en polyphénols ou en polysaccharides) et leurs comportements en cours de filtration.



Graphique 1 *Evolution des densités de flux lors de la filtration de cinq vins rouges différents sur un même filtre tangentiel*

Pour un vin donné, dans les mêmes conditions expérimentales, les performances de débits peuvent être également très différentes selon les matériels utilisés. Le même vin peut être alors considéré comme « facile » à filtrer pour un filtre et « difficile » à filtrer pour un autre, sans qu'il soit possible de généraliser la différence de performances entre les matériels. Ceci explique pourquoi les essais comparatifs de filtres tangentiels se traduisent par des résultats souvent très variables, parfois même contradictoires.

	Moyenne de densité de flux en l/h.m²
Moûts	20-40
Vins rouges	30-60
Vins blancs et rosés	40-80

Tableau 4 *Productivité moyenne des filtres*

Les productivités moyennes, issues d'observations de terrain, sont mentionnées dans le **tableau 4**. La filtrabilité des vins blancs et rosés est généralement supérieure à celle des vins rouges, certainement en raison de leur plus faible teneur en polyphénols. Les vins rouges issus de chaînes de chauffage de la vendange sont généralement plus difficiles à filtrer. En termes de prétraitement, les opérations de collage, d'enzymage, de pré-clarification par filtration sur terre ou centrifugation, permettent généralement d'augmenter significativement les performances des filtres tangentiels.

2. Conduite de la filtration

Les conditions de mise en œuvre de la filtration ont une incidence très importante sur le colmatage et donc sur les performances des filtres, que ce soit d'un point de vue quantitatif (perméabilité, productivité) que qualitatif (rétentions en colloïdes et macromolécules). Le fonctionnement des filtres est généralement géré par l'automatisme, mais nous rappelons ci-dessous quelques règles générales.

Flux de perméation (débits instantanés)

Des flux de perméation très élevés, notamment en début de cycle de filtration, peuvent provoquer des colmatages très rapides. Un compromis est donc à rechercher entre des flux instantanés faibles, limitant la vitesse de colmatage, mais au détriment de la productivité globale du filtre, et des flux instantanés élevés, entraînant un colmatage rapide. Ces flux de perméation peuvent être réglés par le débit d'alimentation et/ou la pression trans-membranaire.

Pression trans-membranaire

La pression trans-membranaire doit être maintenue faible, notamment au démarrage de la filtration. Une augmentation trop rapide de la pression se traduira en effet par des flux de perméation élevés en début de filtration, conduisant à un colmatage rapide et en profondeur de la membrane. Une pression élevée peut également provoquer un compactage du dépôt à la surface de la membrane. Les pressions trans-membranaires utilisées, variables selon les conceptions, sont généralement proches de 1 bar (0,5 à 1,5 bars) et il est conseillé de ne pas dépasser 2 bars en fin de cycle.

Vitesse de circulation tangentielle

De par le principe de la filtration tangentielle, la vitesse de circulation doit être élevée pour favoriser les turbulences et limiter les phénomènes de polarisation. L'augmentation de la vitesse se traduisant également par une augmentation des pertes de charges, un compromis est donc à rechercher entre vitesse de circulation et pression trans-membranaire. Des vitesses proches de 2 m/s sont fréquemment rencontrées.

J-M. Desseigne, IFV

Taux de concentration ou facteur de concentration volumique (FCV)

En microfiltration tangentielle, les débits sont d'autant plus faibles que la concentration en extrait sec du produit filtré est élevée, en raison notamment de l'augmentation de la viscosité du produit. Lorsqu'on travaille en discontinu, la concentration du rétentat augmente progressivement, ce qui se traduit par une diminution des débits. En fonction de la concentration initiale du vin à filtrer, une fraction du rétentat peut être évacuée en cours de filtration pour conserver des flux élevés et limiter les colmatages.

Température des produits à filtrer

La filtrabilité augmente avec la température, l'augmentation de température se traduisant notamment par une baisse de la viscosité. Toutes choses égales par ailleurs, les débits de filtration sont plus importants à chaud qu'à froid.
En cour de filtration, une augmentation anormale de la température dans la boucle de circulation (de plus de 4 à 5°C) traduit un colmatage important des membranes. Ce colmatage ayant une incidence sur les rétentions, il est alors conseillé d'arrêter le cycle de filtration et de réaliser un rinçage ou un nettoyage chimique.

Durée du cycle de filtration et fréquence des nettoyages

En raison du colmatage progressif des membranes, des cycles de filtration courts (de quelques heures), associés à un surdimensionnement des surfaces installées, permettent d'obtenir des débits de filtration élevés, souvent nécessaires dans des installations de type négoce. Ces cycles courts ont également l'avantage de limiter les phénomènes de colmatage irréversibles, mais augmentent les consommations en eau.
A l'inverse, l'augmentation des durées de filtration (24 heures ou plus), peut apporter une réponse aux faibles débits par unité de surface des filtres tangentiels. La notion de temps disponible pour la filtration est alors plus importante que celle de débits instantanés.
L'augmentation de la fréquence des nettoyages chimiques peut permettre également d'augmenter les débits d'une installation de filtration. Cette augmentation de la fréquence des régénérations est cependant déconseillée car elle peut, selon les configurations, diminuer la durée de vie de la membrane et augmenter le volume et le caractère polluant des effluents.

Unité mobile de filtration tangentielle

3. Opérations de rinçage et de nettoyage

En filtration tangentielle, les opérations de rinçage et de nettoyage ont pour rôle d'assurer à la fois des conditions d'hygiène suffisantes et de rétablir les performances initiales des membranes en termes de perméabilité.

Caractéristiques des eaux utilisées

L'eau utilisée pour les rinçages et le nettoyage ne doit pas contenir de substances susceptibles de colmater les membranes et de réagir avec les produits de nettoyage (sels de calcium, sels de magnésium, fer…). Elle est généralement par sécurité pré-filtrée sur membrane de 1 µm. Les indices de dureté requis sont variables selon les matériaux membranaires utilisés. Un adoucisseur d'eau peut être nécessaire. La régénération des membranes est favorisée par l'action de la température, d'où un besoin en eau chaude. Les températures d'utilisation sont fonction de la résistance thermique des matériaux membranaires, de 40 à plus de 100°C. Les membranes minérales sont plus performantes sur ce point. Pour limiter les pertes de temps lors des opérations de remplissage du filtre, les débits en eau froide et en eau chaude doivent être importants.

Cycles de nettoyage

Les opérations de rinçage et de nettoyage sont réalisées par circulation d'eau et comportent des phases successives : remplissage en eau du filtre puis circulation en boucle à co- ou contre-courant pendant une certaine durée et enfin vidange. En fonction de l'utilisation ou non de détergents chimiques, on distingue :

■ Des rinçages à l'eau

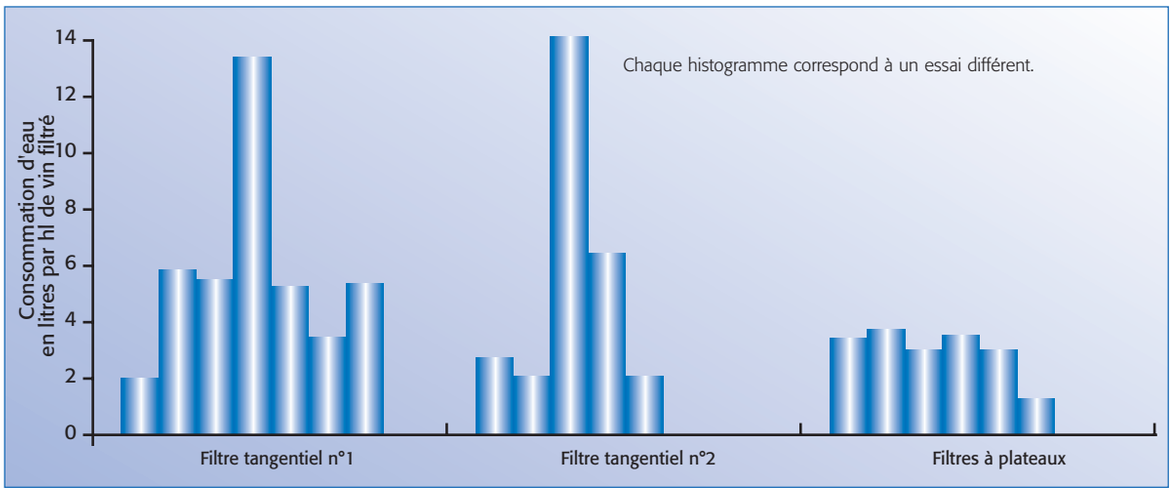
Ceux-ci sont réalisés généralement à l'eau chaude pour une meilleure efficacité. Pour éviter les chocs thermiques pouvant endommager les membranes, ils sont précédés d'un rinçage à l'eau froide ou tiède. Les opérations de rinçage, qui comprennent plusieurs étapes successives, peuvent demander plus d'une heure. Elles permettent de rétablir une bonne perméabilité que si les membranes sont faiblement encrassées. Leur efficacité doit être contrôlée par un test de débit à l'eau.

■ Des nettoyages chimiques, avec utilisation de produits détergents

Une séquence de nettoyage chimique est longue (2 heures ou plus), car elle comprend de nombreuses phases : pré-rinçage à l'eau froide - rinçage à l'eau chaude - une ou plusieurs phases de nettoyage chimique - deux ou trois rinçages à l'eau jusqu'à neutralité. Ces nettoyages chimiques sont obligatoires lorsque l'on filtre du vin blanc après du vin rouge (ou rosé) et lorsque les membranes sont fortement colmatées. Les produits utilisables dépendent du matériau membranaire. La fréquence des nettoyages chimiques doit être optimisée car cette opération est longue, nécessite une forte consommation d'eau et génère des effluents contenant des produits chimiques. La durée de vie des membranes dépend également du nombre de nettoyages chimiques réalisés.

Consommations en eau

Grâce aux améliorations techniques apportées aux matériels, les consommations en eau ont été fortement réduites. Ces dernières peuvent être désormais, avec de bonnes conditions d'utilisation, comparables à celles liées à l'utilisation de filtres à alluvionnage à débâtissage à sec et inférieures à celles liées à l'utilisation de filtres à débâtissage hydraulique (**graphique 2**).



Graphique 2 *Consommations d'eau comparées entre filtres tangentiels et filtres à alluvionnage*

Les volumes d'eau consommés dépendent de la conception des matériels (volume de la boucle de circulation, volume mort, dispositif de vidange utilisé…), et surtout des conditions d'utilisation.

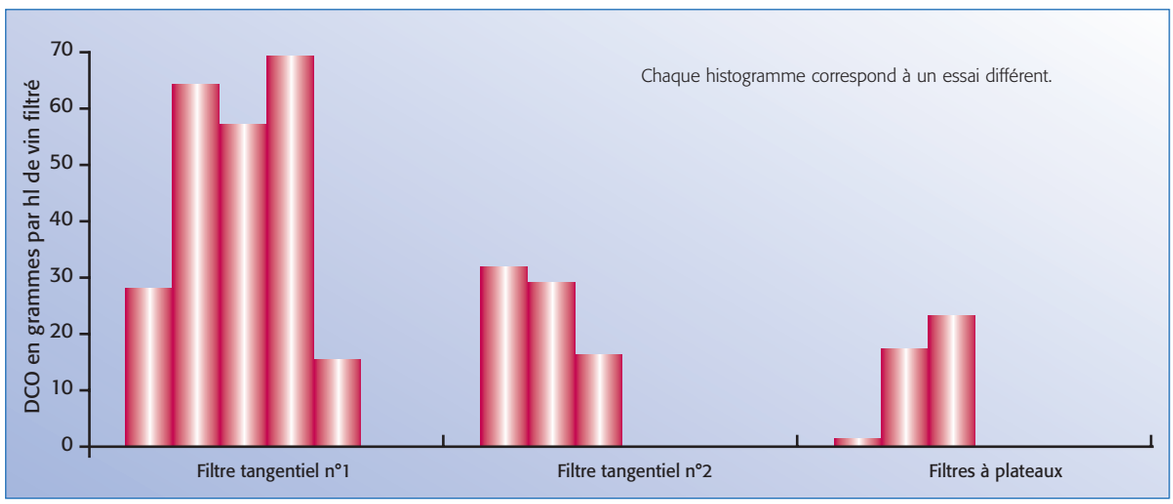
Charge polluante des effluents

La charge polluante des effluents issus des filtres tangentiels est très différente de ceux générés par les filtres à plateaux horizontaux, à débâtissage à sec (**tableau 5**). Les effluents de lavage des filtres à plateaux sont caractérisés par des teneurs élevées en matières en suspension (MES). Les teneurs en DCO et DBO5 sont faibles. La charge polluante est concentrée dans les terres, qui constituent des déchets pollués à traiter. Les effluents de lavage des filtres tangentiels contiennent peu de MES, mais en moyenne beaucoup de DCO et DBO5.

Caractéristiques	Filtre tangentiel de 120 m²	Filtre à plateaux 10 m², deux filtrations (terre blanche et rose)
MES en g/hl de vin filtré	0,1	5,2
DCO en g/hl de vin filtré	206	23

Tableau 5 *Exemple de comparaison de la charge polluante des effluents d'un filtre tangentiel et d'un filtre à plateaux*

Comme pour les consommations d'eau, la charge polluante générée par les filtres tangentiels peut être très variable selon les matériels (volumes morts et récupération des rétentats) et les conditions d'utilisation (**graphique 3**).



Graphique 3 *Flux de DCO par hectolitre de vin filtré*

Enfin, les analyses réalisées sur chaque fraction d'eau au cours des nettoyages mettent en évidence des caractéristiques de pollution très différentes (**tableau 6**). Les dernières eaux de rinçage ne peuvent être envoyées aux eaux pluviales, mais, dans un souci d'optimisation, pourraient être réutilisées : lavage des sols, prélavage des équipements, éventuellement premiers rinçages de filtres tangentiels.

Echantillons	Cycle de nettoyage chimique - Filtre de 96 m²						
	Nettoyage eau 1	Nettoyage eau 2	Nettoyage eau 3	Nettoyage chimique 1	Nettoyage chimique 2	Rinçage eau 1	Rinçage eau 2
volume d'eau (litres)	180	600	600	600	360	600	600
pH	3,66	5,49	6,61	12,89	12,15	9,54	9,03
MES (mg/l)	1 895	139	0	0	0	0	0
DCO (mg/l)	63 200	7 440	630	3 420	0	0	0
DBO5 (mg/l)	20 000	800	70	40	< 30	< 30	< 30

Tableau 6 *Caractéristiques des eaux de nettoyage d'un filtre tangentiel*

4. Contrôles de la filtration

Efficacité de la clarification

■ Turbidité

La mesure de la turbidité est le moyen le plus simple pour contrôler l'efficacité de la filtration. En raison des faibles niveaux de turbidité obtenus (1 à 2 NTU), les exigences en termes de performances et de précision des néphélomètres sont néanmoins élevées.

Le contrôle peut être réalisé par des turbidimètres de laboratoire. Il est cependant préférable de réaliser des mesures en continu, permettant :

- de contrôler en permanence l'efficacité de la filtration, en autorisant une traçabilité de l'opération,
- de détecter des dysfonctionnements, notamment les pertes d'intégrité du filtre (rupture de capillaires, fuites…), avec arrêt automatique de la filtration.

Les mesures en continu sont réalisées soit en ligne, soit sur une conduite de dérivation. Une des difficultés est la sensibilité de la mesure à la présence de bulles de gaz, pouvant provoquer des arrêts intempestifs de la filtration. Différents dispositifs permettent de s'affranchir de cette difficulté.

■ Indice de colmatage et Vmax

L'indice de colmatage (IC), l'indice de colmatage modifié (ICM) et le Vmax permettent de déterminer le caractère colmatant des vins avant passage sur membrane de filtration finale. Les vins après filtration tangentielle ont dans la majorité des cas une excellente filtrabilité.

Contrôles microbiologiques

La technique classique et éprouvée de contrôle microbiologique est le dénombrement sur boîtes de Pétri. Elle nécessite cependant une incubation de plusieurs jours. La cytométrie de flux a été récemment développée pour le dénombrement rapide des *Brettanomyces* en 15 minutes. Elle peut être utilisée pour décider d'une opération de stabilisation microbiologique par filtration tangentielle, mais, en raison du seuil de détection encore assez élevé (10 cellules/ml), elle n'a toujours pas d'applications en contrôle de filtration.

Tests d'intégrité des membranes ou tests de fuite

L'intégrité des systèmes membranaires (membranes, modules, joints) doit être vérifiée régulièrement pour éviter notamment le passage de micro-organismes. Cette vérification peut être réalisée :

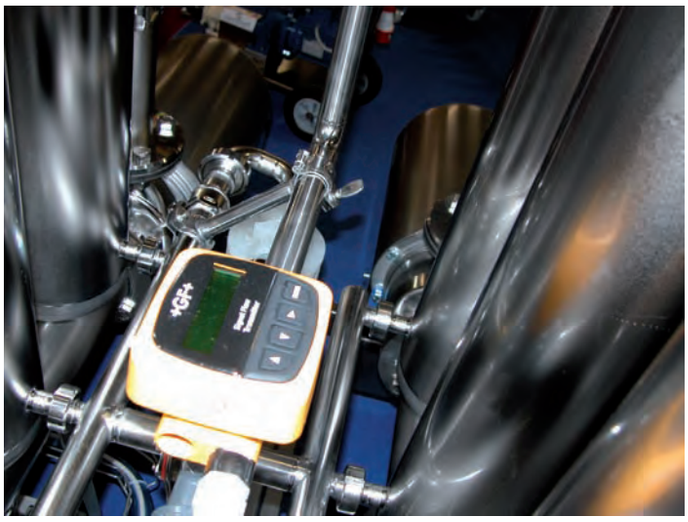
- par la mesure en continu de la turbidité. De petits défauts d'intégrité ne sont cependant pas toujours détectables par une variation de turbidité,
- par des tests de maintien en pression (tests d'intégrité ou tests de fuite), sur des modules à fibres creuses. Le filtre ayant été rincé et vidangé, une pression d'air est appliquée. Dans un module intègre, la pression d'air baisse uniquement à cause de la diffusion de l'air au travers des pores de la membrane, remplis d'eau. En cas de défaut, la baisse de pression est très rapide. Ces tests d'intégrité doivent être réalisés avant ou après chaque cycle de filtration.

Tests de débit à l'eau

Le test de débit à l'eau permet d'apprécier la perméabilité de la membrane et donc de contrôler l'efficacité d'un rinçage à l'eau ou d'une régénération chimique. Il peut être utilisé également pour décider d'une opération de nettoyage. Il consiste en une mesure des débits sur de l'eau, sous certaines conditions de pression et de température.

Contrôle des résidus chimiques après nettoyage chimique

Comme pour tout équipement, il ne doit pas subsister de résidus chimiques provenant de produits d'entretien (détergents et désinfectants) sur les surfaces en contact avec les denrées alimentaires. Ce contrôle est réalisé sur les dernières eaux de rinçage, généralement par la mesure de pH et par l'utilisation de bandelettes réactives. L'efficacité des rinçages peut dépendre des caractéristiques des eaux utilisées (indice de dureté).



J-M. Desseigne, IFV

Débitmètre installé sur une unité de filtration

5. Durée de vie des membranes

La durée de vie des membranes a évidemment une incidence directe sur les coûts d'une installation de microfiltration tangentielle. Cette durée de vie est cependant difficile à établir, car elle est très variable en fonction du matériau membranaire utilisé et des conditions d'utilisation. Dans tous les secteurs industriels utilisant la microfiltration tangentielle, il est considéré que les membranes minérales ont des durées de vie supérieures aux membranes organiques. Des durées de vie moyennes de 5 à 10 ans pour les membranes organiques et de 10 à 15 ans pour les membranes minérales sont fréquemment citées par les constructeurs. Il est cependant préférable d'exprimer cette durée de vie en nombre d'heures d'utilisation. Les garanties des constructeurs peuvent varier de 5 000 heures à plus de 30 000 heures.

Dans la pratique, cette durée de vie est fortement liée à l'utilisation qui est faite des membranes. Des colmatages importants (colles, bentonite…), la filtration de produits contenant des éléments abrasifs (cristaux de tartre) et le nombre de nettoyages chimiques ont des incidences directes sur la dérive dans le temps des performances et/ou sur la fragilité des membranes.

6. Conditions particulières d'utilisation

Produits de collage et intrants

Certains produits utilisés pour le collage des vins peuvent avoir un effet colmatant important. Il est donc souvent recommandé avant filtration de laisser les vins 2 à 3 jours en stabulation après collage.

Une attention particulière doit être apportée en cas de traitement à la bentonite. La bentonite a en effet un très fort pouvoir colmatant, avec également un risque d'obstruction des canaux des fibres creuses. La durée de vie des membranes sera alors fortement affectée. Certaines membranes, de par leur composition ou leur conception, supportent mieux les opérations de régénération spécifiques à mettre en œuvre lors d'un colmatage lié à la présence de traces de bentonite.

La filtration de produits contenant du charbon actif est fortement déconseillée. L'ajout d'acide méta-tartrique diminue les débits de filtration. L'ajout de gomme arabique ne doit évidemment être réalisé qu'après filtration.

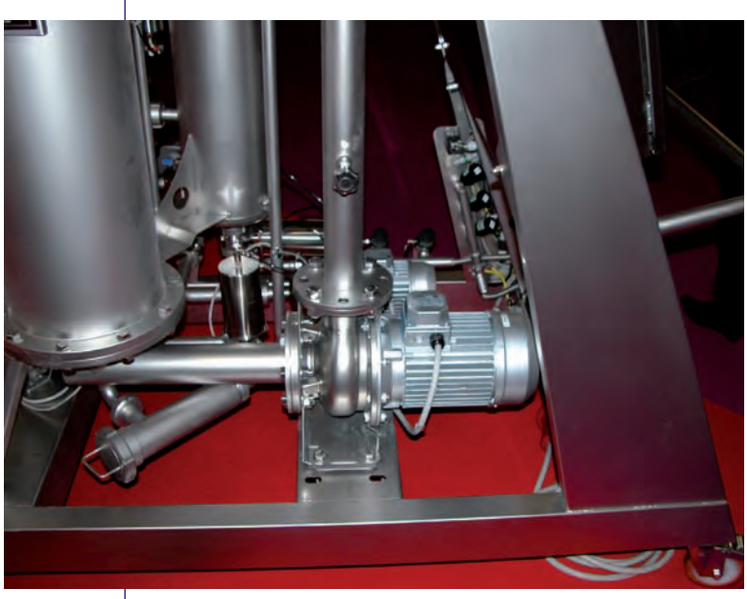
Filtration résiduelle des rétentats et filtration des lies

La filtration tangentielle génère des rétentats, généralement évacués avec les lies. Ces pertes sont variables selon les conceptions (volumes morts, dispositifs de vidange…) et les conditions d'utilisation. Elles sont d'autant plus importantes que le nombre de lots de vin filtré est grand. Ces pertes représentent en général de 0,5 à 2 % des volumes.

Pour limiter ces pertes et donc autoriser un retour sur investissement plus rapide, la tendance actuelle est de refiltrer ces rétentats. Cette filtration secondaire est réalisée selon différents dispositifs :

- utilisation de membranes fibres creuses ou tubulaires spéciales, avec des capillaires ou tubes de diamètres plus élevés,
- utilisation de membranes identiques à celles utilisées pour la première filtration,
- dispositifs continus à deux étages, le premier étant destiné à la filtration du vin brut, le second à la filtration des rétentats.

Grâce à cette filtration secondaire des rétentats, les pertes de vin liées à la filtration sont négligeables : moins de 0,1 % des volumes à filtrer.



J-M. Desseigne, IFV

Pompe de circulation d'un filtre tangentiel

Couplage microfiltration tangentielle et stabilisation tartrique

La microfiltration tangentielle peut être positionnée en amont ou en aval des traitements de stabilisation tartrique des vins.

En amont

Les traitements de stabilisation tartrique par le froid, par stabulation ou en continu, sont favorisés par une clarification préalable des vins, limitant l'effet des colloïdes protecteurs inhibiteurs de la cristallisation. La nécessité de séparer les cristaux formés constitue cependant le point faible de ce schéma de production.

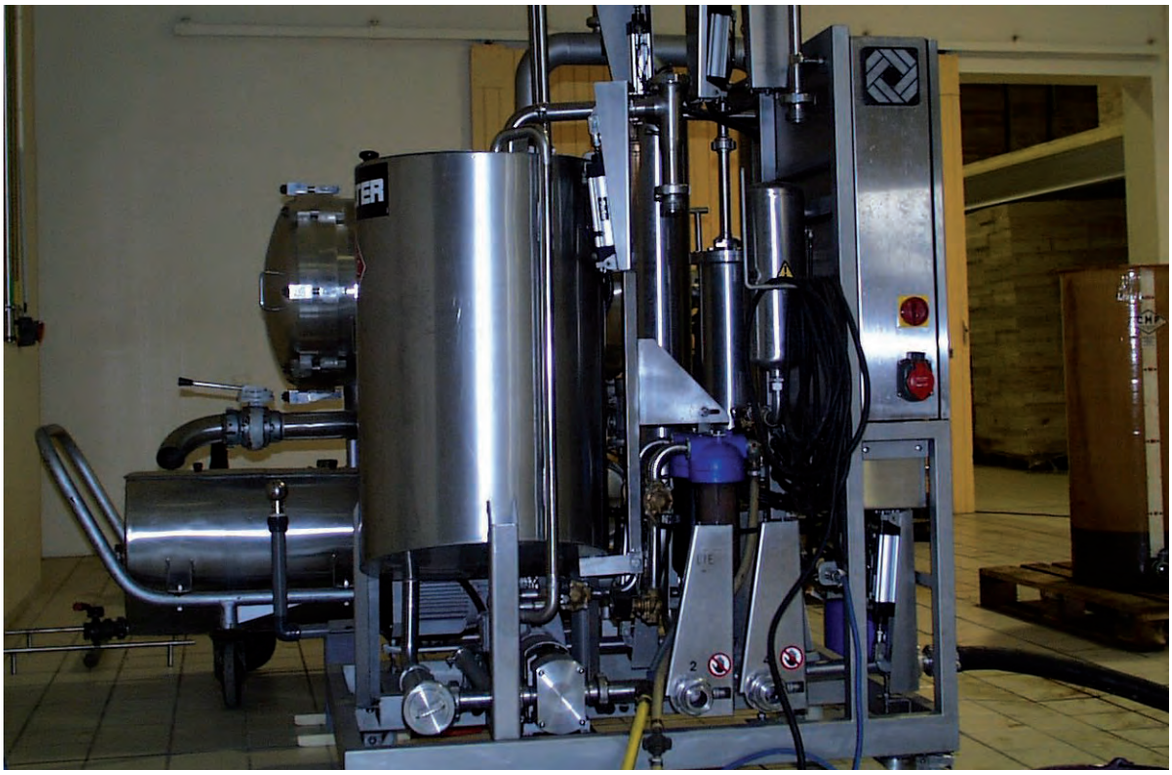
L'association de la microfiltration tangentielle à un traitement d'électrodialyse est fréquemment réalisée. Ce couplage permet d'améliorer les débits de traitement par électrodialyse. Le couplage permet d'obtenir la limpidité, la stabilité microbiologique et tartrique en une seule opération.

E. Vinsonneau, IFV

En aval

La microfiltration tangentielle peut être positionnée en aval de traitements de stabilisation tartrique par stabulation au froid. Les cristaux de tarte ont un caractère très abrasif et peuvent endommager la couche filtrante. Leur séparation doit être réalisée en amont des filtres (hydrocyclones ou autres techniques).

J-M. Desseigne, IFV



E. Vinsonneau, IFV

Applications en œnologie et aspects qualitatifs

1. Clarification et stabilisation microbiologique des moûts

Clarification et stabilisation des moûts blancs et rosés

Une application parfois envisagée de la microfiltration tangentielle est la clarification des moûts blancs et rosés avant fermentation, réalisée actuellement par décantation statique à froid, centrifugation ou flottation. Cette clarification est nécessaire pour l'obtention de vins aromatiques. La clarification directe par microfiltration tangentielle est utilisée dans certaines industries des jus de fruits : jus de pomme, jus d'orange… Le procédé nécessite généralement au préalable une hydrolyse enzymatique et un chauffage à 50°C afin de diminuer la viscosité et d'obtenir des densités de flux élevés (100 l/h.m^2). Dans le secteur vinicole, de tels procédés de clarification restent exceptionnels, à la fois pour des raisons techniques et économiques.

La microfiltration tangentielle est parfois utilisée après débourbage statique ou centrifugation, en traitement complémentaire. La filtration permet alors d'obtenir une stabilité microbiologique des moûts, avec l'élimination totale des levures. Les objectifs sont, soit de permettre un ensemencement plus sélectif en éliminant les levures indigènes, soit de différer les fermentations.
Les turbidités obtenues après filtration sont inférieures à 10 NTU, ce qui nécessite leur réajustement pour éviter les arrêts fermentaires. Les débits de filtration sont généralement de l'ordre de 20 à 30 l/h.m^2.

Clarification des bourbes et des moûts issus de chaînes de chauffage de la vendange

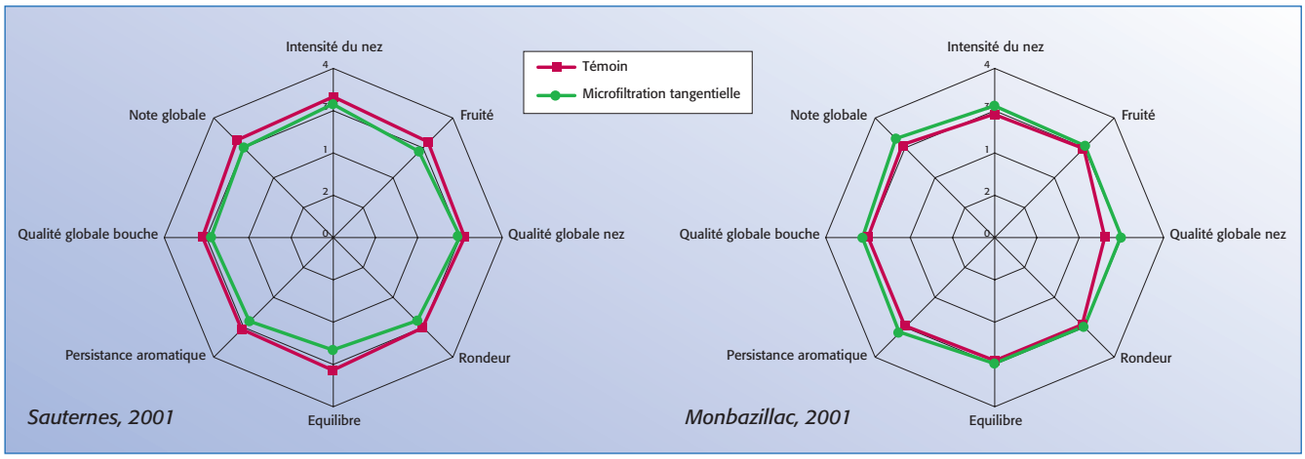
La clarification des bourbes de moûts blancs et celles des moûts rouges issus des chaînes de traitement thermique de la vendange font l'objet de nombreuses recherches. Ces produits sont difficilement clarifiables : forte viscosité, quantités importantes de particules en suspension et présence d'éléments très colmatants. L'objectif est d'apporter une alternative aux filtres rotatifs sous vide, matériels très performants mais qui nécessitent l'utilisation d'importantes quantités de terres de filtration.
Les filtres tangentiels peuvent permettre dans certaines conditions de clarifier les bourbes, avec des débits voisins de 30 l/h.m^2. Un colmatage rapide des membranes est souvent constaté. Ils sont donc réservés actuellement à la clarification de faibles volumes.
Les débits obtenus sur des moûts issus de chaînes de chauffage de la vendange sont encore trop faibles pour autoriser des développements industriels.

J-M. Desseigne, IFV

Filtre à membrane céramique avec boucle de circulation interne

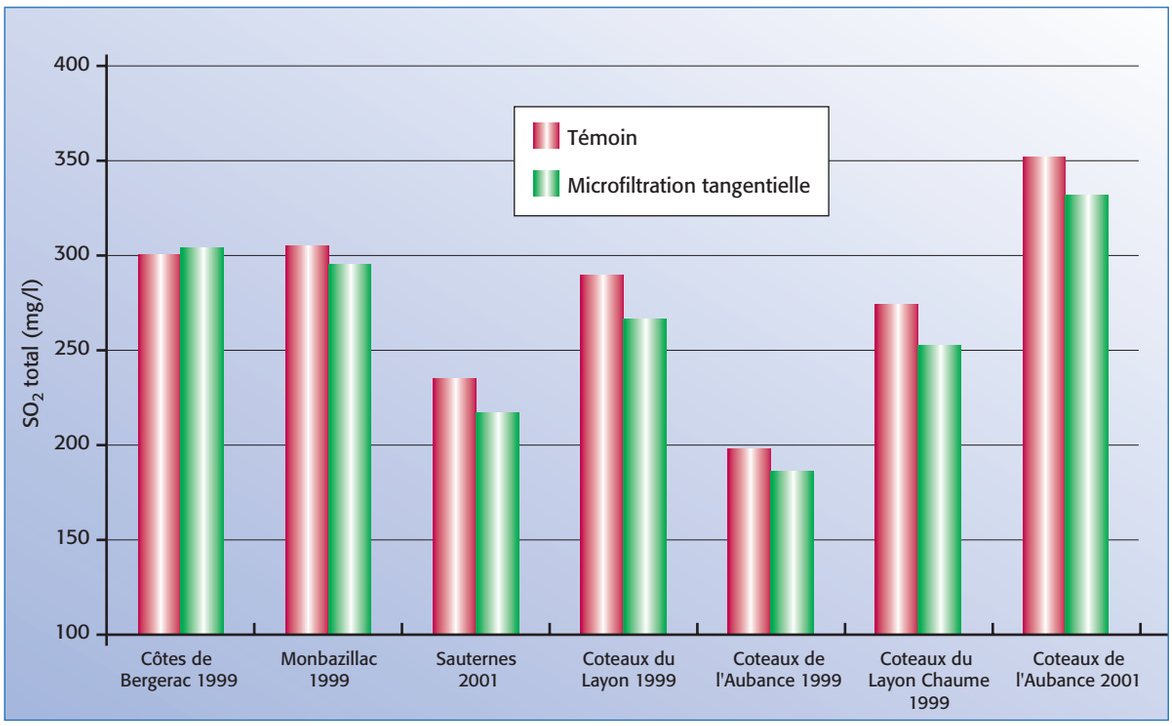
2. Mutage des vins moelleux et liquoreux

La microfiltration tangentielle connaît un développement récent pour le mutage des vins moelleux ou liquoreux. Des expérimentations effectuées par l'IFV ont en effet démontré que la filtration tangentielle permet de réduire significativement les doses de SO_2 nécessaires à la stabilisation de ce type de produit, sans engendrer de modifications des caractéristiques organoleptiques (**graphique 4**).



Graphique 4 *Intérêts de la microfiltration tangentielle sur le profil organoleptique de vins après deux ans de conservation en bouteilles, IFV Blanquefort, 2001*

La microfiltration tangentielle permet d'éliminer la totalité de la flore levurienne. Cette stabilité microbiologique (obtenue plus tardivement avec un mutage traditionnel) peut être conservée dans le temps, si des mesures d'hygiène sont respectées au cours de l'élevage. Pour une même teneur en SO_2 libre recherchée, l'élimination de la totalité de la biomasse entraîne une moindre combinaison du SO_2 par les vins. Les vins microfiltrés nécessitent moins de réajustements en cours d'élevage (**graphique 5**). Par rapport au mutage traditionnel, l'économie de SO_2 total en fin d'élevage peut être de 6 à 30 %.



Graphique 5 *Réduction du SO_2 autorisée par l'utilisation de la microfiltration tangentielle au mutage, réseau IFV, 2001*

3. Stabilisation microbiologique des vins et filtration précoce

La microfiltration tangentielle est un procédé physique de stabilisation microbiologique des vins, qui peut permettre de réduire l'emploi d'additifs chimiques, comme le SO_2.
Elle peut être ainsi utilisée :
- En filtration précoce des vins, après fermentation alcoolique ou fermentation malolactique, afin de maîtriser les contaminants microbiologiques. Ce positionnement précoce de la microfiltration tangentielle est surtout utilisé pour les vins blancs et rosés. Pour les vins rouges, elle reste moins développée, sauf en cas de risques élevés de contaminations par des micro-organismes d'altération, comme les levures de type *Brettanomyces*,
- Comme méthode curative en cas de développement de contaminants micro-biologiques : *Brettanomyces*, bactéries lactiques ou acétiques (**tableau 7**). Elle constitue alors une alternative à la flash-pasteurisation, au sulfitage massif ou à l'ajout de DMDC,
- En préparation des vins à l'embouteillage, la stabilisation microbiologique étant obtenue conjointement avec l'obtention de la limpidité.

Microorganismes (UFC/ml)	Vin brut	Filtre tangentiel	Filtre à plateaux
Brettanomyces	1,1 10^3	< 1	10^3

Tableau 7 *Performances de la microfiltration tangentielle en traitement curatif après contamination en Brettanomyces, réseau IFV, 2003-2005*

La microfiltration tangentielle peut permettre d'obtenir des vins pauvres en germes (< 1/100 ml) et ce, quels que soient les niveaux des populations initiales des micro-organismes (**tableau 8**).

Microorganismes (UFC)	Vin brut	Sortie filtre		Cuve vin filtré
		Début filtration	Fin filtration	
Levures	20/ml	< 1/100 ml	< 1/100 ml	4/100 ml
Bactéries	5.10^3/ml	< 1/100 ml	< 1/100 ml	2.10^2/100 ml

Tableau 8 *Dénombrement des levures et bactéries à la sortie d'un filtre à membrane organique avec des diamètres moyens de pores de 0,2 µm, réseau IFV, 2003-2005*

Dans tous les essais réalisés par l'IFV, la rétention des levures (et notamment des *Brettanomyces*) est « totale ». En fonction de la conception des matériels utilisés (diamètre moyen des pores, configurations hydrauliques…), il peut rester ou non quelques bactéries en sortie de filtre : de 1 à 100 bactéries par ml (**tableau 9**).

Microorganismes (UFC)	Vin brut	Diamètre moyen des pores		
		0,2 µm	0,3 µm	0,45 µm
Levures	190/ml	< 1/100 ml	< 1/100 ml	< 1/100 ml
Bactéries	3 700/ml	< 1/100 ml	13/100 ml	170/100 ml

Tableau 9 *Incidence de la dimension des pores des membranes sur la stabilisation microbiologique des vins (d'après M. Mietton-Peuchot, ISVV UMR œnologie, Université Bordeaux 2)*

Les filtres doivent être désinfectés et l'intégrité des membranes vérifiée. Des recontaminations après filtration sont très fréquemment observées, à relier à une hygiène insuffisante des canalisations, des pompes ou des cuves.

4. Préparation des vins au conditionnement

L'application actuellement la plus développée de la microfiltration tangentielle est la clarification et la stabilisation microbiologique des vins avant conditionnement (bouteilles ou autres contenants). Elle constitue alors une alternative à la filtration par alluvionnage généralement réalisée par des filtres à plateaux ou à plaques. Ces modes de filtration sont fonctionnels, mais nécessitent plusieurs opérations successives pour obtenir la limpidité. La filtration par alluvionnage entraîne des consommations importantes de terres de filtration dont l'utilisation peut être contraignante. En effet, la nouvelle réglementation sur les déchets impose une valorisation environnementale de terres de filtration après utilisation. Cette valorisation peut prendre différentes formes : épandage, co-compostage, récupération de sous-produits… Dans tous les cas, elle engendre des surcoûts. L'autre problématique est liée aux risques induits par la manipulation des terres de filtration. En effet, celles-ci contiennent des fines particules de silice cristalline, potentiellement dangereuses. La protection du personnel doit être assurée (masques, mises en place de systèmes spécifiques sur les filtres…). La microfiltration tangentielle permet de s'affranchir de ces inconvénients.

Comparativement aux autres modes de filtration, des pertes de vins peuvent devenir négligeables : de 0,01 à 0,5 % des volumes filtrés. Pour les calculs de rentabilité d'un investissement dans un filtre tangentiel, le retour sur investissement sera donc d'autant plus rapide que les prix de vente des vins et les volumes filtrés seront élevés.

D'un point de vue environnemental, l'absence d'utilisation de terres de filtration et surtout la récupération des volumes de vins permet de réduire les déchets biodégradables. La microfiltration tangentielle constitue donc un mode de filtration écologiquement plus propre.

Une des réticences de certains œnologues ou producteurs serait les impacts négatifs de la technique sur la qualité des vins. Selon eux, la microfiltration tangentielle « amaigrirait » les vins, « reteindrait les arômes » et les vins « chaufferaient » dans le filtre. Pour vérifier l'incidence qualitative de la filtration tangentielle sur les vins, l'IFV, l'Inra, Inter Rhône et d'autres organismes ont mis en place de très nombreuses études dans différentes régions de production. Ces essais démontrent que les filtres tangentiels modernes n'engendrent aucune dépréciation qualitative des vins.

Débits de filtration

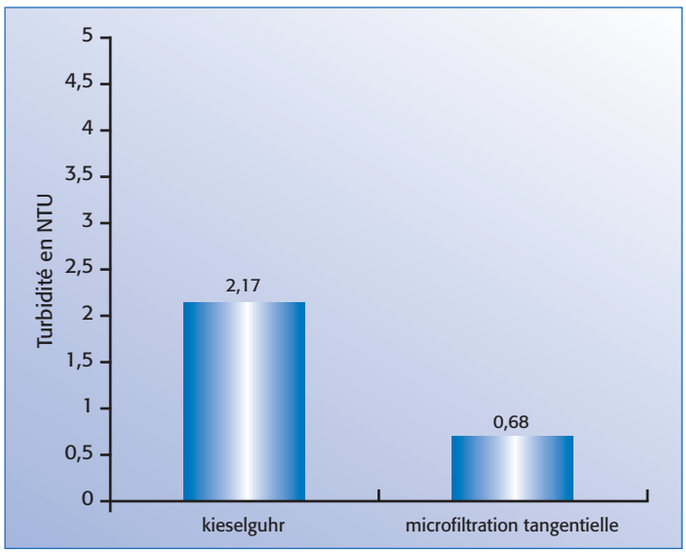
Les débits moyens observés lors des essais réalisés par l'IFV sont de l'ordre de 50 l/h.m², mais avec de très fortes variations (**tableau 10**). Cette fluctuation des performances peut s'expliquer par la plus ou moins bonne filtrabilité des vins et par l'incidence des conditions d'utilisation.

Densités de flux (l/h/m²)	Valeurs médianes	Valeurs minimales	Valeurs maximales
Vins rouges	48	24	119
Vins blancs et rosés	58	34	97

Tableau 10 *Densités de flux mesurées (moyenne de 37 essais), réseau IFV, 2003-2005*

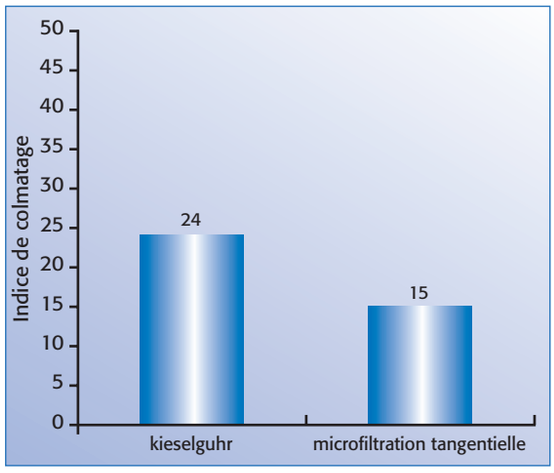
Niveaux de clarification

Après filtration tangentielle, la turbidité des vins est en général inférieure à 1 NTU, ce qui correspond à des vins brillants (**graphique 6**). Ces niveaux de clarifications sont obtenus quelle que soit la préparation des vins avant filtration.

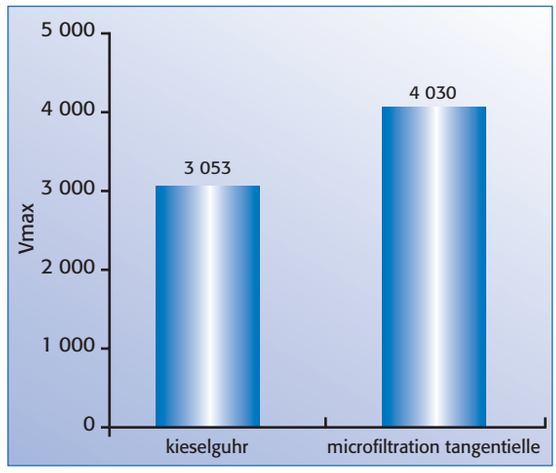


Graphique 6 *Comparaison des turbidités d'un vin issu de filtration tangentielle ou de filtration sur kieselguhr (moyenne sur 15 essais IFV)*

Les indices de filtrabilité comme l'indice de colmatage et le Vmax sont en général meilleurs après filtration tangentielle que par filtration avec alluvionnage (**graphiques 7 et 8**). La filtration finale sur membrane peut donc être réalisée dans de meilleures conditions (débits, durées et cycles), avec comme conséquence, une augmentation de la durée de vie des membranes.



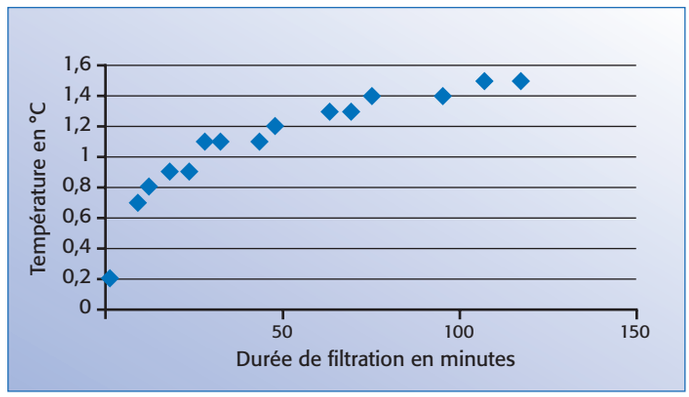
Graphique 7 *Comparaison de l'indice de colmatage d'un vin issu de filtration tangentielle et de filtration sur kieselguhr (moyenne sur 15 essais)*



Graphique 8 *Comparaison du Vmax d'un vin issu de filtration tangentielle et de filtration sur kieselguhr (moyenne sur 15 essais)*

Evolution de la température du vin filtré

La filtration engendre une augmentation minime et sans conséquences de la température des vins entre l'entrée et la sortie des filtres (**graphique 9**). Cette élévation de température, qui peut être variable selon les matériels et les conditions d'utilisation, est en moyenne de l'ordre de 1,5 à 2,5°C.



Graphique 9 *Différence de température entre l'entrée et la sortie du filtre tangentiel*

J-M. Desseigne, IFV

Aération des vins liée à l'opération de filtration

Les dissolutions d'oxygène parfois constatées lors d'opérations de filtration n'ont pas pour origine les filtres, mais les circuits en amont et en aval (**tableau 11**). Dans de bonnes conditions d'utilisation, la filtration peut être réalisée totalement à l'abri de l'oxygène.

Augmentation de l'oxygène dissous dans les vins en mg/l	Entrée filtre Sortie filtre	Cuve en amont Cuve en aval
	< 0,5	0,53

Tableau 11 *Evolution de l'oxygène dissous au cours d'une filtration, réseau IFV, 2003-2005*

Incidences sur les caractéristiques physico-chimiques des vins

Les résultats des nombreux essais réalisés par l'IFV confirment que la filtration tangentielle a peu d'incidences sur les caractéristiques analytiques des vins. Aucune différence significative n'est mise en évidence sur les critères comme le titre alcoométrique, l'acidité totale, le pH… Une légère baisse de la teneur en SO_2 libre est parfois mise en évidence, mais à relier plus à l'effet transfert (pompes), qu'aux filtres. Il en est de même pour la teneur en gaz carbonique.

La filtration tangentielle n'a pas d'impacts significatifs sur la couleur des vins rouges (**tableau 12**). Les rétentions de composés polyphénoliques sont, selon les essais, soit non mesurables par les techniques classiques d'analyses, soit de quelques pourcents. Elles sont similaires à celles observées lors d'une filtration sur kieselguhr.

	Témoin non filtré	Microfiltration tangentielle	Filtration sur kieselguhr terre rose	Filtration sur kieselguhr (terre rose) + filtration sur plaques 0,45 µm
Turbidité (NTU)	25	0,5	1,7	0,4
Absorbance 280 nm	44,4	43,0	43,9	41.2
Indice couleur	6,1	5,8	6,0	5,2
Teinte	0,9	0,9	0,9	0,9
TR (%) *		2,4	2,2	4,1
Levures (/100 ml)	$2,10^3$	< 1	60	2
Bactéries (/100 ml)	$2,10^4$	1	10^4	5

** TR : proportion de colloïdes glucidiques éliminés par filtration*

Tableau 12 ***Comparaisons des caractéristiques analytiques d'un vin AOC Corbières rouge clarifié selon divers modes de filtration (d'après : Inra Pech Rouge)***

La rétention en colloïdes totaux est, selon les essais, soit non significative, soit de quelques pourcents, et comparable à celle observée lors d'une filtration sur terre. Le peu de précision de la méthode de détermination classiquement utilisée (précipitation à l'alcool) ne permet plus de discriminer les techniques ou les appareils entre eux.

J-M. Desseigne, IFV

Influence organoleptique de la microfiltration tangentielle

Des dégustations comparatives ont été réalisées par l'IFV sur 30 essais différents*. Ces dégustations sont réalisées en verres noirs pour s'affranchir de l'impact de la limpidité des vins sur les notations des dégustateurs. Dans 24 essais, aucune différence significative n'a été observée entre les vins filtrés sur filtres tangentiels et les vins bruts ou filtrés sur kieselguhr, selon les cas. Dans 4 essais, les vins filtrés sur filtres tangentiels ont été préférés aux vins filtrés sur filtre kieselguhr. Dans un essai, le vin filtré sur terre a été significativement jugé plus aromatique que le vin filtré sur filtre tangentiel.

La filtration tangentielle n'affecte donc pas ou peu les profils sensoriels des vins. Elle n'entraîne pas, comme les premiers filtres testés en œnologie, d'amaigrissement, ni de dépréciation qualitative. Des résultats similaires ont été obtenus par Inter Rhône en Côtes-du-Rhône.

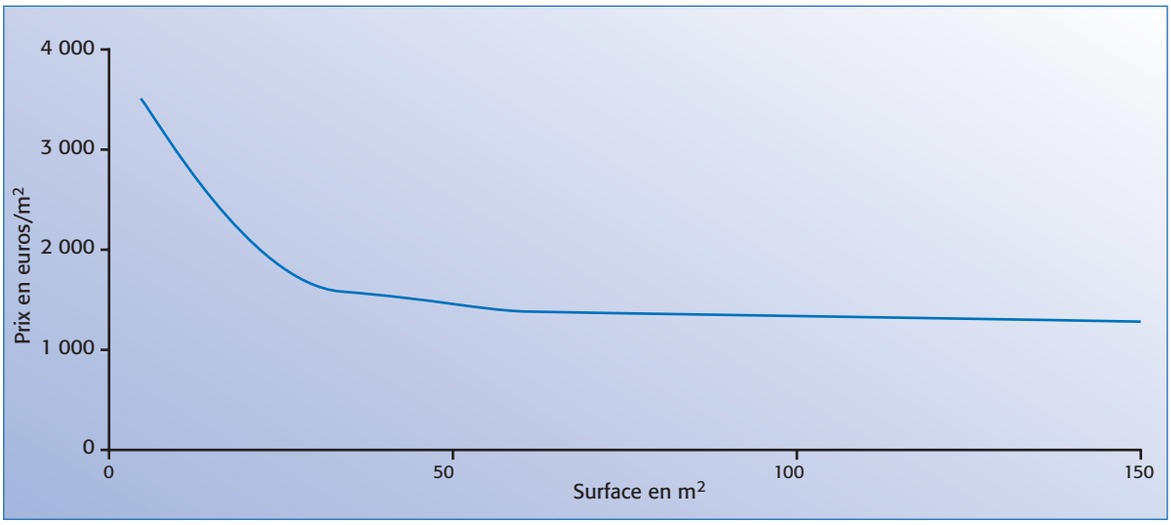
** Origine des vins : Vin de Pays d'Oc Chardonnay, AOC Gaillac, Premières Côtes de Blaye, Bergerac, Bordeaux, Coteaux d'Aix, Côtes de Gascogne, Palette, Saint Joseph, Crozes Hermitage, Chinon, Saumur, Coteaux du Layon, Bonnezeaux, Savennières, Châteauneuf du Pape…*

Aspects économiques

Les éléments de coûts et de rentabilité sont à raisonner au cas par cas, en fonction des matériels choisis et des conditions d'utilisation. Nous présentons ci-dessous quelques ordres de grandeurs. Des études de cas réalisées par Inter Rhône présenteront des exemples de coûts de façon plus détaillée.

Coûts d'investissement

Le coût par mètre carré de surface installée peut varier de 1 000 à plus de 4 000 €/m². Cette très forte fluctuation est expliquée par un fort effet d'échelle, les équipements de faible surface (10 à 20 m²) étant comparativement beaucoup plus chers au mètre carré (**graphique 10**).



Graphique 10 *Effet d'échelle sur les prix exprimés par m² en fonction de la surface installée*

Un autre facteur très important de variation est le niveau d'automatisation des filtres. A surface de filtration identique, les coûts d'investissement peuvent varier du simple au double en fonction des niveaux d'automatisation choisis.
Enfin, des critères de conception peuvent intervenir sur les coûts des investissements :
- le type de membrane : les membranes minérales étant plus chères au mètre carré que les membranes organiques,
- la conception des circuits hydrauliques,
- la qualité des équipements : pompes, vannes, instruments de mesure et de contrôle…
- la qualité globale de conception des matériels.

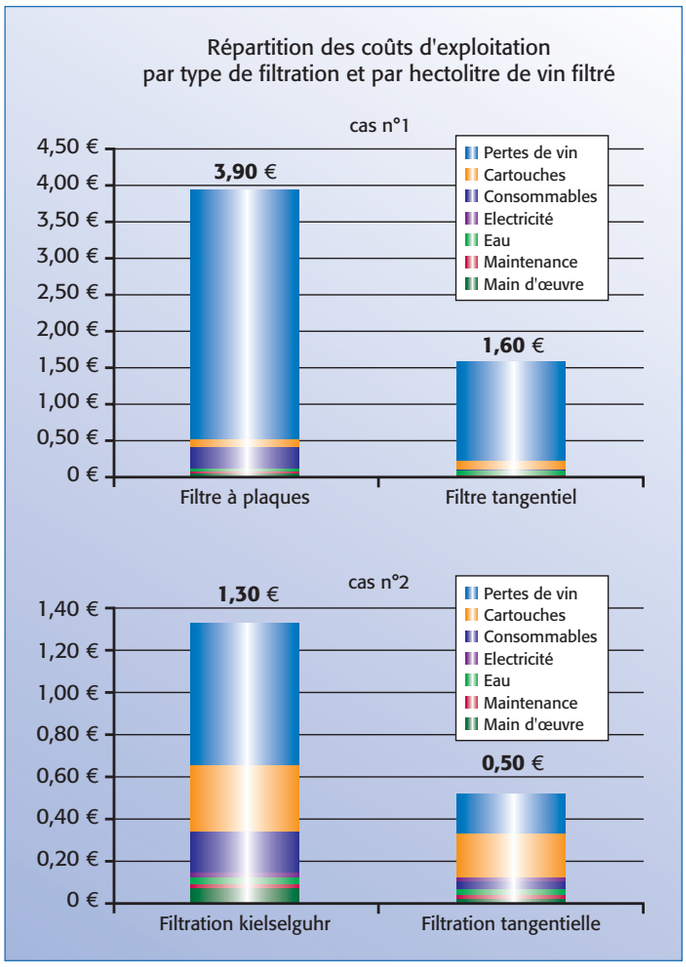
Coûts de fonctionnement

Les coûts en électricité sont faibles, quelques centimes d'euros par hectolitre filtrés, et peu dépendant des conditions d'utilisation.
Les coûts en eau et en produits de nettoyage, exprimés en hectolitre de vin filtrés, peuvent varier assez fortement selon la conception des matériels et les conditions d'utilisation (volume des lots filtrés, durée des cycles de filtration, fréquence des nettoyages chimiques) : de 1 à 20 centimes d'euros.
Les coûts de main d'œuvre, très variables (de quelques centimes d'euros à quelques dizaines de centimes par hectolitre) sont étroitement dépendants du niveau d'automatisation des filtres, avec comme extrêmes :
- un fonctionnement semi-automatique, les réglages et les opérations de nettoyage étant réalisés manuellement, comme sur un filtre à alluvionnage,
- un fonctionnement entièrement automatisé, avec succession de cycles de filtration.

En synthèse, les coûts de fonctionnement peuvent varier dans des fourchettes allant de 10 à 80 centimes d'euros par hectolitre.

Coûts liés au renouvellement des membranes

Le coûts lié au renouvellement des membranes doit être pris en compte. On considère que la durée de vie des membranes est de l'ordre de 5 à 10 ans pour les membranes organiques et de 10 à 15 ans pour les membranes minérales.
Dans la pratique, cette durée de vie peut varier fortement en fonction des conditions d'utilisation. Dans d'autres secteurs d'activité, le coût lié au renouvellement des membranes est généralement estimé à quelques centimes d'euros par hectolitre filtré.



Graphique 11 *Coût d'exploitation (d'après : S. Vialis, Inter Rhône)*

J-M. Desseigne, IFV

Rentabilité d'un investissement dans un filtre tangentiel

Comparativement à la filtration sur kieselguhr, trois postes principaux sont à prendre en considération : les coûts en main d'œuvre, les coûts en consommables (terres de filtration) et les réductions des pertes de vin (**graphique 11**).

La filtration sur kieselguhr entraîne des pertes de vins par les terres. Ces pertes sont variables, estimées généralement à 1 à 2 litres par kg de terre, ou de 0,5 à 1,5 % des volumes filtrés. En filtration tangentielle, les pertes de vin sont limitées aux volumes résiduels de rétentat, qui dépend notamment des volumes morts des filtres. En fonction de la conception des équipements et des conditions d'utilisation, ces pertes de vin peuvent être de 0,1 à 1 % des volumes filtrés. Avec une filtration résiduelle des rétentats, les pertes peuvent être ramenées à moins de 0,02 % des volumes filtrés.

J-M. Desseigne, IFV

Glossaire

Filtration : technique de séparation de deux phases, une phase solide et une phase liquide, par passage au travers d'une paroi poreuse, qui retient la phase solide. En traversant la surface filtrante, le liquide se clarifie.

Microfiltration : filtration avec un diamètre des pores du milieu filtrant de l'ordre de 0,1 à environ 10 microns.

Ecoulement tangentiel : le liquide à clarifier circule parallèlement à la surface filtrante.

Perméat ou filtrat : moût ou vin filtré, ayant traversé la membrane.

Rétentat : fluide contenant les particules ou macromolécules retenues par la membrane.

Colmatage : ensemble des phénomènes qui produisent une diminution des flux de perméation en fonction du temps.

Densité de flux de perméation (ou "débit" de perméation, perméabilité) : volume de liquide traversant la membrane par unité de surface et de temps (généralement exprimé en $l/h.m^2$).

Perméabilité : volume de liquide traversant la membrane par unité de temps, de pression et de surface (exprimé en $l.h^{-1}.m^{-2}.bar^{-1}$)

Rinçage : lavage des membranes à l'eau, à co- ou contre-courant.

Régénération : nettoyage *in situ* des membranes à l'aide de produits chimiques dans l'objectif de rétablir leur perméabilité initiale.

Rétro-filtration, rétro-lavage, back-pulse, back-wash : procédé de décolmatage des membranes en cours de filtration par inversion de flux de perméation.

Facteur de concentration volumique (FCV) : rapport entre le volume initial et le volume du rétentat (concentration du rétentat).

Pression transmembranaire (PTM) : différence entre la pression du coté du retentât et la pression du côté du filtrat de la membrane.

Pour en savoir plus :

Berger J.L., Cottereau Ph. - Possibilités offertes par les médias filtrants régénérables et la filtration tangentielle comme alternative à la filtration sur diatomées. 1997. Bulletin de l'OIV.

Desseigne J.M., Grenier P. - Génie œnologique et matériel. In : Œnologie, fondements scientifiques et techniques. 1998, Tec et Doc Lavoisier.

Desseigne J.M. - Filtration tangentielle : matériels et procédés. 2005. Revue Matériel Agricole. Paris.

Escudier J.L., Moutounet M., Vernhet A. - Application des membranes dans la filière œnologique. 2000. Techniques de l'Ingénieur.

Mietton-Peuchot M. - Les membranes en œnologie : actualités et perspectives. 2007. Journées thématiques Club Français des membranes. Faculté d'œnologie Bordeaux.

Moutounet M., Vernhet A. - Microfiltration tangentielle. In : Œnologie, fondements scientifiques et techniques. 1998, Tec et Doc Lavoisier.

Poupault P., Vinsonneau E., Benesteau F. - Vins blancs à sucres résiduels : Maîtrise du mutage et gestion de l'anhydride sulfureux 2e partie, RFOE N°225 et Revue des œnologues N°124, mai 2007

Vernhet A., Grangeon A. - Innovations dans la microfiltration des vins : membranes et procédés. 2004. Revue des œnologues N°113.

Vinsonneau E., Anneraud M., Benesteau F. - Utilisation de la microfiltration au mutage des vins moelleux et liquoreux : synthèse de trois années d'essais. 2004. www.matevi-france.com

Vinsonneau E., Desseigne J.M. - Techniques physiques et stabilisation microbiologique des vins : Synthèse des résultats de l'IFV. 2008. www.matevi-france.com

Rochard J., Kerner S. - Clarification et environnement, RFOE N°206, mai 2004.

Conclusion

Après 25 ans de tâtonnements et d'évolutions, nous pouvons affirmer aujourd'hui que la technique est au point pour l'œnologie dans la mesure où elle respecte le produit d'une part et qu'elle répond aux contraintes environnementales et économiques d'autre part.

Le principe de la technique séparative en flux tangentiel ouvre la voie pour le développement de nouvelles pratiques œnologiques qui sont en cours d'évaluation. Avec le choix de membranes adaptées, il sera possible demain de réduire la teneur en sucre des moûts ou de modifier la teneur en alcool ou en acide des vins de façon précise et avec moins de conséquences que les techniques conventionnelles.

J-M. Desseigne, IFV

Relecteurs : Philippe Cottereau, Emmanuel Vinsonneau, Anne-Marie Denizot, Christine Moulliet et Jean-Luc Berger, IFV ; Sophie Boucard et Jennifer Thomas, VINIFLHOR.

Remerciements :
Avec la participation financière de VINIFLHOR, du compte d'affectation spécial pour le développement agricole et rural géré par le ministère de l'Agriculture et de la Pêche et le CIVB.
L'IFV remercie les sociétés Bucher-Vaslin, Pall, Siva-Tami, Della Toffola France et Ymélia pour la mise à disposition de matériels pour ses travaux.

Décembre 2008

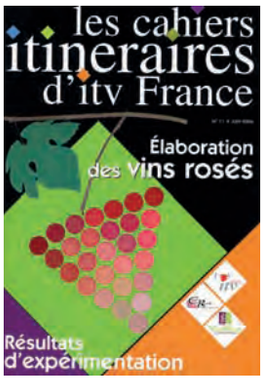
Mentions légales : ISSN : 1629-5919

© Institut Français de la Vigne et du Vin. Le code de la propriété intellectuelle n'autorisant, aux termes de l'article L.122-5, d'une part, que « les copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé du copiste et non destinées à une utilisation collective » et, d'autre part, que les analyses et les courtes citations dans un but d'exemple et d'illustration, « toute représentation ou reproduction même partielle, faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droits ou ayant cause, est illicite » (article L.122-4). Cette représentation ou reproduction, par quel que procédé que ce soit constituerait donc une contrefaçon sanctionnée par les articles L.335-2 et suivants du Code de la propriété intellectuelle.

Imprimé sur papier recyclé.

Crédit photo de couverture : P. Mackiewicz, IFV

ENTAV ITV FRANCE **Institut Français de la Vigne et du Vin** Viniflhor



- n° 10 : Bonnes pratiques de manipulation des produits phytosanitaires en viticulture
- n° 11 : Elaboration des vins rosés : résultats d'expérimentation
- n° 12 : *Brettanomyces* et phénols volatils : prévenir et limiter les altérations
- n° 13 : Gestion durable des sous-produits et déchets des exploitations viticoles et des caves
- n° 14 : Techniques soustractives d'enrichissement des moûts
- n° 15 : Machines à vendanger : bonnes pratiques de récolte
- n° 17 : Production viticole intégrée, de la conception à l'application
- n° 18 : Maîtrise des fermentations spontanées et dirigées
- Le coût des fournitures en viticulture et œnologie 2009
- Traité de viticulture et d'œnologie durables
- Note nationale sur les maladies du bois
- Choix et emploi des micro-organismes en œnologie
- Catalogue des variétés et des clones de vigne cultivés en France

Service des publications : tél. 03 26 54 00 30 - email : caroline.diouy@vignevin.com

Siège : Domaine de l'Espiguette - 30240 Le Grau du Roi
www.vignevin.com