

Simplification des opérations de clarification et de stabilisation des vins rouges par techniques membranaires



Pasqual Noilet¹, Éric Dobrowolski¹, Nerea Iturmendi², Virginie Moine²

¹ Société Bucher Vaslin – Chalonnes-sur-Loire – France.

² Société Biolaffort – Bordeaux – France.

Extrait de la Revue
des Œnologues n° 165 Spécial
www.oeno.tm.fr

Introduction

Les vins peuvent contenir des matières solides en suspension et des particules colloïdales qui les troublent. La clarification consiste à éliminer le trouble du vin causé par des particules en suspension. Outre des matières solides de taille suffisamment importante pour pouvoir être éliminées directement par filtration, les vins contiennent également, en suspension, des matières solides qui sont trop fines pour pouvoir l'être, ainsi que des composés instables et/ou très réactifs, responsables de l'instabilité de la matière colorante (polyphénols, polysaccharides, etc.).

Afin de permettre l'élimination de telles matières et de tels composés, de sorte à mieux clarifier et à stabiliser les vins traités, il est couramment mis en œuvre des procédés dits de collage. Ce traitement consiste à incorporer dans le vin plus ou moins trouble et plus ou moins instable une substance appelée agent de collage, capable de réagir avec des composés instables et/ou réactifs, et de flocculer et sédimenter en entraînant les particules fines en suspension. Après

sedimentation, le collage permet d'améliorer la limpidité du vin, d'augmenter sa filtrabilité et sa stabilité. Il améliore également ses caractéristiques organoleptiques, en particulier sa couleur, sa brillance et sa souplesse en bouche.

Il existe plusieurs types d'agents de collage. On peut citer les agents de collage minéraux tels que la bentonite, et les agents de collage protéiques, notamment d'origine végétale ou animale, tels que l'albumine d'œuf, la gélatine, la protéine de pois, et plus récemment, les protéines issues de pomme de terre autorisées depuis décembre 2013 (Règlement UE n° 1251/2013).

Le collage en cuve des vins comprend généralement une phase d'homogénéisation, de sédimentation puis de soutirage avant l'opération de filtration. La phase d'homogénéisation est assurée le plus souvent par pompage. Une fois le produit de collage ajouté, la création du floc est généralement rapide. Selon la taille du floc, les dimensions et la forme de la cuve, les conditions atmosphériques et la température du vin, le temps de décantation peut atteindre plusieurs semaines (Ribéreau-Gayon et

al., 2012). Ceci implique une immobilisation du vin et la présence de moyens de stockage adaptés. Le volume des lies formées est en outre variable et dépend des conditions de la décantation et de la taille du floc. Le volume de lies de collage varie de 2 à 5 % v/v. Cette technique de collage en cuve s'avère ainsi peu satisfaisante en de nombreux aspects.

La filtration des vins contenant des produits obtenus par collage est en outre souvent problématique. Ces produits sont en effet généralement colmatants, notamment lorsque leur concentration dans le vin à filtrer n'est pas maîtrisée. Ils peuvent alors colmater la membrane de filtration et/ou boucher les capillaires d'un module de filtration. Le procédé Flavy Vegecoll® s'inscrit dans le domaine du traitement des vins rouges et rosés après fermentation, en particulier sur des vins contenant des particules solides en suspension, dans le but d'une stabilisation de la matière colorante et d'une clarification en une seule opération. D'une manière avantageuse, ce procédé permet une réduction du pouvoir colmatant des vins (**encadré 1**).

À l'origine du procédé, il était connu que les agents de collage protéiques, tels que la gélatine, génèrent des floccs très colmatants donc peu compatibles avec un procédé de filtration membranaire. D'autres agents de collage protéiques comme la protéine de pois présentent une faible réactivité (temps de coagulation-floculation de plusieurs minutes) vis-à-vis des composés polyphénoliques contenus dans les vins rouges, les rendant inaptes à une utilisation dans des procédés de collage en ligne par filtration tangentielle.

Nous consacrons cet article à présenter le système de filtration tangentielle couplée avec le collage en ligne avec un extrait protéique issu de pomme de terre ainsi que les premiers résultats obtenus durant l'année de développement.

Analyses des vins

Les analyses réalisées sur les vins rouges collés sont : la turbidité (NTU), la stabilité de la matière colorante par le test au froid (Lagune-Ammirati et Glories, 2001) et l'estimation de la stabilité de la matière colorante et tartrique par l'observation des membranes après le test de cristallisation (6 jours à -4 °C).

Résultats et discussion

Extrait protéique issu de pomme de terre

Le travail de recherche de la société Laffort a permis d'identifier une protéine d'origine végétale particulièrement réactive vis-à-vis des composés polyphénoliques présents dans les vins rouges (Rinaldi et al., 2011; Gambuti et al., 2012). Cette protéine

■ Encadré 1 : Originalité du procédé.

L'originalité de ce procédé porte sur le couplage de la filtration tangentielle avec un ajout en continu de colle protéique d'origine végétale de pomme de terre, produit commercialisé sous le nom Vegecoll®. Ce procédé a été développé entre la société Laffort, spécialisée dans la fourniture de produits œnologiques, et la société Bucher Vaslin, spécialisée dans la fourniture de filtres tangentiels et il a fait l'objet d'un codépôt de demande de brevet français sous le numéro 1652616. ■

d'origine végétale est commercialisée par la société Laffort. Cette protéine présente un potentiel zêta particulièrement élevé et une taille des particules moyenne (**tableau 1**). Ces deux caractéristiques ont été corrélées avec la vitesse de sédimentation et clarification, un fort potentiel zêta et une taille faible des particules sont des paramètres qui assurent une vitesse de sédimentation rapide (*Iturmendi et al., 2012*).

Le système et mise en œuvre

Le procédé comprend une unité de filtration tangentielle et un dispositif d'ajout de produit de collage (**figure 1**). L'unité de filtration tangentielle utilise des membranes microporeuses (diamètre moyen des pores supérieur à 0,2 µm). Le liquide à traiter est mis en circulation en boucle, il passe le long de la membrane de façon tangentielle. Une partie du liquide traverse la membrane sous l'effet d'un gradient de pression (perméat), tandis que les particules retenues en amont se concentrent dans le liquide qui n'a pas traversé la membrane (rétenant). Une contrainte de cisaillement, créée par la circulation tangentielle du fluide, s'oppose au dépôt des particules en surface. Dans la pratique, les particules s'accumulent beaucoup moins à la surface du média filtrant qu'en filtration frontale. Ainsi, la résistance à l'écoulement et le colmatage des membranes sont minimales par rapport à la filtration frontale. L'unité de filtration tangentielle permet donc de filtrer en une seule opération, et avec un seuil de coupure très bas, des liquides relativement chargés. Cette technique a aussi pour avantage le maintien d'un niveau de qualité de filtration régulier, tout au long de l'opération.

Le dispositif d'ajout de produit de collage est placé en amont de la crépine d'alimentation du filtre tangential. Le dispositif comprend une pompe doseuse et un environnement permettant de sécuriser la fonction (débitmètre, clapet, vannes...). Le pilotage de ce dispositif est assuré par l'automate du filtre. Les paramétrages de fonctionnement du filtre ont été établis afin d'assurer un temps de contact suffisant et de maîtriser la charge en produit dans la boucle de filtration. Lorsque la protéine est utilisée avec le système de filtration, le floc généré présente un faible pouvoir colmatant et est entièrement retenu par une filtration à 0,2 µm. Il semblerait que la rapidité de formation des floccs et sa taille de particules démontrent qu'il s'agit de la colle de choix pour l'application du collage en ligne.

■ **Tableau 1: Potentiel zêta et taille des particules de différentes colles protéiques.**

	Potentiel zêta ¹ (mV)	Taille des particules ¹ (nm)
Extrait protéique issu de pomme de terre	17,9 ± 1,5	250 – 715 (78 %)
Gélatine 1	-14,6 ± 0,9	1 – 3 (100 %)
Gélatine 2	11,2 ± 0,4	3 – 10 (97,7 %)
Gélatine 3	13,3 ± 0,2	3 – 10 (96,6 %)
Ovalbumine	11,6 ± 0,3	51 – 220 (62,3 %)
Protéine de pois	-1,7 ± 0,2	250 – 830 (99 %)

¹ En solution modèle de vin (4 g/l d'acide tartrique, 12 % (v/v) d'éthanol et à pH 3,60).

Cette caractéristique associée à sa forte réactivité vis-à-vis des composés phénoliques permet une parfaite compatibilité dans le cadre d'un procédé de collage en ligne via une filtration tangentielle. Cet agent de collage rend ainsi possible la clarification et la stabilisation des vins rouges et rosés en une seule étape. La stabilisation de la matière colorante est réalisée dans la boucle de filtration. Le procédé de filtration est paramétré pour permettre un temps de contact suffisant entre le produit de collage et les polyphénols afin d'assurer la création d'un floc.

Par ce procédé les performances de clarification/stabilisation sont assurées. Le floc n'impacte pas les débits de filtration, voire les améliore dans le cas de vins

riches en polyphénols, comme les vins de thermovinification. Au cours de la filtration, le floc se concentre dans la boucle rétentat. La concentration est contrôlée par le filtre en continu. La limite de concentration autorisée permet d'obtenir un taux de rejet inférieur à 1 % aux doses couramment utilisées.

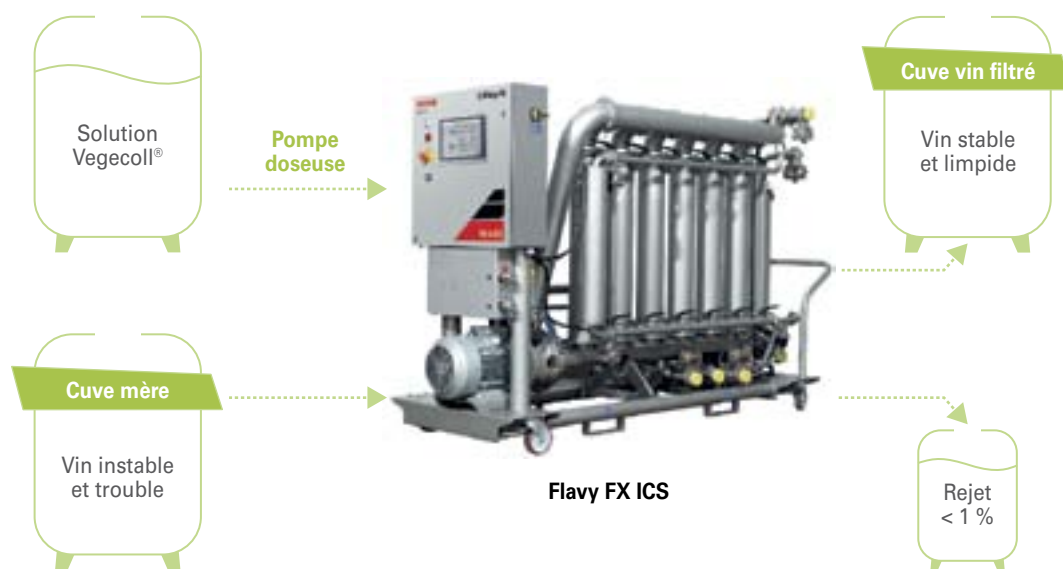
À l'issue de la filtration, le perméat obtenu est clarifié et stabilisé. Via la maîtrise du temps de contact et de la concentration dans la boucle de filtration, nous n'observons pas de colmatage ni de difficulté de régénération.

Résultats sur vin rouge

Des essais sont réalisés avec une gélatine liquide à 3 cl/hl, la protéine de pois à 10 g/hl et l'extrait protéique issu de pomme de terre à 2 g/hl. Les résultats obtenus pour chaque lot, en termes de variation dans le temps de la pression de filtration à débit de filtration constant, sont montrés sur la **figure 2**.

Ces essais comparatifs montrent un colmatage rapide avec l'ajout de gélatine. Le floc produit par cette protéine est plus colmatant. Dans les premières minutes du cycle, à débit de filtration constant, on note une augmentation plus rapide de la pression de filtration pour la modalité gélatine liquide. Pour les deux autres agents de collage, extrait protéique issu de pomme de terre et colle de pois, on ne constate pas de différence significative avec le témoin.

■ **Figure 1: Principe du procédé de collage en ligne.**



Ce constat est conforté dans la suite de la filtration: une fois la pression maximum de filtration atteinte, comme montré sur la **figure 3**, qui illustre pour chaque lot la variation dans le temps du débit de filtration à pression de filtration constante, une chute relativement importante du flux de filtration est observée pour la modalité gélatine. Pour les autres modalités, extrait protéique issu de pomme de terre et colle de pois, les différences ne sont pas significatives. Ceci démontre que ces agents de collage végétaux ne modifient pas le pouvoir colmatant du vin.

Cinétique de colmatage par les agents de collage seuls

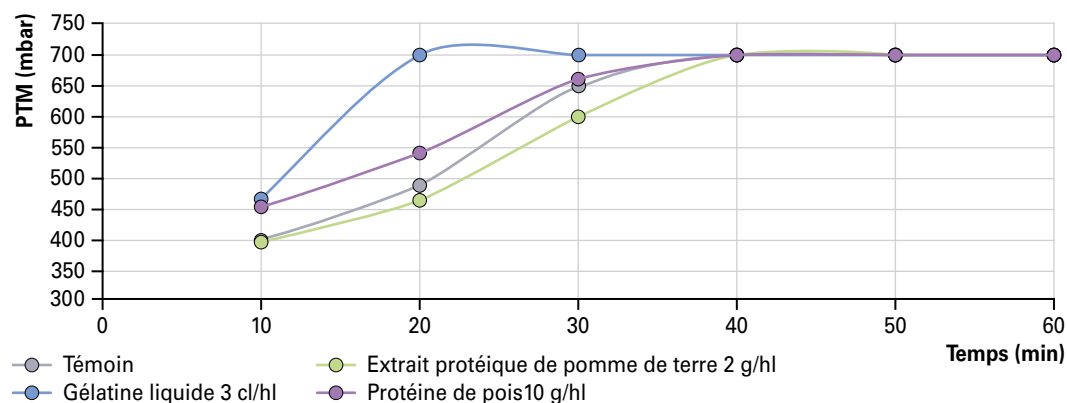
La membrane de filtration mise en œuvre pour cette expérience est une membrane fibre creuse en polyethersulfone. La vitesse tangentielle est de 2 m/s, la pression de filtration est de 700 mbar, et la température de 20 °C.

Chaque agent de collage (extrait protéique issu de pomme de terre et colle de pois) est dilué dans la solution aqueuse acidifiée respective suivante, à la concentration suivante:

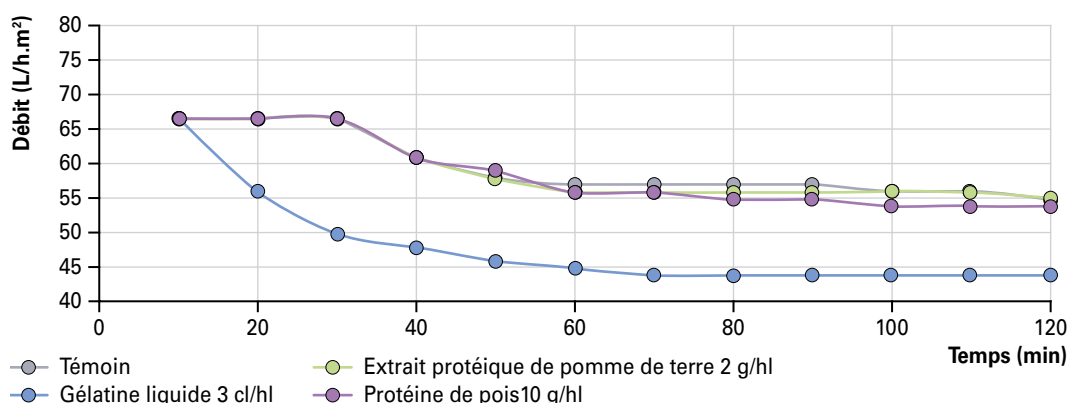
- extrait protéique issu de pomme de terre: pH 3, concentration en agent de collage de 2 g/L;
- colle de pois: pH 3, concentration en agent de collage de 10 g/L.

Les résultats sont montrés sur la **figure 4**. On y observe que le pouvoir colmatant des protéines de pois (colle de pois) et de l'extrait protéique de pomme de terre en milieu aqueux acidifié, sur le même type de membranes, est progressif et très rapide. L'extrait protéique de pomme de terre, bien qu'en solution cinq fois moins concentrée, est plus colmatant que la colle de pois. Le colmatage qu'il génère est en outre plus difficile à éliminer. Lors de cette expérience,

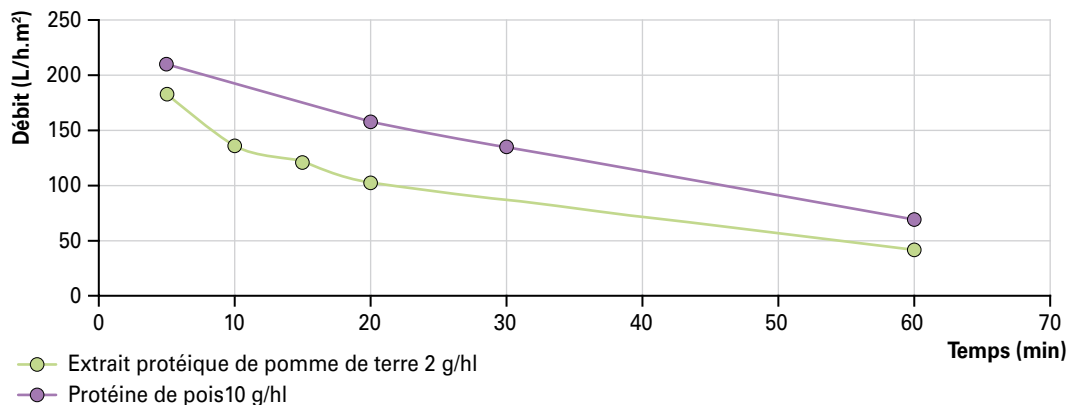
■ **Figure 2: Évolution de la pression transmembranaire (PTM) au cours de la filtration à débit constant jusqu'à une pression de 700 mbar (LHM: 40 L/h.m², 20 °C).**



■ **Figure 3: Évolution du débit au cours de la filtration à pression constante (PTM: 700 mbar, 20 °C).**



■ **Figure 4: Évolution du débit au cours de la filtration à pression constante d'une solution aqueuse acidifiée (pH 3) contenant un produit de collage (PTM: 300 mbar, 20 °C).**



■ **Tableau 2: Turbidité du perméat, stabilité de la matière colorante et tartrique des vins traités.**

	Témoin	Gélatine liquide 3 cl/hl	Protéine de pois 10 g/hl	Extrait protéique de pomme de terre 2 g/hl
Turbidité du perméat (NTU)	0,1	1,1	0,2	0,5
Stabilité matière colorante (après 48 heures à +4 °C)				
Turbidité t0 (NTU)	0,1	1,1	0,2	0,5
Turbidité t24h (NTU)	58,8	21,9	15,7	9,1
Différence de turbidité (NTU)	58,7	20,8	15,5	8,6
État d'instabilité	Très instable	Instable	Instable	Stable
Test de cristallisation (après 6 jours à -4 °C)				
Présence de matière colorante	Positif ++	Positif ++	Positif ++	Positif
Présence de cristaux de tartre	Positif	Négatif	Négatif	Négatif

il a fallu procéder à trois régénérations successives pour l'extrait protéique de pomme de terre, contre une seule pour la colle de pois, pour obtenir une membrane propre et régénérée. Le résultat obtenu sur vins au moyen de la colle de pomme de terre est donc d'autant plus inattendu, car inverse de ceux obtenus sur de l'eau.

Effet de stabilisation des vins

Des échantillons des perméats sont prélevés en sortie du module de filtration tangentielle, pour chaque lot, et analysés pour leurs propriétés. Plus particulièrement, les niveaux de stabilisation tartrique et de la matière colorante sont évalués. Les résultats obtenus sont indiqués dans le **tableau 2**.

Ces résultats démontrent que le traitement améliore la stabilité de la matière colorante des vins, le meilleur résultat étant obtenu avec l'extrait protéique issu de pomme de terre, pour laquelle il est obtenu, par rapport aux autres colles et au témoin, une quantité bien moins importante de précipités de matière colorante.

En ce qui concerne la stabilité tartrique, les vins traités sont stables pour chacune des modalités comme les résultats sur les membranes après le test de cristallisation l'indiquent.

Des essais complémentaires ont montré une efficacité très faible de l'agent de collage de pois même à forte dose (20 g/L), sur la stabilisation de la matière colorante. L'extrait protéique issu de pomme de terre est toujours plus efficace, même utilisé à faible dose (2 g/hl). Ces résultats sont en outre constants, contrairement à ceux obtenus avec la colle de pois. En plus d'une stabilisation de la matière colorante des vins, ils permettent également une amélioration qualitative

des vins traités: ces vins sont jugés moins astringents et moins végétaux à l'issue de la mise en œuvre du procédé.

Conclusions

Les essais décrits mettent en évidence les avantages obtenus par la mise en œuvre d'un collage protéique en ligne combinant, conformément au procédé décrit, un agent de collage particulier, contenant de l'extrait de pomme de terre, et la technique de filtration tangentielle. Contrairement à ce que l'on pouvait attendre, les floccs créés par l'agent de collage protéique végétal ne sont pas colmatants, et ne posent pas de problème de régénération des membranes.

Le traitement en ligne est une évolution du travail du vin. Il apporte une simplification de la chaîne de production, des temps d'immobilisation du vin réduits. Il diminue les opérations en cave

(soutirages, relogement des vins et nettoyage de cuverie). Jusqu'à il y a peu de temps les colles protéiques étaient exclues de cette application pour des raisons de colmatage. D'une manière inattendue, les derniers travaux dans le domaine nous ont permis d'identifier une colle protéique végétale issue de pomme de terre (sans allergènes et non OGM), produisant un floc non-colmatant. L'ajout en ligne suivi d'une filtration tangentielle, Flavy Vegecoll® apporte en une opération la limpidité et une meilleure stabilité de la matière colorante. Ce traitement réduit les volumes de lies de collage d'un facteur allant de 2 à 5 par rapport à un collage en cuve.

Les vins traités sont jugés moins astringents et moins végétaux. Le pouvoir colmatant du vin filtré est réduit ce qui se traduit par une augmentation de la durée de vie des cartouches avant mise en bouteilles. ■

■ Bibliographie

• **A. Gambuti, A. Rinaldi & L. Moio (2012).**

Use of Patatin, a protein extracted from potato, as alternative to animal proteins in fining of red wine.
European Food research and Technology, DOI 10.1007/S00217-012-1791-Y.

• **N. Iturmendi, V. Moine & P.-L. Teissedre (2012).**

Les produits de levure: application au collage de vin rouge.
Revue des Œnologues n° 145, 11-14.

• **L. Lagune-Ammirati & Y. Glories (2001).**

Produits de clarification, une alternative rapidement exploitable: les dérivés de l'albumine d'œuf.
Revue Française d'Œnologie, n° 191, 25-33.

• **Règlement d'exécution (UE)**

n° 1251/2013 de la commission
du 3 décembre 2013.

Journal officiel de l'Union européenne L323, 28-30.

• **P. Ribéreau-Gayon, Y. Glories, A. Maujean & D. Dubourdieu (2012).**

Traité d'œnologie. Tome 2 : Chimie du vin – Stabilisation et traitements.

Dunod, 6^e édition, Paris, ISBN 978-2-10-058236-5.

• **A. Rinaldi, A. Gambuti & L. Moio (2011).**

Application of the SPI (Saliva Precipitation Index) to evaluate the effect of fining agents on Aglianico (Vitis Vinifera cv.) wine ŒNO 2011

Actes de colloques du 9^e symposium d'œnologie de Bordeaux, Éditions Dunod.



Article publié avec l'aimable autorisation de la Revue des Œnologues

N° 165 Spécial novembre 2017 – pages 16 à 39

“Simplification des opérations de clarification et de stabilisation des vins rouges par techniques membranaires”

Pasqual Noilet, Éric Dobrowolski, Nerea Iturmendi, Virginie Moine.

La référence internationale de l'actualité scientifique et technique vitivinicole, depuis plus de 40 ans en France et dans 60 pays.

■ Plus de 2 500 articles archivés par mots clés search.oeno.tm.fr ■ Pour tout contact : infos@mail.oeno.tm.fr ■



Le trimestriel de
tous les acteurs
de la filière
vitivinicole



L'actualité scientifique & technique

- Depuis plus de 40 ans, dans 60 pays
- Revue internationale en langue française
- Viticulture | Œnologie | Conditionnement

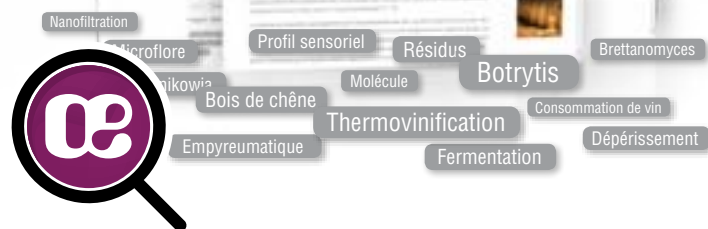
Le trimestriel des acteurs de la filière

« Les lecteurs de la Revue des Œnologues sont à la recherche d'informations fiables et de conseils techniques précis pour réaliser des investissements concrets et mettre en place des solutions opérationnelles en viticulture et œnologie.

Aujourd'hui, plus que jamais, il est indispensable d'être bien informé et ce, par des professionnels conscients des réalités et des enjeux techniques de la filière ».

Henri-Laurent Arnould

Ingénieur agronome œnologue
Directeur de la Revue des Œnologues



À la source de l'information

- Accès libre à un large corpus d'informations scientifiques & techniques
- Informations évaluées et sélectionnées, depuis plus de 40 ans, par la Revue des Œnologues

Plus vite à l'essentiel...

- Accès rapide par mots-clés
- Résumés, bibliographies, listes d'articles
- Plus de 2 500 articles et 5 000 contributeurs

