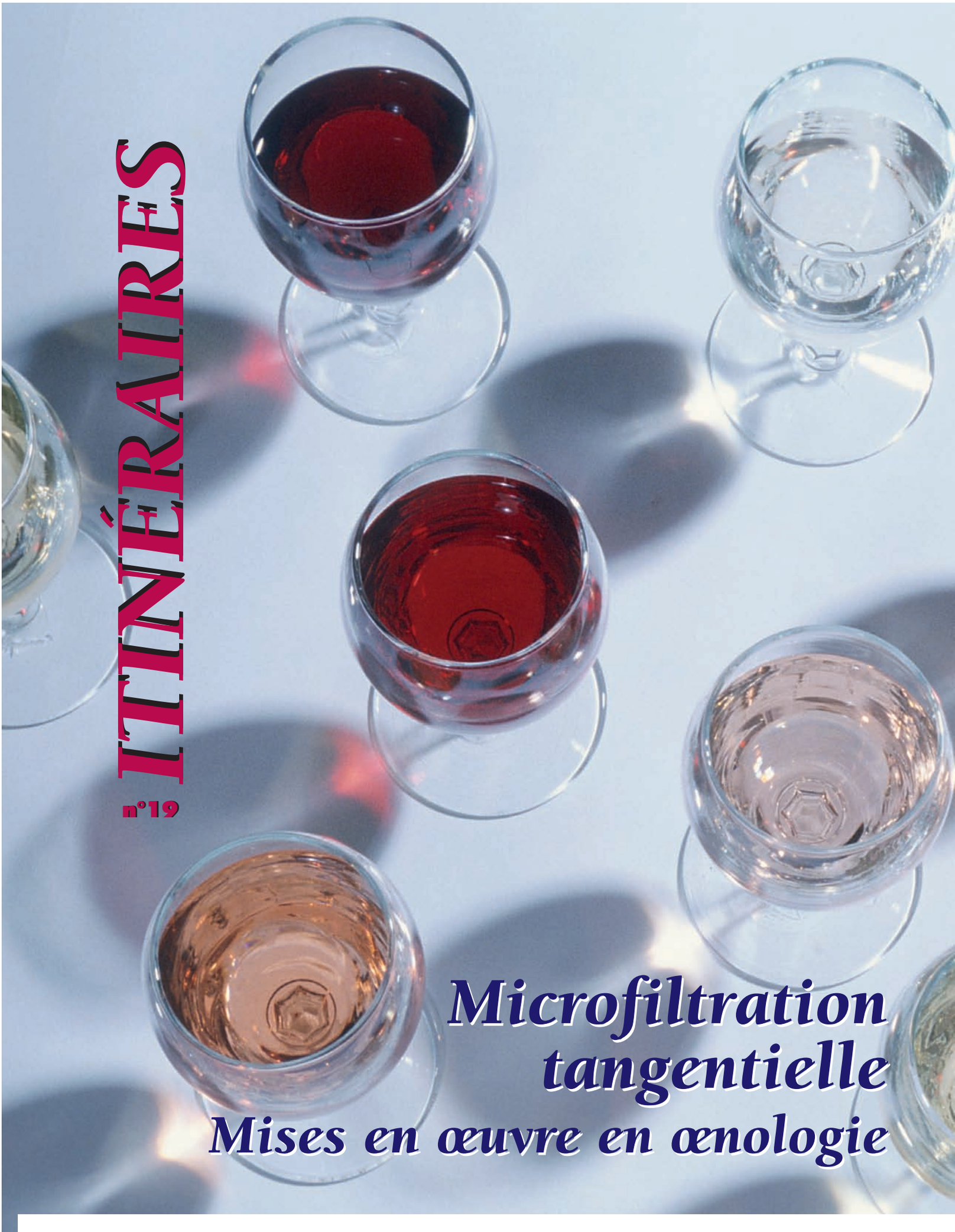


ITINÉRAIRES

n°19

Microfiltration tangentielle

Mises en œuvre en œnologie

ENTAV

ITV FRANCE

Institut Français de la Vigne et du Vin

Sommaire

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

J-M. Desseigne, IFV

Avant-propos

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

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

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

Introduction

J-M. Desseigne, IFV

Essais de filtres tangentiels

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

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

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

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

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

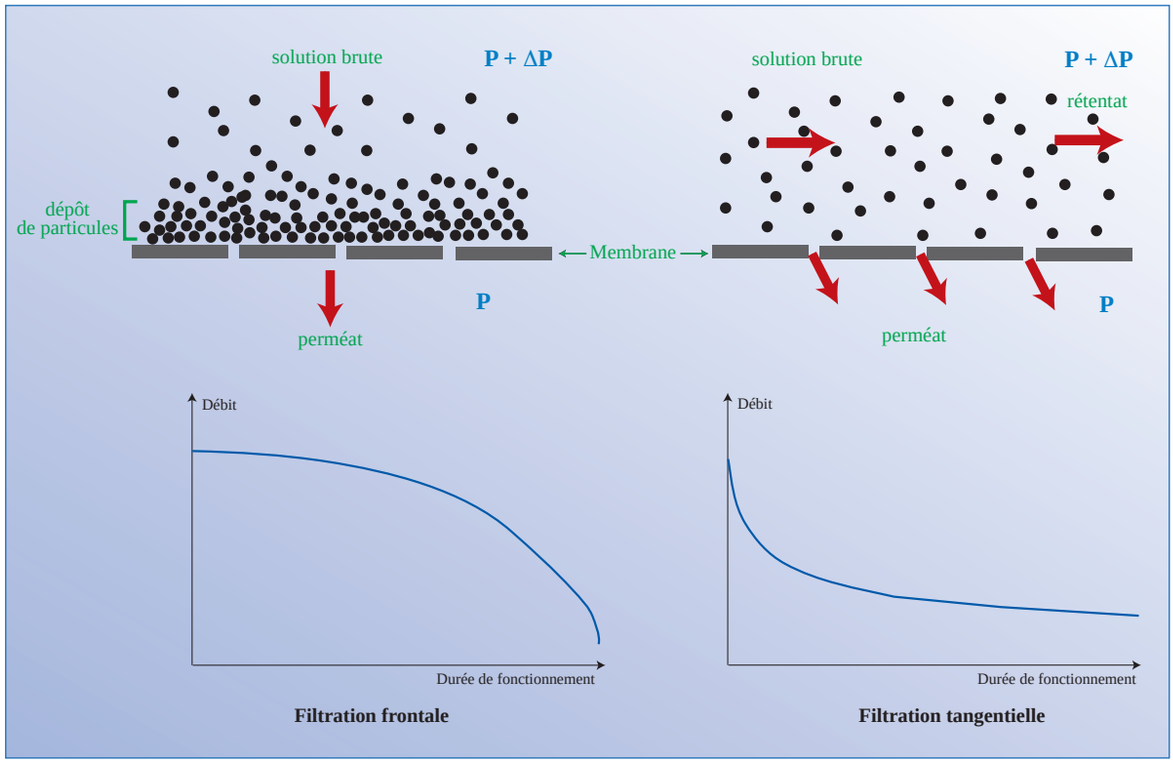
Jean-Michel Desseigne
Responsable équipements œnologiques à l'IFV

E. Vinsonneau, IFV

Principe et présentation du procédé

1. Principe général

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



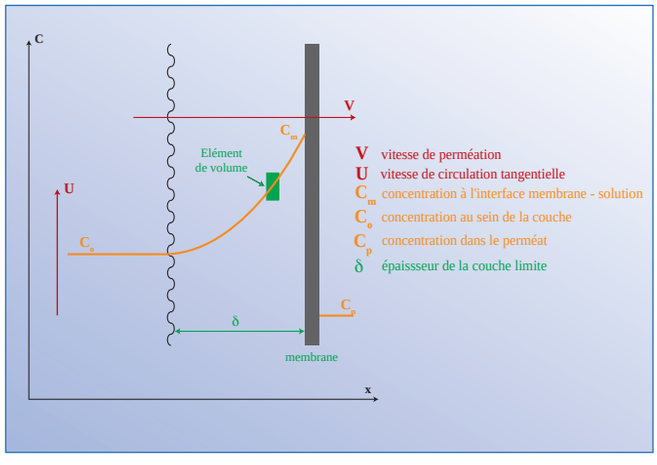
A-M. Denizot, IFV

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

2. Phénomènes de colmatage

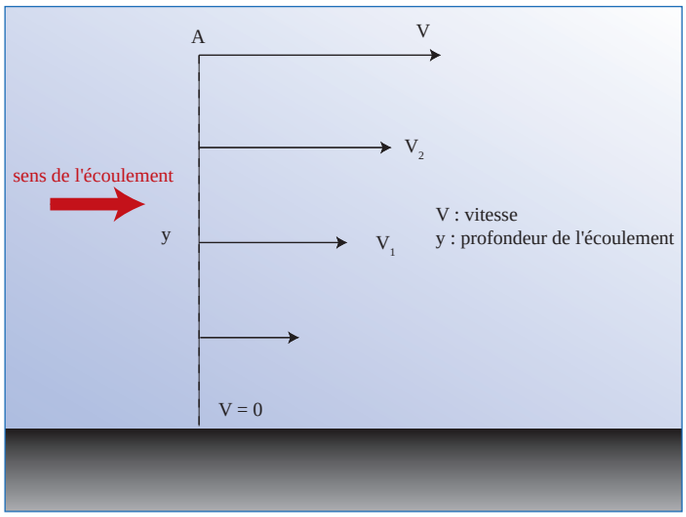
Malgré le flux tangentiel, il se produit un colmatage progressif des membranes. Ce colmatage se traduit par une diminution importante des flux de perméation. Le colmatage fait appel à des mécanismes complexes, où interviennent :

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



A-M. Denizot, IFV

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



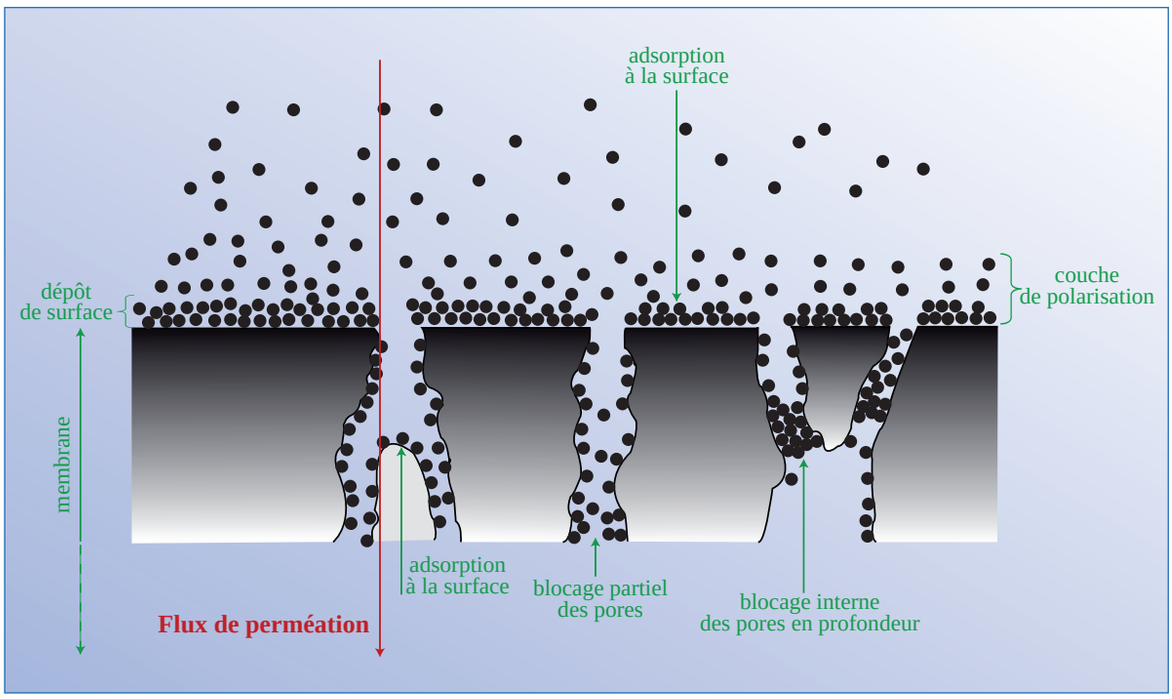
A-M. Denizot, IFV

Figure 3 *Gradient de vitesse dans un écoulement tangentiel*

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

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

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



A-M. Denizot, IFV

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

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

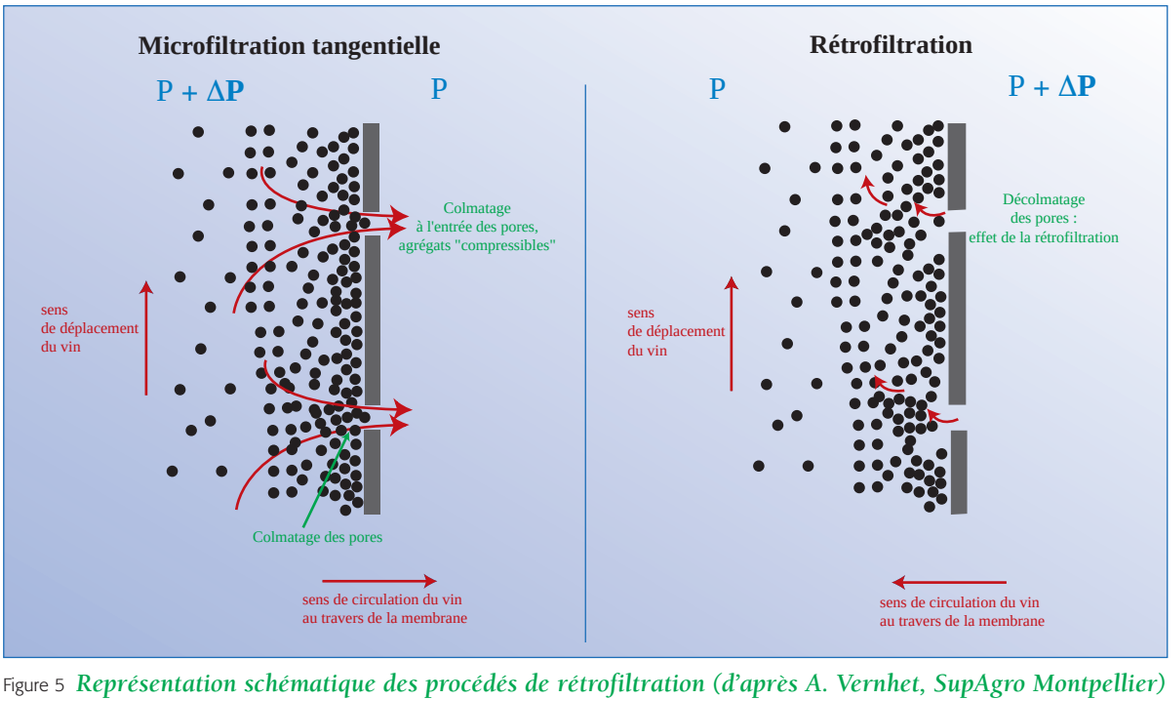
Certains colmatages sont réversibles, c'est-à-dire éliminés par une inversion de flux ou/et un simple rinçage à l'eau. D'autres colmatages sont dits « irréversibles » : le rétablissement des performances de la membrane nécessite un nettoyage (une régénération) à l'aide de procédures et de produits de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

Tableau 1 *Pouvoir colmatant en microfiltration tangentielle*

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

3. Dispositifs de décolmatage en phase de production

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



A-M. Denizot, IFV

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

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

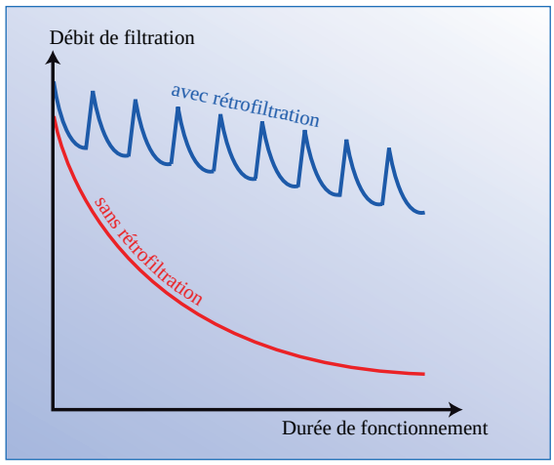


Figure 6 ***Influence des rétrofiltrations sur les flux de perméation***

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

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

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

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

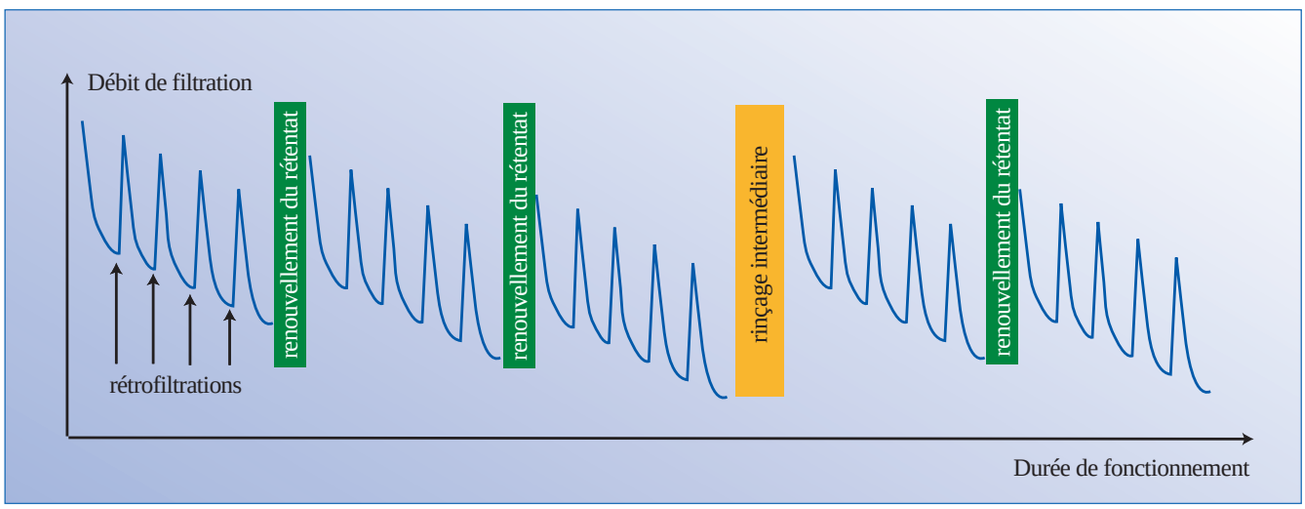


Figure 7 ***Effet sur le débit des décolmatages par rinçage intermédiaire en cours de filtration (d'après Bucher-Vaslin)***

Matériaux, configurations, dispositifs d'utilisation et matériels

1. Membranes

Caractéristiques

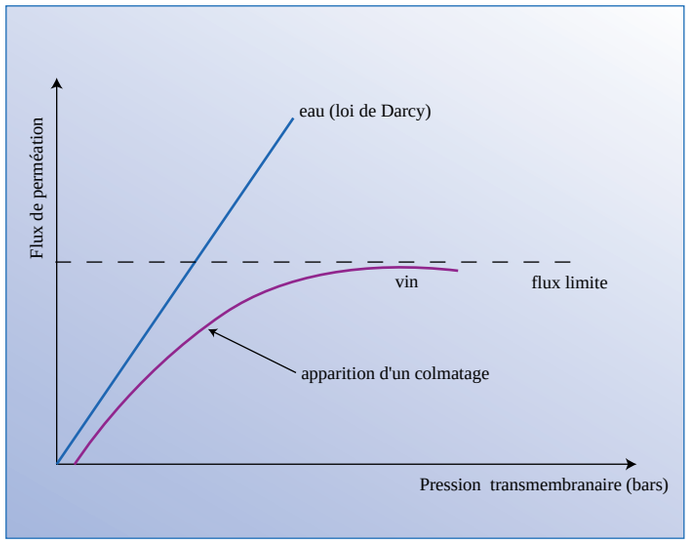
Les membranes constituent l'élément principal d'une installation de microfiltration tangentielle. Leurs caractéristiques vont conditionner en effet les performances en termes de débits et surtout l'innocuité de l'opération de filtration sur la qualité, en minimisant les rétentions.

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

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

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

E. Vinsonneau, IFV



A-M. Denizot, IFV

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

Classifications

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

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

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

Filtre tangentiel équipé de modules en fibres creuses organiques

Configurations

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

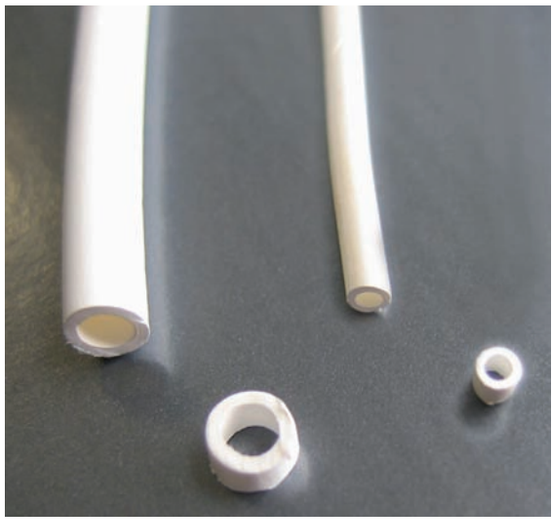
- Les **modules plans** rappellent par leur configuration les filtres-presses ou les filtres à plaques, mais sont peu utilisés.
- Les **modules spirales** sont obtenus par enroulement d'une membrane plane autour d'un axe central, avec comme avantage, une grande compacité, une perte de charge réduite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

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

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

Bucher-Vaslin

Module à fibres creuses (capillaires)



Bucher-Vaslin

Fibres creuses organiques de différents diamètres