

Janvier 2011



Bureau **I**nterprofessionnel des **V**ins de **B**ourgogne

SOMMAIRE

RETOUR ALLUVION	NAGE	AUX	TANGE	ENTIELS	EN	PAS:	SANT	PAR	LES
MEMBRAN	NE3					• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••) [
LA FILTRAT	TION : HI	STOIRE	ET POIN	TS DE VI	JE			р	2
POURQUOI	FILTRE	R ?						p	4
TYPES DE F	FILTRAT	IONS						р	5
•									
MECANISM	IES DE R	RETENTIO	ON					р	6
SEUILS DE	RETENT	ION						р	7
DISTRIBUT	ION DES	PORES						p	8
TYPES ET C	CHOIX D	ES FILTF	RES					p	9
FOCUS SU	IR LA FI	LTRATIO	ON PAR	ALLUVI	ONNAG	iE		р	11
INVENTAIR	E DES B	ESOINS	EN FILT	RATION [O'UN CH	IAI		p	12
RETOUR SU	JR LES N	MECANIS	SMES DE	E SEPARA	NOITA			р	13
•	L'adsor	ption et le	es forces	électrocii e collision	nétiques			p	13
IMPORTAN	CE DU P	OMPAG	E SUR L	A QUALIT	ΓE DU P	RODUI	T FILTE	REp	15
CONDUITE CHOIX D'UI								p	16
LA PRECOU	JCHE							р	17
L'ALLUVIOI	NNAGE .							р	17
•				on alluvior és	-			-	

COMMENT OPTIMISER UNE FILTRATIONp	19
CAUSES DU COLMATAGE, D'UNE INSUFFISANCE DE CLARIFICATION OU I RELARGAGEp	
ADAPTATION DE LA FILTRATION AUX OBJECTIFS DE CLARIFICATIONp	20
AUTRES TECHNIQUES DE FILTRATION : FILTRATIONS FINALES AV MISE EN BOUTEILLESp	
LES PLAQUESp	22
MODULES LENTICULAIRESp	24
 Mode opératoire de la régénération	25
FILTRATION SUR PLAQUES OU MODULES LENTICULAIRESp	26
 A-coups de pression Pression et turbidité Courbes théoriques Exemples Autres résultats 	26 27 27
CARTOUCHESp	28
 Particularités des cartouches	29 31
AVANTAGES ET INCONVENIENTS DES DIFFERENTES TECHNIQUESp	32
 Filtre à plaques	32 32 33 33
IMPACT ANALYTIQUE ET ORGANOLEPTIQUE DES DIFFERENTS TYPES FILTRATIONp	
FILTPATION TANGENTIELLE	36

ANNEXE: Influence des niveaux de filtration et de sulfitage à la mise en bouteille sur la conservation – Vincent Gerbaux et Béatrice Vincent – IFV, unité de Beaune – Revue Française d'œnologie – N° 214 – septembre/octobre 2005.
Pour en savoir plusp 42
CONCLUSIONp 42
EXEMPLES DE FILTRES TANGENTIELSp 41
EMPREINTE ENVIRONNEMENTALEp 40
DEBITSp 40
EXEMPLES COMPARATIFSp 39
Configuration des modulesp 38Décolmatage
MODULES DE FILTRATIONp 38
 Caractérisation
MEMBRANESp 37

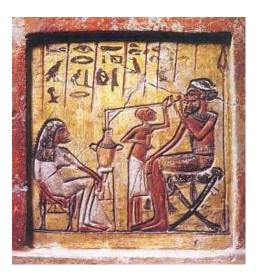
RETOUR SUR QUELQUES IDEES REÇUES: DES FILTRES A ALLUVIONNAGE AUX TANGENTIELS EN PASSANT PAR LES MEMBRANES

Jean-Philippe Gervais Pôle Technique et Qualité du BIVB

LA FILTRATION: HISTOIRE ET POINTS DE VUE

La filtration est une technique de séparation liquide/solides appliquée à la préparation des vins en vue de leur mise en bouteilles et de leur commercialisation.

Ce n'est pas une technique nouvelle puisqu'elle était déjà connue du temps des Egyptiens 3 000 à 4 000 ans avant JC.



Une des premières utilisations a été la purification de l'eau afin de la rendre potable. Le but est d'éliminer les particules ou les micro-organismes de façon à rendre le produit buvable, tant du point de vue alimentaire que visuel.

Par exemple, l'eau était filtrée pour alimenter les soldats durant la première guerre mondiale.



Cette publicité allemande imagée du début du 20^{ème} siècle, montre bien la notion de séparation de l'eau des éléments néfastes pour la rendre potable.

Concernant les vins, la pratique de la filtration est souvent associée à une dégradation potentielle de la qualité sensorielle du vin (diminution du caractère fruité) et ce sous justification expérimentale particulière.

Par exemple, il est possible de trouver des arguments en ce sens, sur les contre-étiquettes pour

expliquer qu'un vin n'est pas filtré.

Des méthodes traditionnelles améliorées par de nouvelles techniques et un travail constant depuis la vigne jusqu'à la mise en bouteille nous permettent d'obtenir une maturité parfaite de nos raisins.

Ainsi nous révélons toute l'expression d'un vin fruité, élégant, équilibré et concentré. Si un vin est équilibré au départ, il le restera.

Afin de garantir une meilleure définition du fruit et une excellente concentration, ce vin n'est pas filtré, il est donc normal et naturel de constater la formation d'un léger dépôt dans la bouteille.

Vin non filtré naturellement un léger dépôt peut se former

Parker (Source Wikipedia) s'est également opposé à la filtration :

Ses détracteurs lui rétorquent qu'il contribue à l'uniformisation planétaire du vin, la Parkerisation, en imposant ses critères de qualité comme l'utilisation quasi-systématique de fûts neufs afin de donner une note vanillée aux vins ou encore la micro-oxygénation afin d'arrondir plus rapidement les tannins.

En revanche, il s'est régulièrement élevé contre des pratiques susceptibles de dénaturer les vins, telles que l'acidification ou <u>la filtration des grands vins</u>. Il a milité aussi pour des rendements faibles, permettant une meilleure concentration des arômes, n'hésitant pas à critiquer de très grands crus trop légers, ou à faire connaître des crus moins réputés, mais de grande qualité.

A l'inverse, dès lors que l'on se réfère à des arguments techniques, les citations en faveur de la filtration sont légion .

Max Leglise : « séparer le subtil de l'épais »

Emile Peynaud : « la filtration n'appauvrit pas les vins, prétendre le contraire serait accorder un rôle gustatif favorable aux substances étrangères en suspension. Un vin limpide se goûte toujours mieux que le même vin trouble même si ce trouble est léger. »

De façon plus ludique, mais tout aussi intéressante, les Shadocks ont donné leur version de la filtration : l'opération qui consiste bien à retenir les éléments grossiers contenus dans un liquide.



Définition de la filtration

Procédé physique qui consiste à séparer une phase solide en suspension d'une phase liquide par passage à travers un milieu poreux.

Mais cela pose une question principale: Quel est le niveau de clarification minimum acceptable...ou....de contamination maximale acceptable?

Que cherche-t-on à éliminer et à préserver ?

Les éléments à éliminer sont les particules et les troubles colloïdaux d'une part, mais aussi les micro-organismes, sans pour autant modifier le caractère organoleptique du vin.

Limpidité et pouvoir colmatant

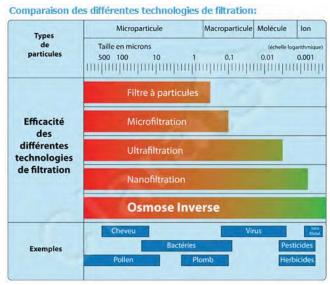
Pour évaluer la qualité d'une filtration, on se sert de la limpidité. Le trouble d'un point de vue particulaire est difficile à définir mais possible à mesurer avec un turbidimètre (mesure de la turbidité : du trouble). Cet appareil de fonctionnement simple a, de plus, un coût assez peu élevé.

- → Vin Blanc limpide : Turbidité inférieure à 1 NTU (trouble au-delà de 1/1,5 NTU)
- → Vin Rouge limpide : Turbidité inférieure à 2 NTU (trouble au-delà de 4/5 NTU)

La définition du pouvoir colmatant est plus compliquée. Plusieurs indices ont été développés dont l'indice de colmatage ou l'indice de colmatage modifié. Il s'agit de la mesure du temps que met le vin à passer au travers d'une membrane d'un seuil de coupure connu. Cet indice est corrélé directement à la température et il est peu répétable. Il est difficilement exploitable sauf pour une filtration sur membrane.

Lamothe Abiet a également défini un indice : le coefficient de filtrabilité. Ce coefficient met en ouvre des membranes de seuils de coupure fonction de la turbidité du vin. On peut en déduire des séquences de filtration possibles selon le pouvoir colmatant du vin.

Il existe différentes techniques de filtration selon la taille des particules ou micro-organismes qui doivent être éliminés



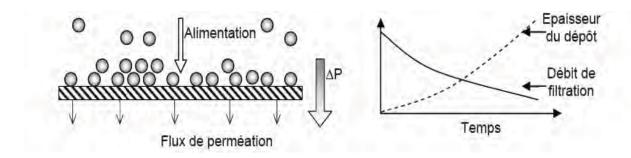
Matinée Technique du BIVB : « Filtrer : pourquoi, quand comment ?» Janvier 2011 Il est possible d'éliminer des particules visibles à l'œil nu, par exemple un cheveu mesure de 40 à 70 μm. C'est la microfiltration et c'est la technique la plus utilisée pour le vin (jusqu'à un diamètre de 0,5 à 1 μm). D'autres techniques permettent de retenir des éléments plus petits comme les micro-organismes. Enfin, l'osmose inverse, qui est une technique de filtration tangentielle retient toutes les particules présentes jusqu'au niveau ionique puisqu'elle ne laisse passer que les molécules d'eau.

TYPES DE FILTRATIONS

Filtration frontale

Un vin non filtré passe au travers d'un média de filtration poreux qui retient les particules, le filtrat est récupéré après le filtre.

Au fur et à mesure de la filtration l'épaisseur du dépôt augmente et le débit diminue.



Ce type de filtration est utilisé dans la grande majorité des techniques mises en œuvre dans le cadre des traitements œnologiques.

Filtration tangentielle

La technique est différente et consiste à faire passer à grande vitesse (plusieurs m/s) un liquide parallèlement à une membrane. Cette vitesse induit une différence de pression qui va permettre le passage du vin au travers de la membrane. Il n'y pas de phénomène d'augmentation du dépôt, il se crée une polarisation à la surface de la membrane. Le débit reste relativement constant. Il est impossible de moduler le seuil de rétention, la filtration est généralement faite à 0,2 µm.

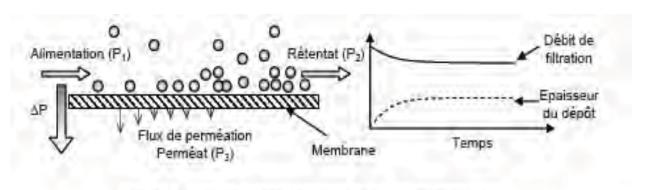
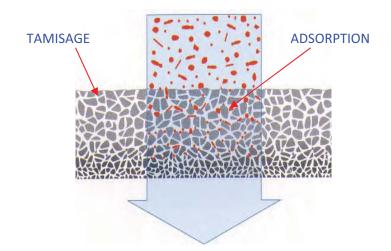


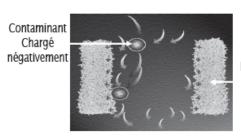
Figure II-3 : Principe de fonctionnement de la filtration tangentielle.

Les particules sont retenues de deux manières différentes lors de la filtration.



Source : Bergerow

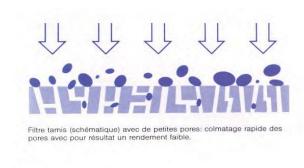


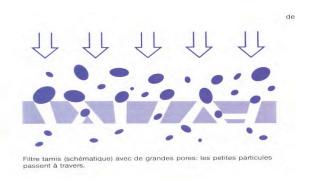


Milieu filtrant chargé positivement

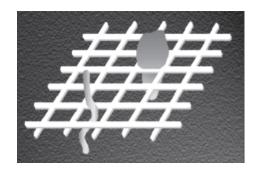
Tamisage

Tout ce qui est plus gros que le diamètre des pores, ne passe pas au travers du filtre.





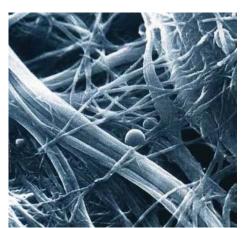
Source : Bergerow



Adsorption

Les particules sont retenues dans les pores des tamis tridimensionnels. Elles s'adsorbent par des forces électromagnétiques : les particules chargées négativement vont être retenues par les charges positives du filtre.

Ce phénomène se poursuit jusqu'à saturation des sites de rétention. A ce moment là, les particules ne seront plus retenues. De même s'il y a un à-coup de pression, tous les éléments retenus vont être relargués.





Source: Seitz Filter Werke

SEUILS DE RETENTION

Le pouvoir de séparation d'un filtre est sensé être homogène et stable durant le cycle de filtration. C'est loin d'être le cas !

Il est facile de définir de façon normative la capacité d'un filtre à retenir des micro-organismes de taille connue, beaucoup moins de définir des seuils de rétention particulaires.

Les fabricants entretiennent une confusion sur les seuils de coupure des filtres (nominaux/absolus) et leur mode de détermination qui rendent difficile la comparaison des filtres entre eux.

Le seuil de rétention se réfère à la taille d'une particule ou d'un micro-organisme spécifique retenu par le filtre avec un degré d'efficacité précisé.

En théorie, le seuil absolu se réfère au diamètre de la plus grande particule sphérique et indéformable qui traverse le filtre dans des conditions de test spécifiques.

En pratique, les seuils sont définis en tenant compte du rapport entre le nombre de particules d'un diamètre donné en amont du filtre sur le nombre de particules en aval (Beta ratio) mais selon les constructeurs, cette valeur change (beta ratio 75 à 5000 ou 10000...).

	Efficacité ((1-beta)/beta))x100
1	0%
2	50%
5	80%
10	90%
20	95%
75	98.7%
100	99%
200	99.5%
1000	99.9%
5000	99.98%

Le seuil de coupure du filtre, par exemple 5 μ m, n'est pas une information suffisante pour connaître son efficacité. En effet, il faut savoir si à 5 μ m, 9 particules sur 10 sont retenues (efficacité de 90 %) ou si 4999 particules sur 5000 sont retenues (efficacité 99,98 %). Il est donc très important de regarder le Beta ratio pour connaître la performance réelle du filtre.

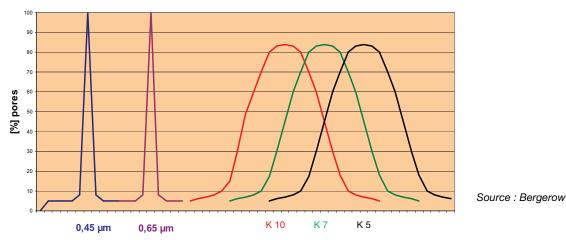
Attention de ne pas oublier un paramètre essentiel de la filtration : la capacité de logement en matières troubles !

Il ne faut pas confondre le seuil de rétention et la porosité. Cette dernière exprime le volume des pores par rapport au volume totale du média filtrant.

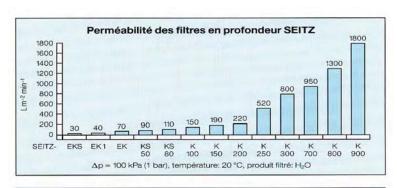
DISTRIBUTION DES PORES

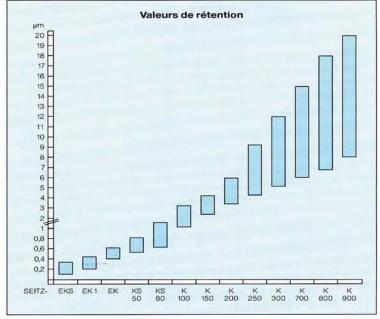
Cette notion est également importante. En effet, dans une cartouche, les diamètres des pores sont tous très proches de la porosité indiquée.

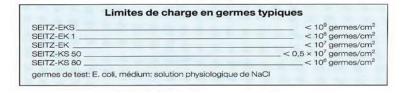
A l'inverse dans les plaques, ou de la terre, la distribution est beaucoup plus large. Par exemple, pour une filtration à $5 \mu m$, les pores peuvent avoir un diamètre de $4 \text{ à } 8 \mu m$.



Matinée Technique du BIVB : « Filtrer : pourquoi, quand comment ?» Janvier 2011







Source: Seitz Filter Werke

Plus la plaque sera de porosité importante, plus l'intervalle des valeurs de rétention sera important. Toutefois, même les particules de taille inférieure à la valeur minimale de rétention peuvent être retenues grâce aux différents mécanismes mis en jeu. La qualité de la filtration, c'est-à-dire la limpidité du filtrat n'est pas forcément fonction de la finesse du filtre.

TYPES ET CHOIX DES FILTRES

Il existe donc différents types de filtres.

En filtration frontale:

- filtration par alluvionnage avec adjuvants : kieselguhr, perlites
- filtration sur plaques ou modules lenticulaires
- filtration sur cartouche préfiltre ou membrane

et la microfiltration tangentielle.

En fonction de l'état du vin que l'on a à clarifier : turbidité et taux de matière sèche, la technique choisie sera différente.

Etapes de clarification	Matière sèche (%)	Turbidité (NTU)	Types de filtres utilisés
Dépôts bourbeux	35 à 50		FP, FRSV, MFT
Moûts	11 1 2 2 2 2 3 1		FP
Vins nouveaux	< 5	500	FK, MFT
Vins de presse	< 10	1000	FK, MFT
Vins en cours d'élevage :			
- après collage	10 à 25		FP, MFT, FK
- après traitement au froid			FK, Filtre à vin Bekaert, Novinox
- avant entonnage	<1	20 à 300	FK, MFT, Novinox
Clarification avant mise en bouteille		< 50	Plaques clarifiantes, MFT, FK, Novinox
Filtration finale (avant mise en bouteille)	Très faible		Plaques stérilisantes, membranes
	Très faible		Plaques stérilisantes, 1

Source: IFV

FP : Filtre presse MFT : microfiltration tangentielle

FRSV : Filtre rotatif sous vide FK : Filtration sur terres

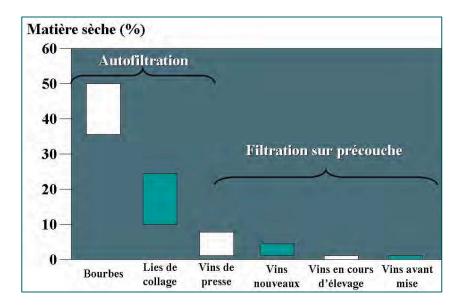
Tableau 1 : Utilisation des différents filtres selon l'étape de clarification

FOCUS SUR LA FILTRATION PAR ALLUVIONNAGE

Fabrice Delaveau Société Michael Paetzold

INVENTAIRE DES BESOINS EN FILTRATION D'UN CHAI

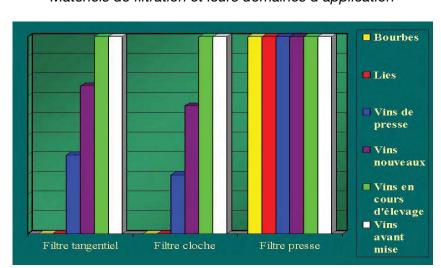
- dépôt bourbeux
- lies de collage
- vins nouveaux:
 - o préparation à un collage ou à un traitement par le froid
 - o préparation en vue de l'entonnage
- vins de presse
- vins en cours d'élevage : filtration d'une colle non sédimentée
- préparation à la mise en bouteilles.



Ces différents produits sont définis par leur taux de matière sèche. Un vin avant mise ne nécessite pas la même filtration que des bourbes. Cela dépend de la « qualité » du trouble à retenir. Dans les deux cas, une filtration sur terre peut être mise en œuvre mais avec une finalité différente.

Dans le cas des bourbes, c'est un drainage avec autofiltration : elles sont très chargées et très colmatantes, les particules vont s'arrêter les unes les autres, l'adjuvant de filtration sert à aérer le gâteau : la perlite, pour éviter le colmatage.

Dans le cas d'un vin avant mise, le trouble est moins important. La filtration sur terre sert à réaliser un alluvionnage avec renouvellement de la couche filtrante en filtration sur pré-couche : le kieselguhr.



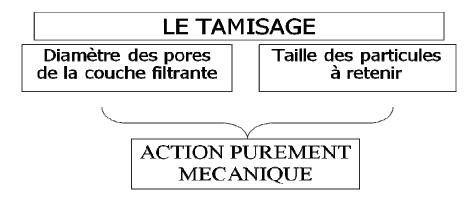
Matériels de filtration et leurs domaines d'application

Matinée Technique du BIVB : « Filtrer : pourquoi, quand comment ?» Janvier 2011 Le filtre presse présente l'avantage de pouvoir être utilisé pour tous les besoins en filtration dans un chai.

Le filtre cloche est encore très répandu en Bourgogne mais il ne peut être employé que pour des produits peu chargés, c'est-à-dire avec une turbidité maximale de 150 à 200 NTU, sinon il est difficile d'obtenir une bonne clarification en un seul passage.

RETOUR SUR LES MECANISMES DE SEPARATION

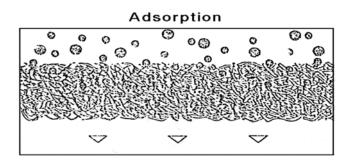
Le tamisage :



Il s'agit d'une action purement mécanique qui permet de retenir toutes les particules d'une taille supérieure à celle des pores du filtre.

S'il n'y avait que ce mécanisme mis en jeu, il y aurait un colmatage rapide et il serait difficile de traiter tous les produits. Cette technique est plus particulièrement mise en œuvre lors de la filtration fine dans le cadre de la préparation des vins à la mise en bouteilles. Exemple : la filtration tangentielle ne se fait que par tamisage, de même filtration sur plaques et cartouches.

L'adsorption et les forces électrocinétiques :

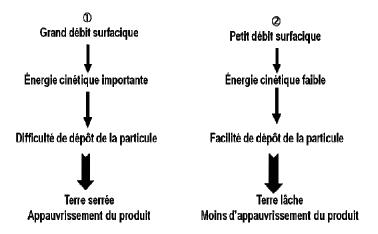


Ce mécanisme peut être assimilé à une filtration en profondeur et ne peut être mis en œuvre que sur des troubles fins pour que cela soit efficace. En filtration par alluvionnage, de plus grandes quantités de troubles sont séparées, ce sont donc des pores plus grands. Cela ne représente qu'1 à 2 % des mécanismes qui entrent en jeu dans la filtration par alluvionnage.

L'effet d'écoulement et de collision :

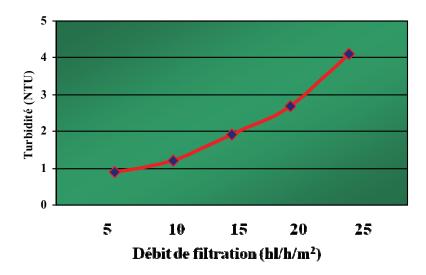
Il constitue le principal mécanisme de rétention. Pour comprendre le fonctionnement, il faut imaginer un barrage de police avec des véhicules placés en quinconce. Le but est de stopper une voiture de malfaiteurs. La voiture va rebondir sur les véhicules de police sur le côté, les uns après les autres. A chaque impact, elle va perdre de la vitesse (diminution de l'énergie cinétique) jusqu'à s'arrêter

Dans le cas de la filtration, la particule va taper les différentes couches du gâteau, la séparation se fait par le dépôt de celle-ci dans les méandres créés par les diatomées (kieselguhr). Les chocs à l'intérieur du gâteau sont liés au débit, à la surface de filtration, à la nature, la taille et la composition du trouble. La particule va perdre de l'énergie cinétique à chaque choc. Pour le débit, il faut raisonner en hl/h/m² de surface filtrante. Plus la vitesse est faible, plus l'énergie cinétique sera faible et donc plus vite les particules seront retenues.



Dans le cas n° 1 : il faudra plus de chocs à la particule pour s'arrêter, il va donc falloir utiliser une terre serrée avec un risque d'appauvrissement du vin.

Dans le cas n° 2 : la vitesse est moins rapide (augmentation de la surface ou diminution du débit), il sera plus facile d'arrêter les particules. Il y a donc moins de risque d'appauvrissement du produit car on utilise une terre plus lâche.



Dans la littérature, le débit conseillé est compris entre 3 et 10 hl/h/m². Lorsque le vin est peu chargé il est possible d'aller jusqu'à 15-20 hl/h/m².

Dans ce cas, le débit a été modulé de 5 à 25 hl/l/m². Plus la vitesse est lente, pour un même type de terre, plus la turbidité diminue en fin de filtration.

Il ne faut pas trop serrer la filtration. L'indice de dialyse représente les molécules de tailles importantes et plus particulièrement les complexes tanins-anthocyanes dans les vins rouges. Plus une filtration est faite sur une terre serrée, plus on casse ces molécules, l'indice de dialyse diminue alors et on risque « d'abîmer » le produit.

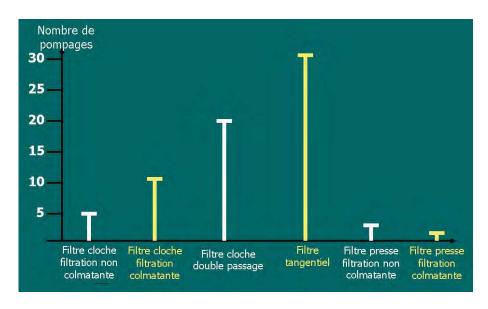
Exemple: vin témoin tanins: 2,7 g/l - indice de dialyse: 17,7 - anthocyanes: 252 mg/l

Types de diatomée	Diatomée lache	Diatomée moyenne	Diatomée serrée
Tanins (g/l)	2,6	2,6	2,4
I Dialyse	17,9	16,6	10,6
Anthocyanes (mg/l)	243	234	225

IMPORTANCE DU POMPAGE SUR LA QUALITE DU PRODUIT FILTRE

Après une filtration, on parle de « vin fatigué », du fait de la déstabilisation des complexes taninsanthocyanes (forces de cisaillement).

3 matériels ont été testés.



L'avantage d'une pompe centrifuge est que, même si sa vitesse est de 300 hl/h, il est possible de la brider et elle peut tourner sur elle même. Cependant, si le débit choisi est de 100 hl/h, 3 litres de vin vont être brassés pour 1 litre filtré.

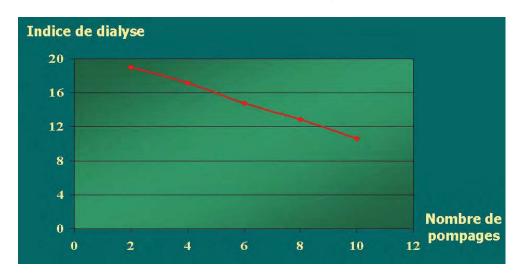
Dans le cas d'une filtration colmatante avec un filtre cloche : 10 à 12 litres de vin brassés pour 1 litre de vin filtré.

Dans le cas d'une filtration avec double passage avec filtre cloche : 5 litres de vin brassés pour 1 litre de vin filtré.

Dans le cas d'une filtration tangentielle : 30 litres de vin brassés pour 1 litre de vin filtré, ce qui s'explique par le principe de fonctionnement du filtre.

Dans le cas d'une filtration colmatante avec un filtre presse : 1 litre de vin brassé pour 1 litre de vin filtré (avec un bon fonctionnement). En effet, ce système utilise une pompe à piston qui ne brasse pas le vin comme une pompe centrifuge.

L'indice de dialyse est directement lié au nombre de pompages.



S'il y a 10 pompages, l'indice de dialyse diminue fortement. Si le nombre de pompages augmente encore, la courbe cesse de diminuer et atteint un plateau. Le nombre de pompages est en lien avec le débit.

CONDUITE DE LA FILTRATION SUR PRECOUCHE: CHOIX D'UN ADJUVANT

Le choix de l'adjuvant de filtration se fait en fonction de 3 paramètres :

- le type de produit à filtrer, c'est-à-dire le type de trouble à éliminer Exemples : si ce sont des lies, il s'agit d'un trouble fin : il faudra donc une terre fine. A contrario, un vin de presse, il contient des éléments grossiers donc il faudra une terre plus lâche.
- Le résultat à obtenir
- Le matériel utilisé

Le but de l'adjuvant est d'obtenir un certain niveau de clarification. Le choix doit se faire de manière raisonnée afin de minimiser sa consommation pour des raisons de coûts, de temps, de pollution mais aussi et surtout car 1 kg de terre utilisé retient environ 1 litre de vin lors d'une filtration bien menée. Cela peut être supérieur en cas de dysfonctionnement, donc il faut chercher à limiter cette perte de volume. De plus, il faut bien choisir l'adjuvant afin de ne pas devoir faire une deuxième filtration à la suite de la première.

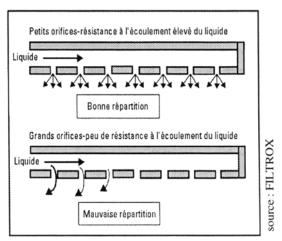
La précouche, comme les fondations d'une maison, constitue la base du gâteau, elle doit être solide et stable. C'est un support mécanique et le média filtrant pour le début de la filtration. Elle doit être faite avec une terre pas trop fine, (> à 0,5 D). Elle est composée de deux couches :

- Première couche, dite mécanique, qui constitue le support réel de filtration
- Deuxième couche servant à la filtration en début de cycle.

Il est important de savoir sur quel support va se former la précouche et quel est le diamètre des pores (70 à 120 µm). Plus il est élevé, plus il faudra de terre.

Règles pour réaliser une bonne précouche :

Le débit doit être supérieur à celui de la filtration (il doit être environ égal à 1,5 le débit de filtration). Il est nécessaire d'avoir une contre-pression pour une répartition homogène du gâteau. Elle doit être de l'ordre de 1 bar en raison des passages préférentiels. En moyenne, pour une bonne précouche on utilise 500 g à 1kg/m².



Passage préférentiel sur la précouche de filtration

Dans le cas d'un filtre cloche, il faut réaliser un bon dégazage de la cloche sinon des poches d'air se forment et le dépôt de terre n'est pas correct. Or, si la précouche est irrégulière, le cycle de filtration est perturbé et une forte augmentation de pression est observée.

Contrairement à la filtration en elle-même, lors de la constitution de la précouche, il faut faire des àcoups de pression pour casser tous les ponts qui sont fragiles et obtenir une structure solide, stable et moins compressible.

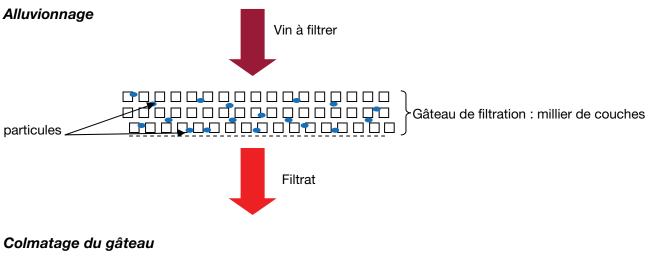
L'ALLUVIONNAGE

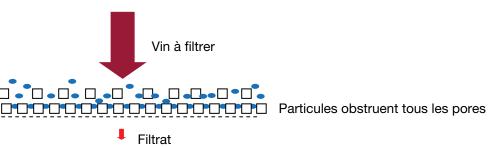
Ce mécanisme a pour objectif d'éviter un colmatage rapide de la précouche et donc augmenter la durée des cycles de filtration. Il consiste à renouveler la précouche en alluvionnant en permanence avec des adjuvants de filtration.

Règles pour réaliser un bon alluvionnage :

Il faut utiliser le même adjuvant (ou un mélange d'adjuvants) que celui ayant servi à la confection de la précouche.

Attention: il ne faut jamais utiliser d'adjuvant plus grossier que pour la précouche, sinon il y a glaçage du gâteau: colmatage en profondeur du gâteau, entraînant une augmentation de pression, la filtration n'a plus lieu.



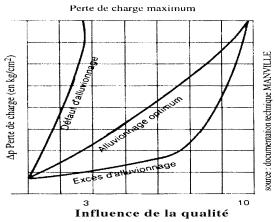


Débits de filtration maximum conseillés :

Plus le produit à filtrer est chargé, moins il faut aller vite.

PRODUIT	DEBIT (hl/h/m²)
Vin nouveau	5
Vin de presse	5
Vin brut	10
Vin peu chargé (après collage ou traitement au froid)	15

Exemple: vin blanc



de l'adjuvant de filtration alluvionné sur la variation de la pression différentielle et sur la durée du cycle de filtration

Dans l'idéal, il faut une montée en pression progressive de 0,5 bar/h. Dans la pratique, cela se passe rarement selon cet optimum. Le mieux est de finir le cycle avec une pression de 2 à 3 bars. Il est conseillé d'être en léger excès d'alluvionnage.

C'est le millésime qui va décider du choix de l'adjuvant et de la quantité utilisée.

Quantité et qualité des adjuvants de filtration à utiliser :

Produits à filtrer	Précouche (durée 5 à 10')		Alluvionnage en continu		Débit
Quantité et qualité de kieselguhr pour la filtration par alluvionnage	Qualité (darcy)	Quantité (kg/m²)	Qualité (darcy)	Quantité (g/hl)	(hl/h/m²)
Vins nouveaux (1ère filtration décembre)	2-3	0,5	2-3	300-500	5
Vins de presse	2-3	0,5	2-3	300-1000	5
Vins au cours de l'élevage après au moins un hiver	1-2	0,5	1-2	100-400	10
Vins avant mise en bouteilles plaques filtrantes	0,5-1	0,5	0,4-1	20-100	15
Vins avant mise en bouteilles avec cartouche membrane	0,5-1	0,5	0,06-0,4	20-100	15

CAUSES DU COLMATAGE, D'UNE INSUFFISANCE DE CLARIFICATION OU D'UN RELARGAGE

Un filtre peut colmater car les propriétés du produit à filtrer se modifient au cours de la filtration ou que la concentration en impuretés augmente en fin de cuve. Il est donc conseillé de commencer la filtration par le produit le moins chargé en trouble et de finir par le plus chargé.

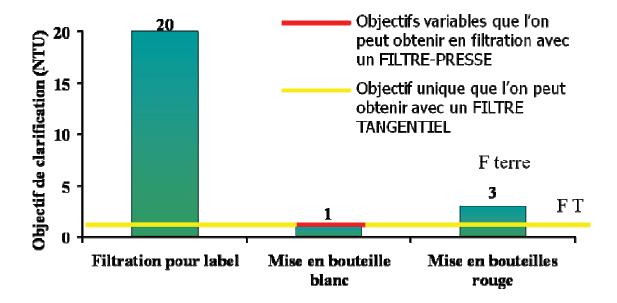
Ce qui peut expliquer un colmatage est également un arrêt accidentel d'alluvionnage.

Dans le cas d'une clarification insuffisante ou d'un relargage, cela peut être dû à l'utilisation d'adjuvants trop grossiers (glaçage du gâteau), ou à cause d'à-coups de pression, d'une variation du débit ou encore d'un changement de cuve ou de pression en sortie de filtre.

Il peut également exister des problèmes de matériels comme un encrassage des toiles ou des reps (difficiles à nettoyer), ou encore un trou dans un reps ou des joints usés pour les toiles. Il faut donc contrôler l'usure des matériels.

ADAPTATION DE LA FILTRATION AUX OBJECTIFS DE CLARIFICATION

La filtration à mettre en œuvre dépend de l'objectif de la clarification, le matériel choisi doit donc être à la disposition du maître d'œuvre de la filtration et ainsi du vin. Ce n'est pas au vin à s'adapter au matériel, mais l'inverse, et ainsi obtenir un seul et même niveau de clarification.



AUTRES TECHNIQUES DE FILTRATION : FILTRATIONS FINALES AVANT MISE EN BOUTEILLES

Jean-Philippe Gervais Pôle Technique et Qualité du BIVB Après filtration sur terre, les vins ne sont pas pour autant prêts à être mis en bouteilles en l'état.

- Soit leur limpidité est suffisante et on en souhaite pas retenir davantage les microorganismes présents : dans ce cas, une simple filtration particulaire très lâche (40 à 70 μm) à l'aide d'un « trap filter », place juste devant la tireuse, suffit.
- Soit la limpidité est insuffisante et/ou on souhaite une rétention de tout ou partie des microorganismes et dans ce cas, il convient de mettre en place une seconde filtration (plaques/modules ou cartouches).

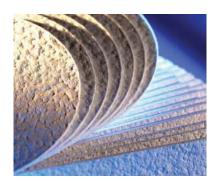
En résumé, plusieurs combinaisons de filtres sont possibles :

- Kieselguhr + plaques/modules
- Kieselguhr + cartouches
- Kieselguhr + « trap filter »
- Plaques/modules seul(e)s
- Plaques/modules + cartouches
- Cartouches (seules ou en combinaison)

LES PLAQUES

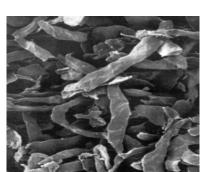
Ce matériel permet de filtrer des vins avec une turbidité de 10 à 20 NTU. Les plaques se composent de l'association de divers matériaux qui peuvent varier selon les types de plaques :

- Cellulose
- Kieselguhr (de moins en moins)
- Perlite
- Résine (résines liantes pour conférer à la plaque sa résistance mécanique et son potentiel électrocinétique)

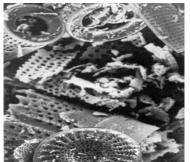




Source: Seitz Filter Werke

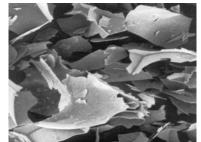


Cellulose: grossissement x 400



Kiesleguhr: grossissement x 4000

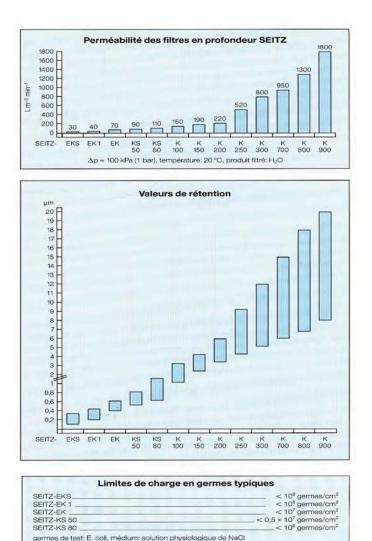
Source: Seitz Filter Werke



Source : Seitz Filter Werke

Perlite: grossissement x 1000

Matinée Technique du BIVB : « Filtrer : pourquoi, quand comment ?» Janvier 2011 Les mécanismes de rétention sont le tamisage et l'adsorption (cf. début compte rendu).



Source: Seitz Filter Werke

Il existe différents types de plaques. Quelle que soit la plaque utilisée (K7, K5, K3), le produit filtré aura une limpidité < 2 NTU. Les plaques plus serrées permettent une rétention plus importante des micro-organismes, car d'un point de vue mécanique, il se produit les mêmes phénomènes. C'est donc ce paramètre microbiologique qui est déterminant dans le choix des plaques.

Avec un filtre à plaques, plus le débit surfacique sera faible, plus la filtration sera qualitative. Dans l'absolu et si le vin ne contient que peu de micro-organismes, il est tout à fait possible de les éliminer avec une plaque clarifiante sans utiliser de grade « stérilisant ». Un paramètre clé reste la capacité de rétention du filtre sur le plan quantitatif : le nombre de germes que le filtre retiendra par unité de surface.

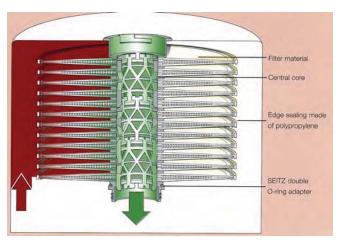
Ce matériel résulte de l'évolution des plaques dans les années 80-90.





Source: Bergerow

Module



Source: Seitz Filter Werke

Il existe 2 tailles de modules : 12 pouces soit 1,8 m² et 16 pouces soit 3,7 m². Il est possible d'empiler les modules selon les besoins de filtration de 1 à 4 modules. Il fonctionne selon le même principe que les plaques, il en existe autant de types.

La différence avec les plaques, c'est qu'il s'agit d'un système clos. De plus, Il est possible de régénérer les modules. La régénération permet d'augmenter la durée de vie du module. Elle nécessite d'abaisser la pression différentielle créée par le colmatage, de solubiliser d'abord à froid puis à haute température, ce qui nécessite d'être pourvu d'une arrivée d'eau chaude (85 °C) dans sa cuverie. Elle doit être faite carter après carter et il faut bien respecter le trio température/débit/durée.

Il est difficile de conserver de manière stérile les modules qui ont tendance à s'abîmer rapidement. Ils ont également un certain coût économique, il est donc important de bien faire la régénération.

Avec ce matériel, le delta de pression maximum est de 2,5 bars, il faut éviter les à-coups de pression et ne pas faire circuler à contre-courant.

Pour les plaques et les modules : filtration stérilisante : débit de 400 à 500 l/h/m²

filtration clarifiante : débit de 800 à 900 l/h/m²

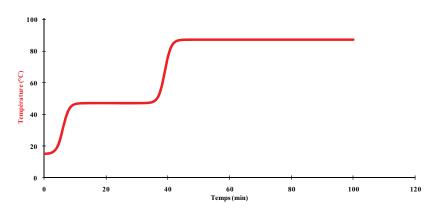
Mode opératoire de la régénération :

- ▶ Débit de tirage à co-courant
- ▶ Eau froide pendant 5 minutes
- ▶ Augmenter jusqu'à 50°C
- ▶ Maintenir 50°C maxi / 30 minutes
- ▶ Durée minimale : tant que l'eau de sortie est sale
- ▶ Puis stériliser

Il est possible d'utiliser la stérilisation thermique ou chimique.

Stérilisation thermique :

- ▶ 85°C minimum
- ▶ Température mesurée en sortie de filtre
- ▶ 40 minutes minimum
- ▶ Débit d'eau suffisant pour maintenir la température désirée
- ▶ Eviter les chocs thermiques pour refroidir l'ensemble



Source : Bergerow

Stérilisation chimique:

- ▶ Inhibition des micro-organismes
- ▶ Destruction des micro-organismes
- ▶ Compatibilité chimique
- ▶ Concentration/Temps de contact

Il est préférable du faire une stérilisation thermique.

Conservation des modules :

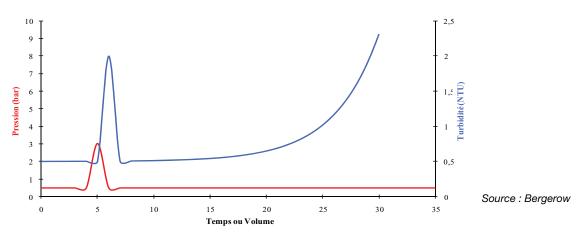
- ▶ Courte durée : moins de 24 heures simple régénération
- ▶ Longue durée : plus de 24 heures stérilisation thermique ou chimique
- ▶ Toujours en phase liquide

Stockage des modules :

- ▶ Local propre
- ▶ Local sans odeur
- ▶ A l'abri de l'humidité
- ▶ Aéré
- ▶ Dans l'emballage d'origine

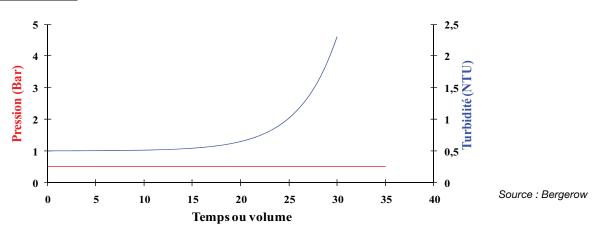
FILTRATION SUR PLAQUES OU MODULES LENTICULAIRES

A-coups de pression :



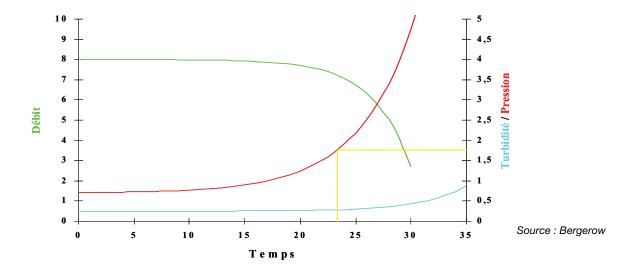
Il faut éviter les à-coups de pression car cela entraîne une augmentation de la turbidité.

Pression et turbidité:



La pression va rester constante et la turbidité va augmenter en fin de cycle après saturation des sites d'adsorption de la plaque, cette dernière ne retient plus les particules responsables du trouble.

Courbes théoriques :



En théorie : le débit diminue et la pression augmente en fin de cycle, alors que la turbidité reste constante tout au long de la filtration. Il faut éviter d'atteindre la pression maximale de colmatage.

Exemple: essais (assez anciens) réalisés à Bordeaux sur vin rouge 18 mois d'élevage en barriques.

Deux types de plaques utilisées : K3 et K7, double filtration avec chambre de renversement. Produit trouble avec indice de colmatage non mesurable.

De nombreux micro-organismes et plus particulièrement des bactéries.

Utilisation d'un filtre à chambre de renversement au cours d'une journée de mise en bouteilles d'un vin rouge élevé dix-huit mois en barriques neuves.
Influence sur la qualité de la clarification.

			SO2 libre (mg/l)	Turbidité (NTU)	Indice de Colmatage	Levures viables (/100 ml)	Bactéries viables (/100 ml)
	Entrée filtre		26	5,8	120 ml en 5mm	10 000	2 500 000
	Sortie	Début de matinée	24	0,70	63	500	>100 000
	Plaques	Milieu de matinée	24	0,90	92	3 000	>100 000
MATIN	K900 NEU	Fin de matinée	24	0,70	92	3 000	>100 000
	Sortie	Début de matinée	24	0,16	26	4	120
	Plaques	Milieu de matinée	24	0,20	34	<1	2 000
	K200 NEU	Fin de matinée	24	0,19	34	<1	2 500
	Entrée filtre		26	5,10	130 ml en 5 mm	4 000	3 200 000
	Sortie	Début de matinée	24	0,65	92	2 600	>100 000
	Plaques	Milieu de matinée	24	0,96	110	2 000	>100 000
APRES	K900 NEU	Fin de matinée	24	1,05	100	1 200	>100 000
MIDI	Sortie	Début de matinée	22	0,18	34	2	2 500
	Plaques	Milieu de matinée	22	0,15	35	<1	2 800
	K200 NEU	Fin de matinée	22	0,14	35	1	3000

Source : Serrano

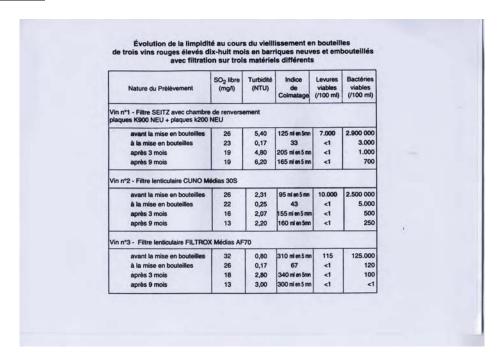
La première question à se poser est comment se fait-il qu'il y ait autant de micro-organismes avant mise ?

D'un point de vue filtration, après la première, le produit obtenu est limpide < 1 NTU et la population de levures a diminué d'un facteur 10. Il en est de même pour les bactéries qui restent très nombreuses. Une deuxième filtration plus serrée est réalisée pour stabiliser davantage le produit du point de vue microbiologique.

Cette deuxième filtration permet d'éliminer les levures et de diminuer fortement la présence de bactéries. La turbidité diminue également, tout comme l'indice de colmatage, bien que ce ne soit pas le but premier, la première filtration étant suffisante pour l'obtention d'un filtrat limpide.

Toutefois, les plaques de ce type ne permettent pas de faire une filtration stérilisante, même si elles retiennent une partie des micro-organismes.

Autres résultats:



Source : Serrano

Au moment de la mise en bouteilles, ce vin a une bonne turbidité, plus ou peu de levures et quelques milliers de bactéries.

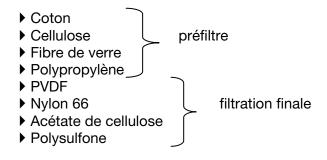
Après 9 mois de conservation en bouteilles, la turbidité a augmenté et a dépassé celle mesurée avant la mise... Par contre, le nombre de bactéries a fortement diminué....

Il faut bien raisonner la filtration et savoir pourquoi on filtre, parfois une filtration moyenne n'a pas d'intérêt à long terme. La turbidité est sensée se maintenir en bouteille au cours du temps.

CARTOUCHES

Cette technique est issue de l'industrie pharmaceutique.

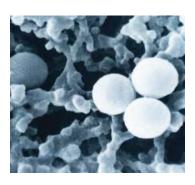
Il existe différents types de matériaux constitutifs de ces cartouches :

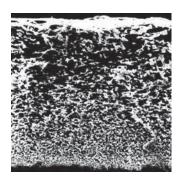


Matinée Technique du BIVB : « Filtrer : pourquoi, quand comment ?» Janvier 2011









Source : Bergerow

Particularités des cartouches :

- ▶ Tamisage
- ▶ Pas ou peu d'adsorption
- ▶ Pas ou peu de diminution de l'IC
- Non testables (préfiltre) ou
- ▶ Testables (finale)
- ▶ Grande diversité de matériaux
- ▶ Très grande stabilité au delta de pression
- ▶ Faible encombrement
- ▶ Coût important
- ▶ Rétention à un seuil de coupure donné

Types de cartouches :

▶ Préfiltres : Bobiné

Mousse

Plissé ou non Plissé

▶ Filtres finaux : Plissé

Testable

Les cartouches plissées ont, de fait, une surface de filtration plus grande. Pour les filtres finaux, il est nécessaire de vérifier la bonne rétention au seuil indiqué.

Préfiltration: cartouches non testables

▶ Bobiné : coton

polypropylène

▶ Mousse : cellulose

polypropylène

▶ Plissé : fibre de verre polypropylène

Préfiltration : bobinées non testables

- ▶ Simple corde torsadée
- ▶ Faible prix unitaire
- ▶ Porosités très lâches
- ▶ Tamisage grossier
- ▶ Sensibles aux à-coups de pression

Préfiltration: mousse de polypropylène

- ▶ Prix unitaire plus élevé
- Grand choix de porosités: 1 à 70 μ
- ▶ Volume de logement important
- ▶ Seulement par tamisage
- ▶ Pas d'adsorption (hydrophobe)
- ▶ Pas ou peu de diminution de l'IC
- ▶ Rétention des microorganismes, si pas trop nombreux (ex : Brettanomyces)

Préfiltration : plissées polypropylène

- ▶ Prix unitaire élevé
- ▶ Grand choix de porosités: 1 à 70 µ
- ▶ Faible volume de logement
- ▶ Seulement par tamisage
- ▶ Pas d'adsorption (hydrophobe)
- ▶ Pas ou peu de diminution de l'IC
- ▶ Bonne longévité
- ▶ Grande résistance mécanique
- ▶ Très bonne stabilité chimique

Préfiltration : plissées fibre de verre

- ▶ Prix unitaire élevé
- ▶ Faible choix de porosités
- ▶ Faible volume de logement
- ▶ Seulement par tamisage
- ▶ Faible adsorption
- ▶ Légère diminution de l'IC
- ▶ Bonne longévité

Filtration finale: Nylon 66 plissé

- ▶ Testables par test d'intégrité
- ▶ Prix unitaire très élevé
- Porosités : de 0,80 μ à 0,45 μ
- ▶ Faible volume de logement
- ▶ Pas de rôle de filtration
- ▶ Gendarme microbiologique
- ▶ Tamisage
- ▶ Très bonne résistance mécanique
- ▶ Très bonne résistance chimique
- ▶ Sensible aux alcalins chlorés

Filtration finale : acétate de cellulose

- ▶ Testables par test d'intégrité
- ▶ Prix unitaire élevé
- Porosités : de 0,80 μ à 0,45 μ
- ▶ Faible volume de logement
- ▶ Pas de rôle de filtration
- ▶ Gendarme microbiologique (stérilisante)
- ▶ Tamisage
- ▶ Faible résistance mécanique
- ▶ Bonne résistance chimique
- ▶ Surface variable : 0,5 à 0,8 m²/ module

Filtration finale: polysulfone

- ▶ Testables par test d'intégrité
- ▶ Prix unitaire élevé
- Porosités : de 0,8 μ à 0,45 μ
- ▶ Faible volume de logement
- ▶ Pas de rôle de filtration
- ▶ Gendarme microbiologique
- ▶ Tamisage
- ▶ Bonne résistance mécanique
- ▶ Bonne résistance chimique
- ▶ Surface variable : 0,5 à 0,8 m²/ module

Régénération des cartouches :

- ▶ Augmenter la durée de vie
- ▶ Abaisser la pression différentielle
- ▶ Solubiliser à basse/haute température
- ▶ Carter après carter
- ▶ Co-courant
- Disposer d'eau chaude, il faut surtout avoir un débit suffisant.
- ▶ Respecter température/débit/durée
- ▶ Débit de tirage à co-courant
- ▶ Eau froide pendant 5 minutes
- ▶ Augmenter jusqu'à 50°C
- ▶ Maintenir 50°C maxi / 30 minutes
- ▶ Durée minimale : tant que l'eau de sortie est sale
- ▶ Puis stériliser

Conservation des cartouches :

▶ Courte durée : moins de 24 heures

simple régénération

Longue durée : plus de 24 heures

stérilisation thermique ou chimique

▶ En présence d'un liquide ou séchées

AVANTAGES ET INCONVENIENTS DES DIFFERENTES TECHNIQUES

Filtre à plaques : robustesse

AVANTAGES	INCONVENIENTS
Faible coût de filtration	Pertes par égouttage
Très large chois de seuils de rétention	Temps de remontage
Grande souplesse de débits	Encombrement
Possibilité de double filtration	Investissement cher
Pas de régénération	Système ouvert
Filtration en profondeur	
Brillance des vins	
Très bonne protection des membranes	

Modules lenticulaires:

AVANTAGES	INCONVENIENTS
Filtration à l'abri de l'air	Régénérations quotidiennes
Système clos	Stérilisations quotidiennes
Belle présentation visuelle	Nécessité d'avoir de l'eau chaude
Filtration en profondeur	Prix du m³ d'eau pour régénérer et stériliser
Très large choix de porosités	Durée importante de régénération et stérilisation
Brillance des vins	Prix au m ² 6 à 7 fois plus cher que la plaque
Très bonne protection des membranes	Risque de coût à l'hl plus élevé que la plaque
Rapidité de montage	Durée de conservation
Qualités de filtration identiques à la plaque	Passage de vin rouge à vin blanc
Faible coût d'investissement	
Faible encombrement	

Préfiltres cartouches:

AVANTAGES	INCONVENIENTS
Système clos	Régénérations quotidiennes
Grand choix de porosités	Stérilisations quotidiennes
Faible coût d'investissement	Nécessité d'avoir de l'eau chaude
Faible encombrement	Prix des calories
Facilité de passage de vin blanc à vin rouge	Prix du m³ d'eau pour régénérer et stériliser
Bonne résistance mécanique aux à-coups de	Durée importante de régénération et de stérilisation
pression	Filtration seulement par tamisage
	Pas d'adsorption
	Brillance du vin limitée par rapport aux plaques
	Faible protection des membranes
	Nécessitent un indice de colmatage très bas
	Risque de coût à l'hl plus élevé que les modules
	Ienticulaires

Cartouches finales testables:

AVANTAGES	INCONVENIENTS
Système clos	Régénérations quotidiennes
Fiabilité microbiologique	Stérilisations quotidiennes
Testables	Nécessité d'avoir de l'eau chaude
Rapidité de montage	Prix des calories
Faible coût du matériel	Prix du m³ d'eau pour régénérer et stériliser
Faible encombrement	Durée importante de régénération et stérilisation
Bonnes résistance mécanique aux à-coups de	Passer des vins parfaitement préparés
pression	Prix du m ² 4 fois plus cher que le lenticulaire
	Risque de coût à l'hI très élevé
	Ne doivent pas filtrer

<u>Exemple : incidence de différents médias filtrants sur la limpidité d'un vin blanc Bordeaux 1993</u>

Incidence de différents médias filtrants sur la limpidité d'un vin blanc 1993 (Bordeaux)

		T / ·	0: 1	O: 1	D 11 611	0. 1 6.1	D 11 60	0: 1 611	D 11 CH	0: 1 (1)	D 11 60	D 11 CH
		Témoin	Simple	Simple	Double filt	Simple filt	Double filt	Simple filt	Double filt	Simple filtre	Double filt	Double filt
			filtre.	filtre.	Plq K200	Lent	LentSDA200	Cart PP	CartPP10µm	Cart PP	CartPP5µm	CartPP5µm
			Plq K100	Plq K200	Plq K580	SDA200	LentSDA80	10 µm	CartGP2µm	5 µm	CartGP2µm	CartGM1,2µm
	15 mm		0,30	0,36	0,27	0,35	0,34	0,83	0,32	0,57	0,34	0,53
	2 h		0,64	0,43	0,29	0,36	0,33	0,80	0,29	0,54	0,32	0,48
T	4 h	1,80	0,49	0,41	0,34	0.,35	0,34	0,73	0,29	0,55	0,32	0,32
	6 h		0,31	0,30	0,31	0,39	0,35	0,93	0,28	0,63	0,33	0,45
	15 mm		27	28	30	28	21	74	33	50	34	39
	2 h	240 ml	22	27	37	29	36	53	34	56	39	45
IC	4 h	en 5	28	26	32	27	24	57	30	58	29	35
	6 h	min	24	24	- 32	2 6	28	63	30	94	27	40
	15 mm		1	<1	<1	<1	ব	100	<1	10	<1	<1
	2 h		1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	10	<1
LT	4 h	2200	~ 1	<1	<1	1	<1	100	<1	<1	<1	<1
	6 h		2	4	<1	2	<1	<1	<1	10	10	<1
	15 mm	1	<1	<1	<1	10	<1	500	210	580	70	55
	2 h		<1	<1	<1	<1	<1	100	50	410	30	25
BT	4 h	2200	<1	<1	<1	10	<1	200	50	150	20	40
	6 h		₹	<1	<1	<1	<1	100	60	340	<1	25

T (Turbidité) en NTU IC (Indice de Colmatage) LT (Levures Totales) en cellules/100 ml BT (Bactéries Totales) en cellules/100 ml filt. = filtration plq = plaque lent = module lenticulaire cart = cartouche en profondeur

Il y a des différences d'efficacité selon si utilisation de plaques ou de cartouches. Avec une filtration sur plaques, une seule filtration suffit à obtenir un vin quasi stérile, alors qu'avec des cartouches il faut une double filtration.

Source: Seitz Filter Werke

<u>Autre exemple: incidence de différents médias filtrants sur la limpidité d'un vin rouge</u> <u>Bordeaux 1992</u>

Incidence de différents médias filtrants sur la limpidité d'un vin rouge 1992 (Pessac Léognan)

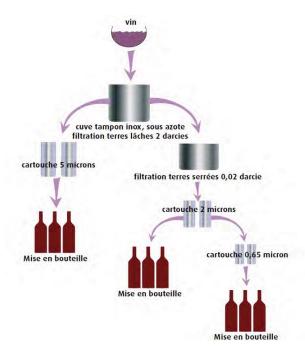
		Témoin	Simple	Simple	Double filt	Simple filtre	Double filt	Double filt	Double filt
			filtre.	filtre.	Plq K200	Cart PP	CartPP5µm	CartPP5µm	CartPP5µm
			Plq K100	Plq K200	Plq KS80	5 µm	CartGP2µm	CartPP1µm	CartPLo,5µm
	15 mm		0,37	1,54	0,32	1,14	0,64	0,94	0,45
	2 h		0,37	0,41	0,36	0,64	0,59	0,62	0,55
Т	4 h	1,90	0,38	colmatage	colmatage	0,78	0,56	0,6	0,74
	6 h		colmatage	-	-	0,88	0,56	-	0,73
	15 mm		40	49	33	128	61	59	72
	2 h	160 ml	31	37	40	85	46	59	78
IC	4 h	en 5	24	colmatage	colmatage	47	43	53	37
	6 h	min	colmatage	-	-	74	54	-	59
	15 mm		<1	<1	<1	40	<1	<1	41
	2 h		<1	<1	<1	9	<1	<1	<1
LT	4 h	100 000	<1	colmatage	colmatage	3	<1	<1	1
	6 h		colmatage	-	-	2	<1	-	<u> </u>
	15 mm		16	490	<1	5 400	2 600	2 470	1 170
	2 h		11	670	<1	1 900	890	1 220	870
BT	4 h	7 500	16	colmatage	Colmatage	1 190	890	980	950
	6 h		colmatage	-	-	1 100	650	-	860
	1			I					l

T (Turbidité) en NTU **IC** (Indice de Colmatage)

LT (Levures Totales) en cellules/100 ml BT (Bactéries Totales) en cellules/100 ml filt. = filtration plq = plaque

lent = module lenticulaire cart = cartouche en profondeur Source: Seitz Filter Werke

IMPACTS ANALYTIQUE ET ORGANOLEPTIQUE DES DIFFERENTS TYPES DE FILTRATION



Source : ICV

Suivant le process de filtration choisi, le vin sera plus ou moins manipulé et brassé, cela peut aller jusqu'à 4 filtrations pour atteindre la mise en bouteilles.

Matinée Technique du BIVB : « Filtrer : pourquoi, quand comment ?» Janvier 2011

Germes en UFC/ml									
Modalité	Levures	Bactéries lactiques	Bactéries acétiques	Levures Brettanomyce:					
Vin filtré sur terre 2 darcy	>3000	1500	1100	<10					
Vin filtré sur terre 0,02 darcy	2980	800	400	<10					

Source : ICV

« Les trois itinéraires mis en œuvre n'ont pas induit de différences sur les profils organoleptiques des vins, ni à court terme, ni sur l'évolution en cours de stockage à un an. Les seules différences perçues ne sont pas liées aux itinéraires techniques eux-mêmes mais à un défaut lié au bouchage. »

<u>Autres travaux : Béatrice Cao Thanh, Service Technique d'Inter Rhône</u>

Maîtrise de la conservation en bouteilles : les vins peu ou pas filtrés sont-ils meilleurs que les autres ?

- « La réponse dépend surtout des conditions de conservation en bouteilles. »
 - Vin non filtré, conservé à une température contrôlée et stable, à l'obscurité ;
 - Vin filtré stérile, conservé à température contrôlée et stable, à l'obscurité ;
 - Vin non filtré, conservé à température variable et à la lumière naturelle ;
 - Vin filtré stérile, conservé à température variable et à la lumière naturelle.
- « Après un an de conservation, les dégustateurs ne perçoivent la différence entre le vin filtré et le vin non filtré que lorsque ceux-ci ont été conservés dans de mauvaises conditions de températures. Ces vins sont par ailleurs jugés désagréables au nez qu'ils soient filtré stériles ou non. »
- « La qualité de la filtration finale, et donc la stabilité microbiologique du vin embouteille, est essentielle dès lors que les conditions de conservation ne sont pas ou peu maîtrisées. »

Autres essais en Bourgogne :

DES ESSAIS EN BOURGOGNE Des essais similaires ont été menés par Gerbaux et Vincent de l'I.T.V France, Unité de de Beaune en 2000. À l'issue d'un élevage classique en fût, deux cuvées de Beaune Premier Cru 1999 ont été partagées en 12 lots : - deux températures de conservation ont été retenues : 12 et 18 °C: - quatre niveaux de filtration : vin non filtré, vin filtré à 5 microns, 1,2 micron et à 0,45 micron; - et deux doses de SOz: faible et normale. Tous les ans, un suivi technique est réalisé. En janvier dernier, une dégustation informelle a été organisée conjointement par l'I.T.V. France et la revue "Bourgogne Aujourd'hui" Les résultats sont sans appel : les vins les mieux notés son ceux qui ont été conservés à 12 °C. Et dans ce groupe, les meilleures notes sont attribuées aux vins qui ont été peu ou pas filtrés. Cependant, on retrouve aux dernières places les mêmes lots mais conservés à 18 °C. Enfin, le vin le moins bien noté n'a pas été filtré, embouteillé avec peu de SO2 et conservé à 18 °C. Les commentaires de dégustation mettent en évidence une altération microbiologique liée au développement de levures du genre Brettanomyces. Cette altération est confirmée par l'analyse.

La filtration n'a pas d'impact d'un point de vue organoleptique sur les vins. La question à se poser est celle de la stabilité microbiologique. Il s'agit d'une notion de risque à prendre ou pas. En effet, les vins se détériorent lorsqu'ils sont conservés dans de mauvaises conditions de températures et

mal protégés, et ce, d'autant plus qu'ils n'ont pas été filtrés. Les vinificateurs ne maîtrisent pas toujours la chaîne de transport et plus particulièrement, la chaîne de stockage des vins avant et après achat par le consommateur. Filtrer ou non dépend donc du risque que chacun est prêt à prendre en terme d'évolution des vins au cours du stockage en bouteilles.

FILTRATION TANGENTIELLE

Il s'agit d'un autre système de filtration différent de la filtration frontale.

Comme explicité au début de ce compte rendu, il s'agit de faire passer le liquide au travers d'une membrane de porosité de 0,2 µm, grâce à la grande vitesse du liquide sur cette membrane créant une pression différentielle et un passage du liquide à travers la membrane.

Peu répandue en Bourgogne, cette technique est rencontrée dans des structures avec des capacités de production importante.

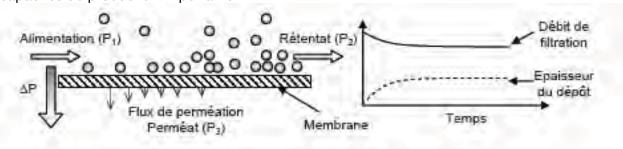


Figure II-3 : Principe de fonctionnement de la filtration tangentielle.

Module de filtration avec membranes, le plus souvent capillaires

STANDARD CMF PLANT

Pre-run Vessel

Vin à filtrer

Pompe centrifuge

Module de filtration avec membranes, le plus souvent capillaires

Vin à filtrer

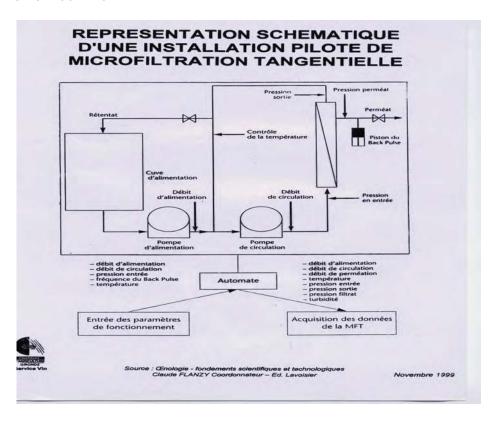
Vin filtré

Source: Internet

Source: Seitz Filter Werke

Les filtres tangentiels comprennent, le plus souvent, les mêmes éléments. Le « cœur » du filtre est composé de l'assemblage de modules, chaque module comporte des membranes (planes, capillaires, tubulaires). La nature de ces dernières varie : organique ou minéral.

Les modules sont alimentés par 2 pompes : une pompe de circulation qui génère la pression transmembranaire et une pompe d'alimentation qui alimente la boucle de filtration en vin non filtré. L'ensemble est piloté par un automate qui va générer l'acquisition des paramètres nécessaires au bon fonctionnement du filtre.



MEMBRANES

Caractérisation:

- Perméabilité
- Porosité
- Seuil de coupure
- Résistance : Chimique

Thermique Mécanique

Coût:

Minérale : 1500 à 2300 € HT/m²
 Organiques : 75 à 150 € HT/m²

Membrane minérale :

- Céramique
- Carbone
- Alumine

Membrane organique:

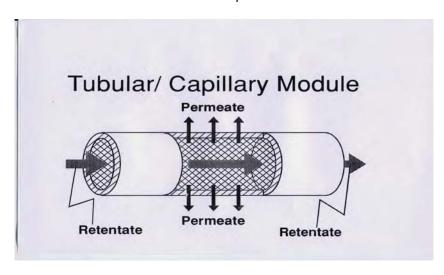
- Polyethersulfone
- Polysulfone

MODULES DE FILTRATION

Configuration des modules :

- Modules plans
- Modules spirales
- Modules capillaires

Modules capillaires



Source : Seitz Filter Werke

Décolmatage:

Le décolmatage est géré totalement ou partiellement par l'automate.

Fonctionnement:

- Inversion des flux
- Arrêt périodique
- Régénération à l'eau
- Régénération chimique

Vin AOC	Témoin non	MFT (Vaslin-	FK terre rose	FK terre rose +
Corbières	filtré	Bucher)		FM 0,45 μm
Turbidité (NTU)	25,0	0,5	1,7	0,4
Vmax (ml)	45	3150	1614	2143
Abs280 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 ⁽¹⁾ (%)	(-)	2,4	2,2	4,1
O ₂ dissous (μg/l)	85	340	373	1530
CO ₂ dissous (mg/l)	795	750	770	745
Levures	20/ml	<1/100 ml	60/100 ml	2/100 ml
Bactéries	250/ml	1/100 ml	100/ml	5/100 ml

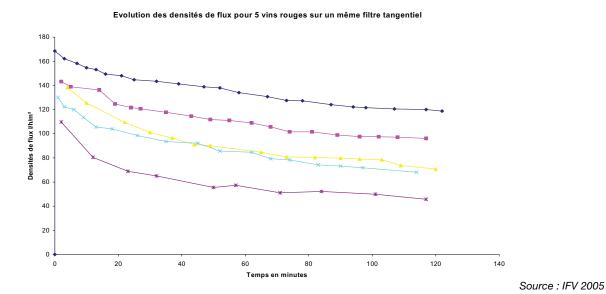
	Turbidité NTU	Vmax mi	Abs _{280m}	intensité colorante	teinte	TR (1) %
✓ AOC Corbières rouge 94 élevé en fûts de chêne						
- témoin non filtré	27.0	30	45,7	6,1	0,81	(-)
- MFT 0,2 μm	0,5	3430	43,1	5,6	0,78	6,6
✓ Carignan 96						
- témoin non filtré	>2000	<10	45,6	10,4	0,66	(-)
- MFT 0,2 μm	1,0	1880	41,8	10,0	0,60	10,3
✓ Mourvèdre 96				1		
témoin non filtré	480,0	<10	69,2	12,1	0,55	(-)
- MFT 0,2 μm	0,8	2300	68,7	11,7	0,53	12,0
✓ VDN Grenache 95						
- témoin non filtré	65,0	<10	24,4	4,8	0,97	(-)
- MFT 0,2 µm	0,3	2150	23,1	4,6	0,93	7,2
✓ AOC Corbières rosé 95						
Grand Prix d'Excellence (Vinalies 96)						
- témoin non filtré	4,1	135	12.0	1.32	0.90	(-)
- MFT 0,2 µm	0.4	5820	11.6	1.10	0.95	4.5

Source: Escudier - INRA

(1) TR % : proportion de colloïdes glucidiques éliminées par la filtration

La principale spécificité du filtre tangentiel réside dans sa capacité à produire un filtrat de très faible turbidité quel que soit le trouble du vin non filtré. Il peut ainsi remplacer une ou plusieurs filtrations sur kieselguhr et/ou sur plaques.

Le seuil de coupure lui confère aussi une capacité de rétention des micro-organismes. Cependant, un tel filtre n'est pas adapté à l'alimentation d'une tireuse en direct. Si l'on veut préserver une qualité de filtration stérilisante, il faudra mettre en œuvre une dernière filtration sur cartouche entre la cuve tampon et la tireuse.

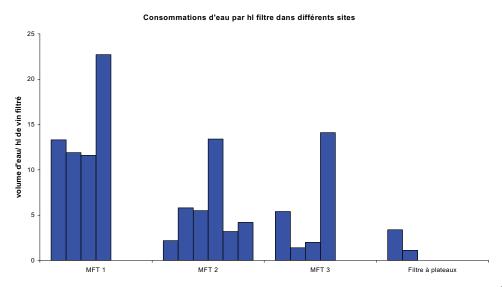


Les débits de filtration des filtres tangentiels sont beaucoup plus faibles que ceux des filtres à terre classiques.

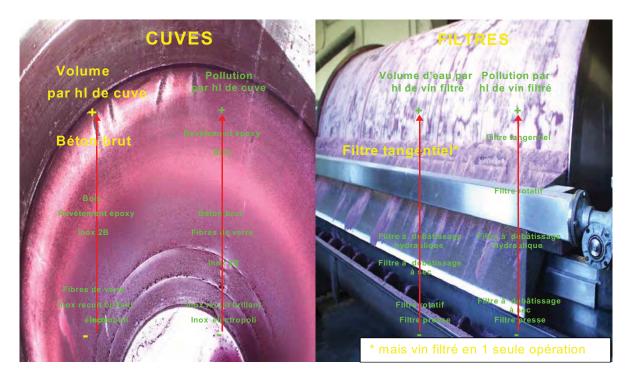
Les deux données ne sont pas comparables en raison de l'automatisation du filtre tangentiel. Il convient plutôt que de considérer le débit instantané, d'évaluer le temps pendant lequel l'opérateur n'aura pas à intervenir sur la machine.

EMPREINTE ENVIRONNEMENTALE

Consommation d'eau:



Source: IFV 2005

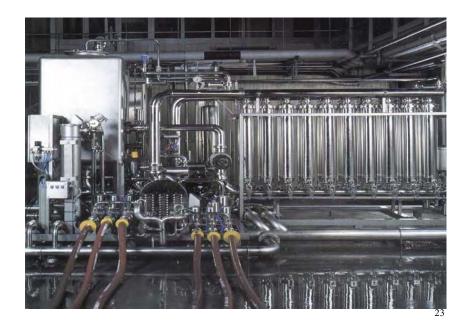


Source : Chambre d'Agriculture de la Gironde

L'empreinte environnementale des filtres tangentiels est loin d'être négligeable : leur consommation en eau et en énergie est conséquente, même si l'on considère qu'ils peuvent remplacer plusieurs préfiltrations (terre et plaques).

EXEMPLES DE FILTRES TANGENTIELS

Exemple d'installation totalement automatisée au négoce fonctionnement 24/24h



Source : Sartorius

Unité de filtration vigneronne





Source: Vaslin buche

CONCLUSION

La mis en œuvre efficace d'un filtre suppose l'application de règles simples :

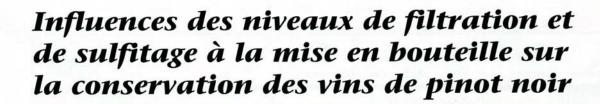
- Définir le seuil de filtration finale souhaité : selon qu'il soit stérilisant ou non et en fonction de la turbidité du vin à filtrer, une préfiltration sera peut-être nécessaire.
 - > Si une préfiltration sur terre est réalisée : elle ne peut en aucun cas remplacer une filtration finale avec un média stable (sans relargage).
- Une filtration stérilisante sur plaques ou cartouches suppose à la fois de disposer d'eau chaude mais aussi d'installer le filtre final entre la cuve de tirage et le module de mise e bouteilles.
- Les éventuelles modifications organoleptiques perçues après filtration sont davantage la conséquence de l'opération mécanique du pompage que de la rétention de molécules dans le filtre. Le contrôle de l'enrichissement en oxygène dissous est impératif.

Pour en savoir plus :

Bibliographie de l'IFV sur la filtration : http://www.vignevin-sudouest.com/publications/compte-rendus-recherche/pdf/synth-se-bibliographique-filtration-des-vins.pdf

Annexe: Influence des niveaux de filtration et de sulfitage à la mise en bouteille sur la conservation des vins de Pinot Noir – Vincent Gerbaux et Béatrice Vincent – IFV, unité de Beaune – Revue Française d'Œnologie – N° 214 – septembre/octobre 2005.

Compte-rendu des XXVIIIèmes rencontres cenologiques de l'association des Cenologues de Montpellier: *Impact de la filtration sur les vins*: gains et conséquences – Sandrine Boesh – ICV, Aspects environnementaux de la filtration du vin – Sébastien Kerber – IFV, Pôle National Durable (Epernay) – Vinciane Couvent – Jean-Marie Desseigne.



GERBAUX V., VINCENT Béatrice

I.T.V. France, Unité de Beaune, 6 rue du 16ème Chasseurs, 21200 Beaune

En Bourgogne, les vins de pinot noir sont élevés sur une période généralement comprise entre 10 et 18 mois. Les améliorations techniques, constatées ces dernières années, concernent surtout la précision du suivi œnologique et le contrôle des conditions de cave (température et hygrométrie). Les risques de déviation, pouvant apparaître pendant l'élevage, sont, donc, de plus en plus minimisés. Mais, en fin d'élevage, la question reste posée. Comment préserver la qualité acquise après la mise en bouteille ? Cette question est particulièrement importante pour les vins rouges de Bourgogne, notamment ceux élevés en fûts de chêne. L'élevage est, en effet, réalisé avec une présence microbienne plus ou moins importante. La fermentation malolactique, souvent tardive, repousse l'utilisation du SO2. Les doses utilisées sont, ensuite, très mesurées, à cause de la sensibilité des vins de pinot noir vis-à-vis du sulfitage. Parallèlement, les opérations de clarification se limitent souvent à un unique soutirage.

Aujourd'hui, la tendance est d'embouteiller des vins non filtrés et peu sulfités. Il est sûr que, dans ces conditions, la mise en bouteille peut être considérée comme un prolongement de l'élevage et n'a pratiquement pas de conséquence qualitative. Cette technique est d'ailleurs encouragée par le consommateur, qui recherche les produits dits "naturels". Dans ce contexte, la mention "vin non filtré" sur une bouteille devient un argument commercial. Mais un grand vin rouge est aussi un vin de garde. Alors, comment évolue une bouteille de vin non filtré et peu sulfité par rapport à une bouteille du même vin bien stabilisé? Pour répondre à cette question les trois facteurs suivants ont été étudiés : la filtration et le sulfitage, accompagnant ou non la mise en bouteille, et la température de conservation des vins en bouteilles.



Protocole expérimental

Deux expérimentations ont été mises en place avec deux cuvées de pinot noir, millésime 1999, élevées en fûts de chêne récents. Ces deux cuvées sont d'appellation Beaune 1^{er} cru (Montée Rouge pour la cuvée 1 et Clos du Roi pour la cuvée 2). Le protocole expérimental est mis en place au moment de la mise en bouteille, au début du mois d'août 2000. Au cours de leurs élevages, les deux cuvées avaient été traitées avec une enzyme de clarification, soutirées une seule fois et collées à l'albumine d'œuf. La fermentation malolactique est réalisée.

Le protocole expérimental, comportant douze lots, est appliqué à chacune des deux cuvées (tableau 1). Pour les lots concernés, la technique de filtration employée utilise des cartouches de porosité requise. Le vin est alors poussé par un mélange gazeux composé de 80 % d'azote et de 20 % de CO₂. Pour les porosités les plus fines, des filtrations successives sont réalisées : 5 et 1,2 µm ou 5, 1,2 et 0,45 µm. La mise en bouteille est effectuée dans la foulée, après sulfitage ou non, selon les cas. Les lots filtrés finement (1,2 et 0,45 µm) sont uniquement sulfités "normalement", considérant que cette technique doit être, logiquement, associée avec une bonne protection en SO₂. Les bouteilles sont bouchées avec du liège et conservées couchées,

dans deux caves dont la température est régulée, respectivement, à environ 12°C et à environ 19°C.

Tableau 1- Protocole expérimental

Lots expérimentaux	Niveau de filtr (succes	ation		Sulfitag la mise en bout		Température de conservation en bouteilles	
	5 µm	1,2 µm	0,45 µm	Aucun	40 mg/L	Environ 12°C	Environ 19°C
NF/SO ₂ (-)/12°C	No	n Filtré	(NF)	Х		X	
5 μ/SO ₂ (-)/12°C	Х			Х		Х	
NF/SO ₂ (+)/12°C	No	n Filtré	(NF)		Х	Х	
5 μ/SO ₂ (+)/12°C	Х				X	Х	
1,2 μ/SO ₂ (+)/12°C	Х	Х			Х	X	
0,45 μ/SO ₂ (+)/12°C	X	Х	Х		X	X	
NF/SO ₂ (-)/19°C	No	n Filtré	(NF)	Х			X
5 μ/SO ₂ (-)/19°C	Х			Х			X
NF/SO ₂ (+)/19°C	No	n Filtré	(NF)		X		Х
5 μ/SO ₂ (+)/19°C	Х				Х		Х
1,2 μ/SO ₂ (+)/19°C	Х	Х			X		Х
0,45 μ/SO ₂ (+)/19°C	Х	Х	Х		X		Х

Les différents lots sont suivis à partir de la mise en bouteille. Des analyses microbiologiques, physico-chimiques et sensorielles sont réalisées après des durées de conservation de l'ordre de 0.5, 1.5. 2.5 et 3.5 années.

Les analyses microbiologiques consistent à dénombrer les bactéries lactiques, acétiques, levures totales et *Brettanomyces* sur des boites de Pétri.

Les analyses physico-chimiques concernent le SO₂ total, la couleur, les polyphénols totaux, l'acidité volatile et les phénols volatils (éthyl-4-gaïacol et éthyl-4-phénol).

Les analyses sensorielles sont réalisées en salle spécialisée avec un jury de professionnels et de techniciens (12 à 24 juges selon les séances et les cuvées), en utilisant le logiciel spécifique FIZZ. Avant chaque séance, tous les lots sont placés à une même température, de 15°C. La première analyse sensorielle est réalisée six mois après la mise en bouteille, laissant aux vins le temps de se rétablir après cette opération.



Résultats

2.1- Analyses des vins expérimentaux en fin d'élevage

A la fin de l'élevage, réalisé en fût de chêne, les vins expérimentaux montrent des différences analytiques (tableau 2).

Tableau 2- Analyses des vin en fin d'élevage (avant filtration et réajustement en SO₂)

	Cuvée 1	Cuvée 2
Degré alcoolique (% vol.)	13,7	13,4
pH	3,35	3,70
Acidité totale (g/L H ₂ SO ₄)	4,0	3,2
Acidité volatile (g/L H ₂ SO ₄)	0,52	0,42
Intensité Colorante (A ₄₂₀ +A ₅₂₀ +A ₆₂₀ /1mm)	0,750	0,850
Indice de Polyphénols Totaux (A ₂₈₀)	50	45
SO ₂ total (mg/L)	45	45
CO ₂ (mg/L)	280	650
Bactéries lactiques (cellules/mL)	0	100 000
Bactéries acétiques (cellules/mL)	0	5
Levures totales (cellules/mL)	0	340
Brettanomyces (cellules/mL)	0	340

Le niveau de pH et la teneur en CO₂ sont nettement plus bas pour la cuvée 1 que pour la cuvée 2. A ce stade, la cuvée 1 ne présente plus de microorganismes vivants. Par contre, la cuvée 2, moins acide, présente une population notable de bactéries lactiques et de *Brettanomyces* (seule espèce de levure alors mise en évidence).

2.2- Evolution des teneurs en SO₂ au cours de la conservation en bouteilles

Le suivi du SO_2 total au cours de la conservation en bouteille (figure 1) montre que les lots de la cuvée 1 contiennent 10 à 20 mg/L de SO_2 en moins, que ceux de la cuvée 2.

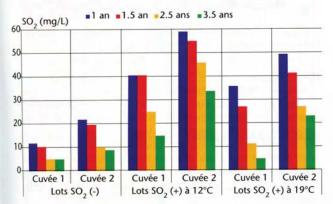


Figure 1- Évolution moyenne du SO₂ total au cours du vieillissement en bouteille

Pour tous les lots, il est constaté une diminution régulière du SO_2 total au cours de la conservation en bouteilles. Les lots SO_2 (-), non réajustés à la mise en bouteille, présentent des teneurs en SO_2 total inférieures à 10 mg/L après 2.5 années de stockage. Pour les lots SO_2 (+), additionnés de 40 mg/L de SO_2 à la mise en bouteille, la diminution des teneurs en SO_2 total est nettement influencée par la température de stockage. A durée égale, un lot stocké à 12° C présente environ 10 mg/L de SO_2 de plus, que le même lot stocké à 19° C.

Pour tous les lots expérimentaux, la teneur en SO₂ libre après 2.5 ans de conservation en bouteilles est inférieure ou égale à 10 mg/L (résultats non présentés).

2.3- Evolution de la couleur au cours de la conservation en bouteilles

La couleur a été analysée 2.5 et 3.5 ans après la mise en bouteille. La figure 2 présente les résultats analytiques pour les deux cuvées.

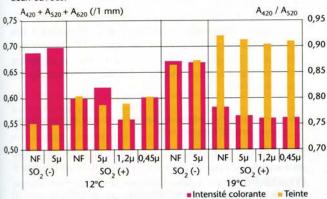


Figure 2- Analyse de la couleur 3 ans +/- 6 mois après la mise en bouteille. Valeurs movennes.

L'intensité colorante est en premier lieu influencée par le niveau de SO_2 . Les lots SO_2 (-), non sulfités à la mise en bouteille, sont nettement plus colorés que les lots SO_2 (+). La température de conservation en bouteilles joue également un rôle sur l'intensité colorante, celle-ci étant mieux préservée à 12° C qu'à 19° C. Par contre, la filtration n'entraîne pas de différence notable. Les lots non filtrés présentent des intensités colorantes similaires à celles des lots filtrés à $0,45~\mu m$.

En ce qui concerne la teinte, le facteur le plus important est la température de stockage. Les lots expérimentaux placés à 19° C présentent des teintes nettement plus élevées, et donc une couleur plus évoluée, que ceux placés à 12° C. La teneur en SO_2 joue un rôle plus atténué. Le niveau de filtration n'a pas d'influence notable sur la teinte.

L'indice de polyphénols totaux (IPT) n'évolue pas au cours du temps et reste similaire d'un lot à l'autre. Pour l'ensemble des analyses effectuées, les valeurs de moyenne et d'écart-type s'établissent à 49,4 +/- 1,1 pour la cuvée 1 et 44,9 +/- 0,6 pour la cuvée 2.

2.4- Evolution de la qualité des lots expérimentaux par analyse sensorielle

Pour les deux expérimentations, quatre séances d'analyse sensorielle ont été organisées après environ : 0.5, 1.5, 2.5 et 3.5 années de conservation en bouteilles. Entre autres critères, les qualités visuelle, olfactive, gustative, et d'ensemble, des lots expérimentaux ont été déterminées.

L'analyse de la variance montre clairement que, pour les deux expérimentations, les différences entre les lots s'accroissent au cours du temps (tableau 3).

Tableau 3- Analyse de la variance pour différents critères d'appréciation qualitative

	Durée	Cuvée 1 Durée de conservation en bouteilles					Cuvée 2 es au moment de la dégustation			
	0.5 an	1.5 an	2.5 ans	3.5 ans	0.5 an	1.5 an	2.5 ans	3.5 ans		
Qualité visuelle	<1%	< 1 %	<1%	<1%	< 1 %	<1%	<1%	< 1 %		
Qualité olfactive	83 %	8 %	12 %	<1%	< 1 %	3 %	<1%	< 1 %		
Qualité gustative	2 %	14 %	2 %	<1%	80 %	41 %	< 1 %	< 1 %		
Qualité globale	76 %	13 %	< 1 %	< 1 %	80 %	22 %	<1%	< 1 %		

Tous les critères qualitatifs présentent des différences significatives à un risque inférieur à 1 % après 3.5 années de conservation en bouteilles, pour la cuvée 1, et seulement après 2.5 années de conservation en bouteilles, pour la cuvée 2.

Les critères d'intensités sensorielles (intensité olfactive, intensité tannique, persistance) montrent des résultats moins différenciés entre les lots expérimentaux (résultats non présentés).

Pour gommer les différences d'échelle de notation et les différences de composition des jurys, les résultats présentés considèrent des notes centrées et réduites. Pour simplifier la présentation des résultats, les deux séances réalisées à 0.5 et 1.5 an sont regroupées (1 an +/- 6 mois), ainsi que les deux séances réalisées à 2.5 et 3.5 ans (3 ans +/- 6 mois).

En ce qui concerne la qualité visuelle, des différences significatives sont observées dès la première séance d'analyse sensorielle (figure 3a, voir page suivante). Ces différences sont liées au sulfitage. Les lots SO₂ (-) sont mieux jugés que les lots SO₂ (+). Elles sont aussi dues à la température de conservation en bouteilles. A traitement égal, la qualité visuelle des lots conservés à 19°C est nettement dépréciée, par rapport à celle des lots conservés à 12°C. A température égale, la filtration ne modifie pas significativement ce critère.

Pour établir une note de "qualité globale", les notations de qualité visuelle, olfactive, gustative et d'ensemble sont prises en compte dans la formule suivante :

[not. visuelle/12 + not. olfactive/6 + not. gustative/4 + not. ensemble/2]

Concernant la cuvée 1 (figure 3b, voir page suivante), les meilleurs résultats de "qualité globale" sont obtenus pour les lots SO_2 (-), filtrés à 5 µm ou non, et conservés à 12°C. Lorsqu'ils sont placés à 19°C, ces mêmes lots ne sont plus mis en avant par rapport aux autres lots. Tous les lots placés à 19°C sont globalement dépréciés par rapport aux mêmes lots placés à 12°C. Cette constatation est nettement plus marquée après 3 ans de conservation qu'après seulement 1 an.

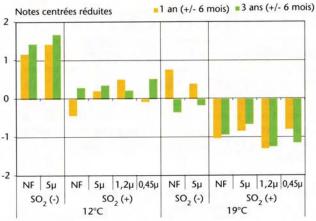


Figure 3a- Qualité visuelle cuvées 1 et 2

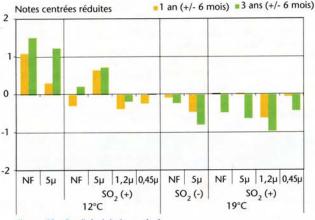


Figure 3b- Qualité globale cuvée 1

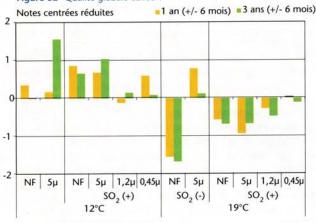


Figure 3c- Qualité globale cuvée 2

Figures 3- Suivi de la qualité des lots par analyse sensorielle

Les résultats concernant la cuvée 2 (figure 3c) sont très nets pour le lot SO₂ (-) non filtré. Conservé à 12°C, ce lot est l'un des moins intéressants. Conservé à 19°C, il est nettement le plus déprécié. D'une manière générale, comme pour la cuvée 1, la température de conservation de 19°C entraîne une dépréciation rapide, par rapport à une température de 12°C.

Il est intéressant de constater que les lots les plus filtrés (1,2 et 0,45 µm) sont, pour les deux cuvées, les moins sensibles au temps et à la température de conservation, tout en restant à un niveau de qualité moyen pour les cuvées concernées. Ce n'est pas le cas des lots non filtrés dont le niveau qualitatif va du meilleur au moins bon, en fonction de la durée, et de la température de conservation, notamment lorsqu'ils sont peu sulfités.

2.5- Caractérisation aromatique des lots expérimentaux par analyse sensorielle

Lors des différentes séances d'évaluation sensorielle, il a été demandé au jury de cocher des descripteurs aromatiques permettant de caractériser chaque lot. Différentes familles d'arômes ont, ainsi, été mises en avant. Deux d'entre elles présentent des différences notables entre les lots expérimentaux :

- les arômes de fruits rouges, regroupant les nuances de cassis, de mûre, de fraise, de framboise, et de cerise,
- les arômes animaux, regroupant les nuances animales, musc, cuir et sueur.

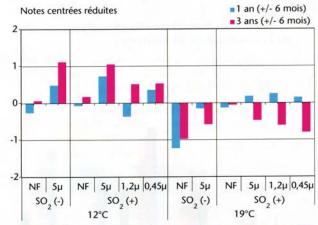


Figure 4a- Évolutions moyennes des arômes de fruits rouges, cuvées 1 et 2.

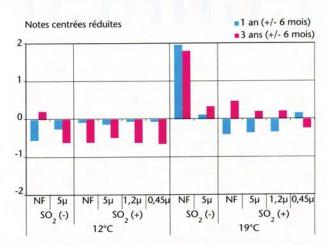


Figure 4b- Évolutions moyennes des arômes animaux, cuvées 1 et 2. Figures 4- Caractérisation aromatique des lots par analyse sensorielle

Les arômes de fruits rouges sont mieux exprimés, et surtout, sont mieux préservés au cours du temps, lorsque le vin est conservé à 12°C plutôt qu'à 19°C (figure 4a). A 12°C, les arômes de fruits rouges sont moins bien perçus dans les vins non filtrés que dans les vins filtrés. Le niveau de filtration n'a pas d'effet notable sur ces arômes.

D'une manière générale, les arômes animaux tendent à être moins perçus lorsque les lots sont conservés à 12°C, plutôt qu'à 19°C. Le lot SO₂ (-), non filtré et placé à 19°C, se différencie nettement des autres lots en présentant des notes animales très fortes (figure 4b).

2.6- Evolution des phénols volatils et des Brettanomyces pour les différents lots

Une présence de *Brettanomyces* en bouteilles est uniquement mise en évidence dans les lots SO₂ (-), non filtrés, de la cuvée 2. La contamination est mise en évidence, dès la première analyse, pour le lot conservé à 19°C, effectuée un an après la mise en bouteille (figure 5a). D'une numération à l'autre, la population en *Brettanomyces* est de l'ordre de 10³ à 10⁴ cellules/mL.

Lorsque la température de conservation est de 12°C, la contamination est beaucoup plus lente à se développer, mais est bien effective après 3.5 années. Les autres lots de la cuvée 2, et les lots de la cuvée 1, ne sont pas contaminés avec cette levure.

La présence de *Brettanomyces* dans une bouteille s'accompagne d'une augmentation nette des teneurs en phénols volatils (figure 5a). D'une analyse à l'autre (donc d'une bouteille à

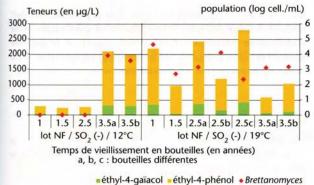


Figure 5a- Évolution des phénols volatils pour les 2 lots contaminés, cuvée 2.

l'autre), ces teneurs sont de deux à quatre fois le seuil de perception (qui est d'environ 500 µg/L). Le même phénomène est constaté à 12 et 19°C. Les conséquences directes sont un développement de nuances aromatiques animales (cuir,

sueur...). Ces nuances sont bien mises en évidence au niveau de

l'analyse sensorielle (figure 4b).

La cuvée 2 présentait, déjà à la mise en bouteille, une teneur en phénols volatils non négligeable (environ 300 µg/L), indiquant une activité de *Brettanomyces* pendant l'élevage. Pour les lots ayant été stabilisés vis à vis de cette levure (par filtration ou/et par sulfitage), la teneur en phénols volatils tend à décroître lentement au cours du temps (figure 5b). Cette constatation tend à montrer que les phénols volatils ne sont pas complètement stables dans le vin.

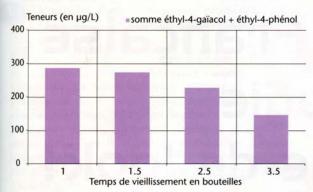


Figure 5b- Évolution des phénols volatils pour les 10 lots non contaminés, cuyée 2.

Les différents lots de la cuvée 1 présentent des teneurs très faibles en phénols volatils (en moyenne 30 +/- 2,5 µg/L), y compris pour le lot SO₂ (-) non filtré, placé à 19°C. Ce dernier lot présente néanmoins des nuances animales à la dégustation, nuances cependant nettement plus atténuées que celles constatées pour le lot équivalent de la cuvée 2 (résultats non présentés).

2.7- Etude complémentaire : simulation d'une contamination en Brettanomyces.

Afin de simuler les conséquences d'une infime contamination en *Brettanomyces* au moment de la mise en bouteille, dans le cas d'un vin non filtré et peu sulfité, un essai complémentaire à été mis en place en laboratoire. Un vin de pinot noir, peu sulfité et stabilisé vis à vis des bactéries lactiques par une addition de 300 mg/L de lysozyme, a été réparti dans 400 tubes à essais (20 mL par tube) après avoir été faiblement contaminé avec une population connue de *Brettanomyces*. Chaque tube contient alors, en moyenne, 2 cellules de *Brettanomyces*, soit un niveau de population extrêmement faible (1 cellule/10mL). Le hasard du remplissage peut, bien sûr, faire que certains tubes puissent être exempts de cellule.

Les 400 tubes sont divisés en deux lots, incubés soit à 15°C, soit à 18°C. Après 3, 6 et 12 mois d'incubation, les tubes sont observés, pour déterminer, ou non, la présence d'un dépôt, et analysés au niveau microbiologique.

Après 3 et 6 mois d'incubation, seul un faible pourcentage de

tubes présente un dépôt. Par contre après un an d'incubation les 3/4 des tubes présentent un dépôt (figure 6).

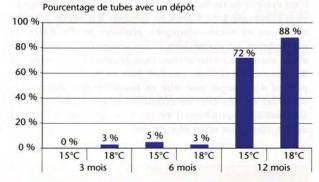


Figure 6- Croissance de *Brettanomyces* dans un vin de pinot noir (tubes à essais de 20 mL)

L'analyse microbiologique confirme alors la présence de *Brettanomyces* à des niveaux de populations supérieures à 10° cellules/mL de vin. Dans le cadre de cette étude, la température d'incubation (15 ou 18°C) influence peu les résultats obtenus. Cette expérimentation montre bien que, lorsque le vin n'est pas suffisamment sulfité à la mise en bouteille, la présence même extrêmement faible de quelques cellules vivantes de *Brettanomyces*, peut, à terme, être à l'origine d'une très forte multiplication.

CONCLUSION .

Pour les deux cuvées de pinot noir considérées, les résultats sont clairs. Les analyses physico-chimiques montrent que la teneur en SO₂ total des vins en bouteille régresse rapidement au cours du temps, et ce, d'autant plus que la température de conservation est élevée. Les résultats confirment l'effet néfaste du SO₂ sur la couleur des vins de pinot noir. Mais l'effet d'une température de stockage élevée est encore pire, en agissant sur l'intensité colorante, mais aussi sur l'évolution de la teinte. Parallèlement, une filtration, même fine, n'a pas de conséquence notable, aussi bien sur la couleur que sur la quantité de polyphénols totaux. L'appréciation de la qualité visuelle, en analyse sensorielle, conforte ces résultats. Les lots SO2 (-) non ou peu filtrés (5 μm) sont les mieux appréciés, lorsqu'ils sont conservés à 12°C. La qualité visuelle des lots stockés à 19°C est nettement moins bonne que celle des lots stockés à 12°C. La filtration n'a pas d'effet notable.

Les mêmes tendances sont constatées pour la qualité globale, amplifiées d'une cuvée à l'autre, liées par la présence ou non de microorganismes d'altération, du genre Brettanomyces. Le lot non filtré et non sulfité à la mise en bouteille, conservé à 12°C donne un très bon résultat qualitatif pour la cuvée 1. Le lot équivalent, conservé à 19°C, donne un très mauvais résultat qualitatif pour la cuvée 2. Pour ce dernier l'apparition d'arômes animaux, liés au développement de Brettanomyces, en est la cause première. Si la teneur en SO₂ est faible, cette levure est capable de se développer fortement en bouteilles, même à partir d'un niveau de présence initiale très faible.

Ces résultats doivent faire réfléchir les adeptes, de plus en plus nombreux, du non-interventionnisme au moment de la mise en bouteille. Il est sûr que, dans ces conditions, cette opération préserve au mieux toutes les qualités acquises par le vin au cours de son élaboration. Mais pour combien de temps? Une bouteille de vin est destinée à être vendue, transportée et stockée dans des conditions souvent très éloignées des conditions de cave. Il apparaît alors évident que, si la volonté du producteur est de proposer un vin peu ou pas filtré et peu sulfité, il doit apposer sur une contreétiquette une mention du genre : "La qualité de ce vin ne sera préservée que si sa température de conservation

n'excède pas 10 à 12°C". Et si le distributeur et le consommateur ne peuvent assumer correctement cette contrainte, il est évident qu'un bon ajustement du SO₂, et une filtration, dont l'intensité sera définie en fonction d'analyses physicochimiques et microbioloqiques, réalisées en fin d'élevage permettront au vin de bien mieux supporter les préjudices d'une mauvaise conservation. Dans le cas des vins rouges de Bourgogne, un élevage, conduit dans de bonnes conditions, permet d'envisager une mise en bouteille avec des teneurs mesurées en SO₂, tout en assurant une protection correcte. Un équilibre avec 80 mg/L de SO₂ total, pour 20 à 30 mg/L de SO₂ libre peut alors être atteint.

Enfin, il convient de rappeler que l'élevage d'un vin doit aboutir à deux objectifs : l'amélioration qualitative et la stabilisation (chimique et microbiologique). Si le premier objectif est clair pour tous, le second peut être délaissé... ou laissé à l'appréciation du consommateur.

Remerciements

Les auteurs remercient le Lycée Viticole de Beaune pour la fourniture de la matière première ainsi que le B.I.V.B. pour le financement des analyses de phénols volatils.

PÔLE TECHNIQUE ET QUALITÉ DU BIVB CITVB

6 rue du 16° chasseurs - 21200 Beaune Tél. 03 80 26 23 74 - Fax. 03 80 26 23 71 technique@bivb.com



Bureau **I**nterprofessionnel des **V**ins de **B**ourgogne