



HAL
open science

Traitement par osmose inverse de vins de consommation courante en vue d'augmenter leur teneur en alcool

R. Dick, S. Aboulkeir, F. Dixmier

► To cite this version:

R. Dick, S. Aboulkeir, F. Dixmier. Traitement par osmose inverse de vins de consommation courante en vue d'augmenter leur teneur en alcool. *Le Lait*, 1984, 64 (638_639), pp.163-180. hal-00929001

HAL Id: hal-00929001

<https://hal.science/hal-00929001>

Submitted on 11 May 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Traitement par osmose inverse de vins de consommation courante en vue d'augmenter leur teneur en alcool

par

R. DICK

Avec la collaboration technique de S. ABOULKEIR

et F. DIXMIER

R é s u m é

On présente les résultats préliminaires d'une étude qui a pour objectif de mettre au point un procédé permettant d'augmenter le degré alcoométrique des vins de consommation courante. Dans certaines régions viticoles, où la chaptalisation est interdite, le besoin existe chez de nombreux producteurs de vin d'avoir à leur disposition un procédé économique et aisément adaptable aux besoins de la demande qui permette d'augmenter, dans les limites légalement permises, la teneur en alcool des vins, les années où celle-ci est insuffisante.

Le procédé proposé est basé sur l'utilisation de la technique de concentration par osmose inverse et fait appel à des membranes dont la perméabilité à l'alcool est nettement inférieure à la perméabilité à l'eau. Les membranes qui ont servi à cette étude ont été mises au point selon une méthode brevetée par l'IRCHA.

Les résultats obtenus, à partir d'un dispositif de laboratoire de 0,07 m² de surface membranaire utile et à partir d'un module DDS (LAB 20) de 0,53 m² de surface membranaire utile, montrent que le procédé est techniquement réalisable et que le vin, qui a été soumis au traitement de concentration par osmose inverse, conserve ses principales propriétés.

Summary

REVERSE OSMOSIS TREATMENT OF TABLE WINES TO INCREASE THEIR ALCOHOLIC CONTENT

Preliminary results of a study, undertaken with the aim to develop a membrane process for increasing the alcoholic content of light wines, are presented. In some viticultural regions where beet sugar addition to grape juice (chaptalisation) is forbidden, wine producers need an economical process, easy to adapt to the market request, which allows to increase the alcoholic degree when it is too low.

The proposed process use reverse osmosis (R.O.) concentration technic with membranes having a lower permeability for alcohol than for water. Membranes used in this work have been made on a little pilot scale.

The results obtained from laboratory cells with a membrane area of 0,07 m² and from a DDS module (LAB 20) with a membrane area of 0,53 m² show that the process is technically realizable and that R.O. treated wine retains his principal properties.

INTRODUCTION

Pour maintenir la qualité des vins de table et des vins de consommation courante à un niveau satisfaisant d'une année à l'autre et éviter une trop grande dépendance de celle-ci des aléas de la récolte, les producteurs de vin des régions viticoles où la chaptalisation est interdite, font appel à différents procédés qui permettent d'augmenter la teneur en alcool des vins. Les principaux procédés utilisés sont : la concentration thermique des jus de raisin durant la vendange ou plus tard après un sulfitage préalable pour permettre leur conservation, la cryoconcentration du vin, le coupage par des vins de teneur en alcool plus élevée.

Tous ces procédés présentent des inconvénients bien connus des producteurs de vin. Ils sont liés, soit au manque de souplesse du procédé, soit au caractère onéreux de ce dernier, soit à des problèmes d'investissement et d'amortissement.

L'osmose inverse, de par sa conception modulaire, la simplicité de sa mise en œuvre et son caractère économique, constitue un procédé relativement facile à adapter à la demande du marché et aux besoins particuliers de chaque producteur. Son application à la concentration des vins sous-entend de pouvoir mettre à la disposition

des utilisateurs des membranes présentant une faible perméabilité à l'alcool et aux arômes et une forte perméabilité à l'eau.

Les résultats préliminaires obtenus sur des appareils d'osmose inverse de laboratoire à partir de membranes de type composite préparées selon une méthode brevetée par l'IRCHA, sont présentés et discutés ci-après.

MATERIEL ET CONDITIONS EXPERIMENTALES UTILISES

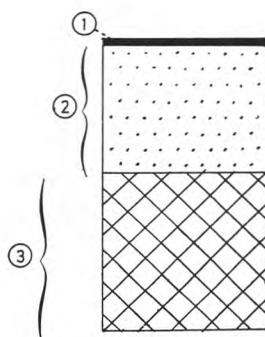
Préparation et caractérisation des membranes

Les membranes ayant servi à l'étude sont constituées de trois éléments différents schématisés sur la figure 1 qui représente la coupe transversale d'une membrane. On y distingue :

— une pellicule ultra-mince en polyhydroxyméthylacrylamide réticulé qui confère à la membrane sa sélectivité ;

— une couche microporeuse et asymétrique en polysulfone servant de support protecteur à la pellicule précédente, l'épaisseur de cette couche est d'environ 50 μ ;

— un non tissé en polyester ou en polypropylène selon les cas ayant une épaisseur de 100 à 120 μ et dont le rôle est d'augmenter la tenue mécanique de la membrane.



- ① pellicule ultra-mince en polyacrylamide réticulé
- ② support microporeux en polysulfone (-50 μ)
- ③ non tissé (100 à 120 μ)

fig. 1

Schéma de la membrane en coupe transversale.

- SCHEMA DE LA MEMBRANE COMPOSITE -

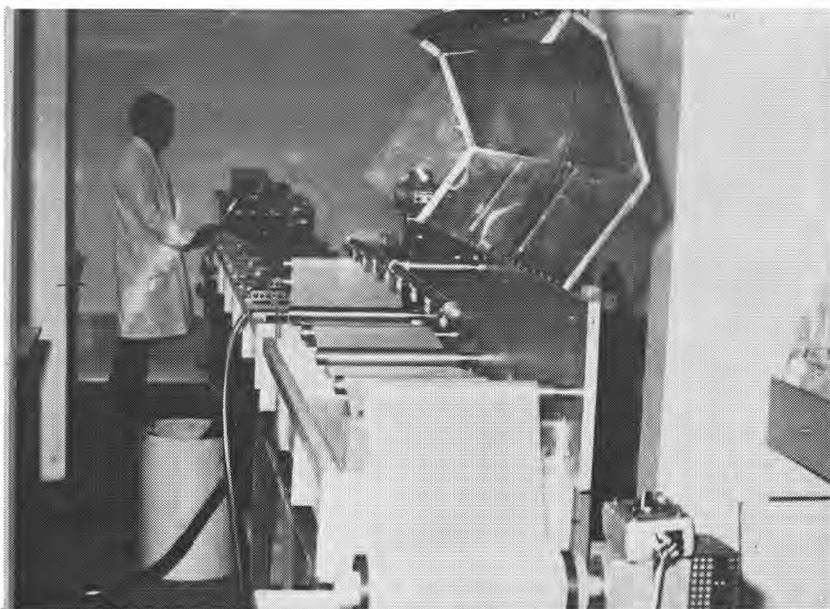


photo 1

Pilote de préparation du support microporeux de la membrane.

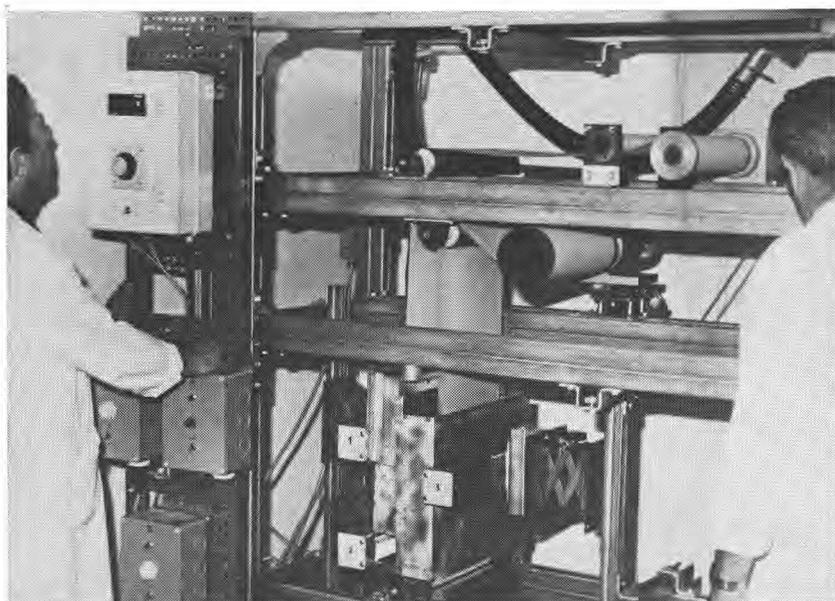


photo 2

Pilote d'enduction du support microporeux.

La préparation des membranes de ce type est effectuée en deux étapes.

- Durant la première étape est préparé le support microporeux de la couche sélective. Ce support qui se compose de la couche de polysulfone microporeuse et de son renforcement en non tissé, est réalisé à partir d'un petit pilote permettant d'obtenir des échantillons de 30 à 40 m de long sur 0,25 m de large. La microporosité asymétrique de la polysulfone est obtenue par la méthode à « inversion de phase » qui consiste à faire coaguler dans un bain aqueux la solution de polysulfone étalée en couche mince. Le dispositif utilisé est conçu de manière à permettre l'application en continu d'une couche de solution de polysulfone d'épaisseur bien déterminée sur un non tissé et à assurer sa pénétration dans le bain de coagulation où le polymère se sépare de son solvant et se solidifie en donnant un film microporeux et asymétrique. Un système de lavage par pulvérisation d'eau permet d'enlever le solvant résiduel du film (photo 1).

- La deuxième étape de la préparation consiste à déposer une mince pellicule de polyhydroxyméthylacrylamide sur le support microporeux à partir d'une solution diluée du polymère et à la réticuler in situ. Ce dépôt est réalisé en continu à l'aide d'un deuxième dispositif qui permet la mise en contact de la face lisse du support avec une solution diluée de polyhydroxyméthylacrylamide contenant un catalyseur. Le support enduit défile ensuite devant plusieurs éléments chauffants qui permettent d'évaporer le solvant et de réticuler le polymère (photo 2).

Les membranes préparées selon cette méthode sont caractérisées en mesurant leur débit et leur taux de rejet d'éthanol à 60 bars et à 26° C, vis-à-vis d'une solution aqueuse à 2 % d'éthanol.

Leurs caractéristiques dépendent des conditions de préparation et peuvent varier dans un intervalle assez étendu comme en témoigne la figure 2 qui représente la variation du débit des membranes en fonction de leur taux de rejet d'éthanol, mesurées dans les conditions indiquées.

Conditions expérimentales relatives à la concentration des vins

La concentration des vins a été effectuée à l'échelle du laboratoire à partir de deux dispositifs d'osmose inverse différents. Chacun des dispositifs comprenait les éléments habituels, indiqués sur la représentation schématique (fig. 3), en particulier une pompe, un amortisseur, un régulateur de pression, les supports des membranes et un réservoir en acier inoxydable, thermostaté à $24 \pm 2^\circ \text{C}$.

Le premier dispositif était alimenté par une pompe Lewa de débit 70 l/h. Les membranes étaient placées dans six cellules montées en série (photo 3) et totalisaient 0,07 m² de surface utile.

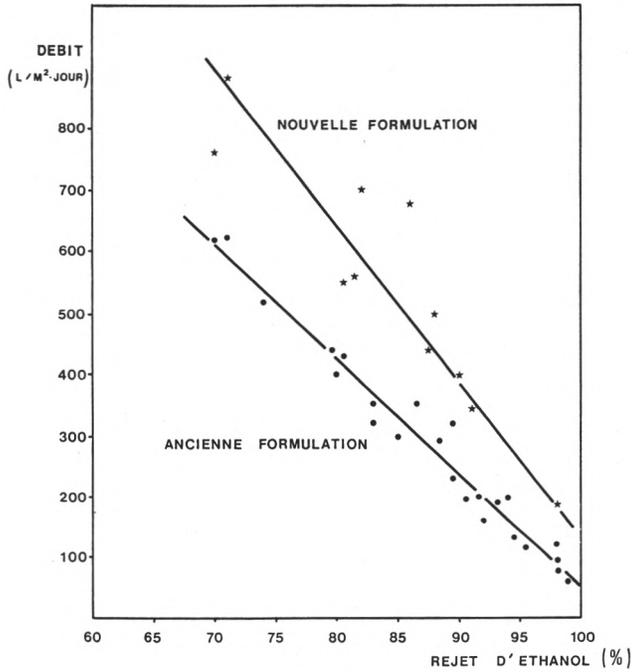


fig. 2

Représentation graphique du débit des membranes en fonction de leur taux de rejet d'éthanol.

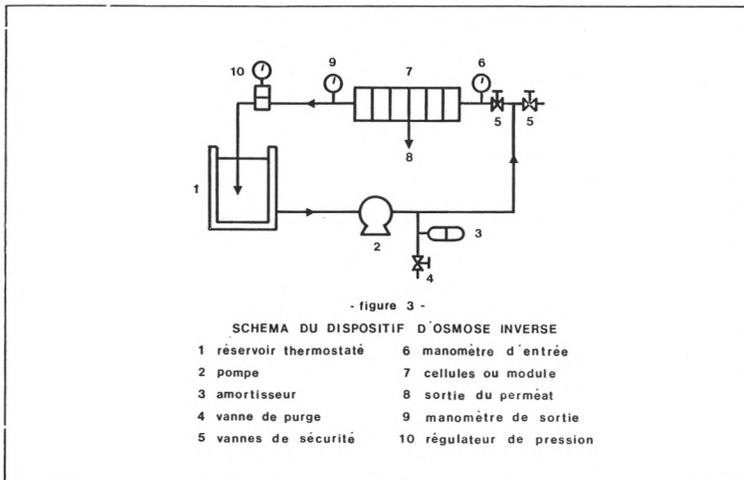


fig. 3

Schéma de montage du banc d'essai.

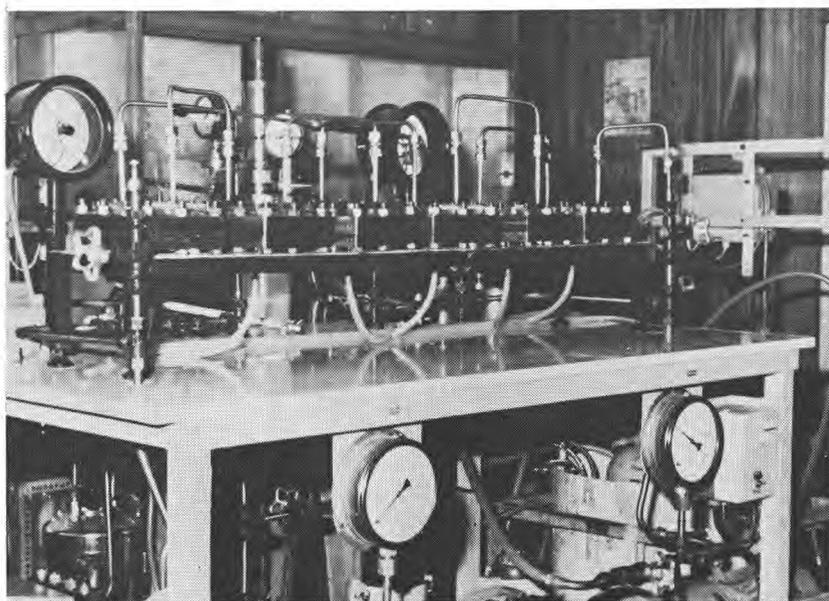


photo 3

Banc d'essai comprenant 6 cellules d'osmose inverse montées en série.

Le deuxième dispositif était alimenté par une pompe Rannie HP 16/50 de débit maximum 600 l/h et était muni d'un module DDS (modèle LAB 20) totalisant 0,53 m² de surface membranaire utile (photo 4).

La pression de travail adoptée était de 80 bars pour les deux dispositifs. Tous les essais de concentration ont été effectués à partir d'un volume de 15 ou de 20 l de vin en recyclant le rétentat par passages répétés sur les membranes jusqu'à obtention du degré alcoolique désiré.

Les conditions expérimentales utilisées ne correspondaient pas à une optimisation du procédé. Elles n'ont été adoptées que pour étudier le comportement des membranes et pour examiner l'influence de ce type de traitement sur les caractéristiques du vin.

La teneur en alcool des vins a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse.

RESULTATS

Essais effectués à partir du premier dispositif

La membrane utilisée pour ces essais avait les caractéristiques suivantes :

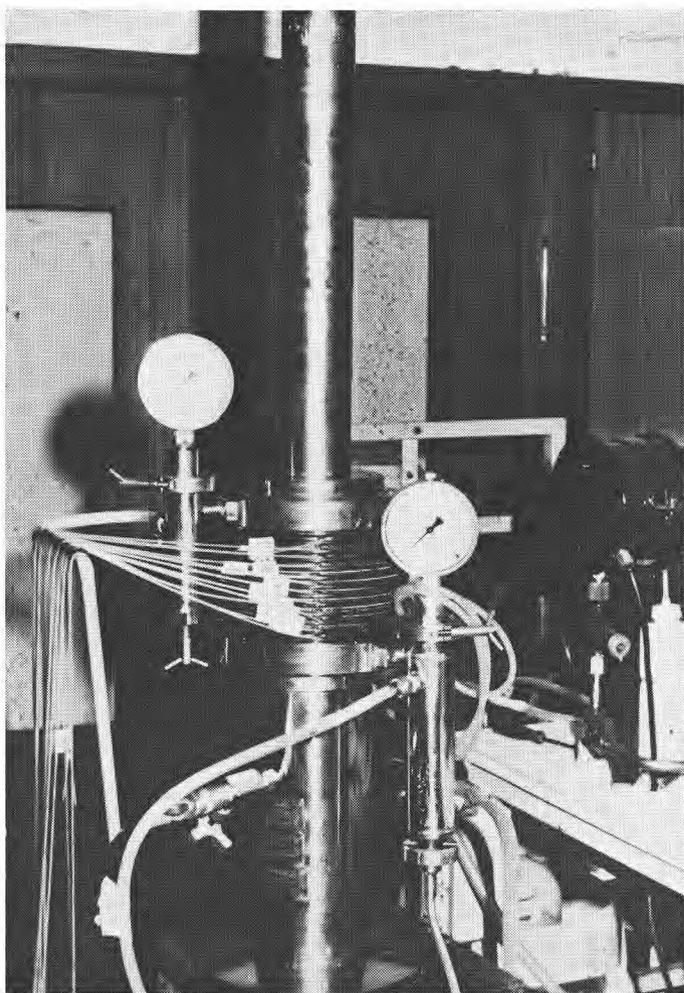


photo 4

Module DDS (modèle LAB 20).

Débit : 260 l/m².jour

Taux de rejet d'éthanol : 88 %

mesurées à 60 bars pour une solution à 2 % d'éthanol.

La figure 4 indique la variation des teneurs en alcool et des volumes du rétentat et du perméat en fonction du temps de traitement dans le cas d'un vin rosé de titre initial 10,3°. La faible surface de membrane utilisée est responsable du temps de traitement, rela-

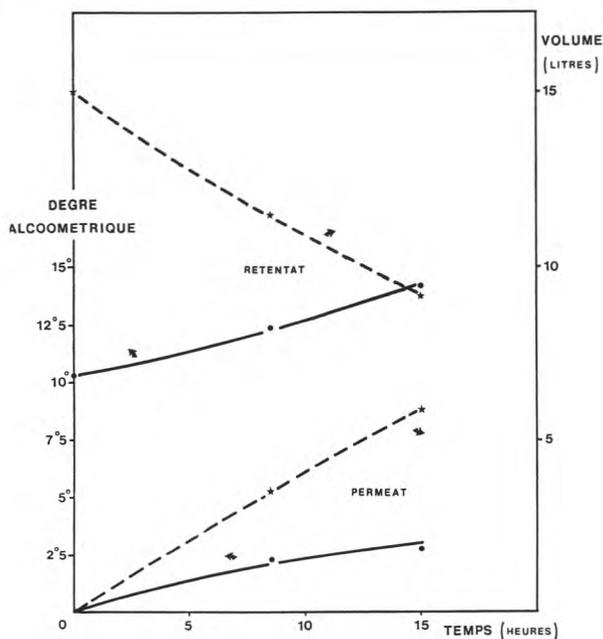


fig. 4

Concentration d'un vin rosé par osmose inverse. Variation de la teneur en alcool et du volume du rétentat et du perméat en fonction du temps de traitement.

tivement long, nécessaire pour obtenir, à partir d'un volume initial de vin de 15 l, une augmentation de plusieurs degrés de la teneur en alcool du rétentat.

La même opération de concentration a été répétée sur un vin rouge et un vin blanc, à partir du même échantillon de membrane* sur lequel il n'a pas été observé d'évolution significative de ses caractéristiques après chaque traitement. Dans le tableau 1 sont consignés, pour chacun des vins traités, le volume de rétentat recueilli, le débit moyen de perméat, les teneurs en alcool, le pH et la couleur du rétentat et du perméat, après un temps de traitement donné.

Essais effectués à partir du deuxième dispositif

Le même type de membrane a été utilisé pour équiper un module DDS (LAB 20) de 0,53 m² de surface utile. L'utilisation de ce module

* Un lavage de la membrane par passage d'eau chaude (40 à 50° C) a été effectué après chaque traitement.

TABLEAU 1
Concentration de 3 vins par osmose inverse (1^{er} dispositif)

Nature du vin	Durée du traitement heures	Volume du rétentat litres	Débit moyen perméat l/m ² -jour	Teneur en alcool		Répartition de la quantité d'alcool		pH		Couleur	
				Rétentat	Perméat	Rétentat %	Perméat %	Rétentat	Perméat	Rétentat	Perméat
vin rosé à 10°3	0	15	—	10,3°		100	0	3,2	—	rose	—
	8,5	11,5	141	12,4°	2,4°	94,5	5,5	3,3	2,8	rouge	incoloré
	15	9,1	135	14,1°	2,8°	88,6	11,4	3,4	2,8	rouge	incoloré
vin rouge à 10°4	0	15	—	10,4°		100	0	3,4	—	rouge	—
	16	8,5	139	14°	3,6°	84	16	3,55	3,0	rouge foncé	rose pâle
vin blanc à 10°6	0	15	—	10,6°		100	0	3,2	—	jaune clair	—
	17	9	121	14,6°	4°	85	15	3,4	2,8	jaune	incoloré

avait cependant comme conséquence de réduire le débit de la membrane. Dans les conditions de contrôle habituelles, les caractéristiques de cette dernière, mesurées sur le module, étaient les suivantes :

Débit : 180 l/m².jour

Taux de rejet d'éthanol : 89 %-90 %.

La géométrie particulière du module est peut-être à l'origine de cette diminution du débit.

Les essais ont porté chaque fois sur 20 l de vin rouge de degré alcoométrique 10,5°. Le débit de la pompe était de 300 l/h.

La figure 5 indique la variation des teneurs en alcool et des volumes du rétentat et du perméat en fonction du temps de traitement.

Le tableau 2 donne les principales caractéristiques du rétentat et du perméat en fonction de la durée du traitement.

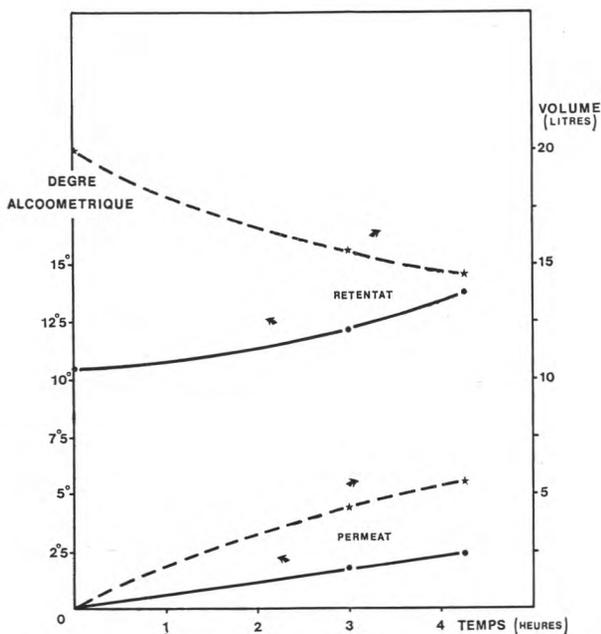


fig. 5

Concentration d'un vin rouge par osmose inverse.
Variation de la teneur en alcool et du volume du rétentat et du perméat en fonction du temps de traitement.

TABLEAU 2
Concentration de vin rouge par osmose inverse (2° dispositif)

Durée du trai- tement heures	Volume du rétentat litres	Débit moyen perméat l/m ² -jour	Teneur en alcool		Répartition de la quantité d'alcool		pH		Couleur	
			Rétentat	Perméat	Rétentat %	Perméat %	Rétentat	Perméat	Rétentat	Perméat
0	20	—	10,5°	0	100	0	3,46	—	rouge	—
3	15,6	66,4	12,2°	1,9°	95,8	4,2	3,49	3,48	rouge foncé	incolore
4,25	14,5	58,6	13,7°	2,4°	93,8	6,2	3,53	3,50	»	»

Evaluation de la consommation énergétique

A partir des données expérimentales obtenues, nous avons effectué une estimation de l'énergie consommée par une installation comportant 10 m² de membrane dont les caractéristiques sont identiques à celles de la membrane expérimentée et travaillant dans les mêmes conditions de pression et de consommation.

Le maximum d'efficacité d'une installation d'osmose inverse est en général obtenu au moyen de deux pompes :

— une pompe de circulation qui sert uniquement à faire circuler le liquide à une vitesse suffisamment élevée et régulière au-dessus de la membrane et qui consomme peu d'énergie du fait de la faible perte de charge ;

— une pompe de gavage dont le rôle est de porter à la pression de travail un volume de vin équivalent à celui qui est éliminé dans le perméat et dans le rétentat et qui fournit par conséquent l'essentiel du travail.

Ces conditions n'ayant pas été respectées au cours de nos essais, on peut considérer que les caractéristiques des membranes utilisées pour le calcul de l'énergie consommée, conduisent à une surestimation de celle-ci.

Examinons d'abord le cas du premier dispositif. La somme du débit de perméat et du débit de rétentat soutiré reste inférieure à 300 l/h dans le cas du traitement concernant le vin rosé et inférieure à 150 l/h dans le cas des traitements effectués sur le vin rouge et le vin blanc. De ce fait, une pompe de gavage de débit 400 l/h, voire de 300 l/h, devrait convenir. Le travail utile fourni par une telle pompe est relativement faible, de 3,5 à 12 kwh par m³ de vin concentré recueilli, selon l'importance de l'augmentation du degré alcoométrique et selon la teneur du vin en composés solubles. La puissance dépensée par le moteur d'entraînement d'une telle pompe se situe approximativement entre 3 et 2 Kw selon le cas considéré. On en déduit une énergie consommée par le moteur qui varie de 11 à 40 kwh par m³ de vin concentré recueilli, selon l'intervalle de concentration envisagé et selon le type de vin considéré (tab. 3). En se rapportant au m³ de perméat, on obtient des valeurs situées entre 34 et 54 kwh pour le vin rosé et 35 à 60 kwh pour les vins rouge et blanc. Ces valeurs constituent un ordre de grandeur qu'il convient de confirmer expérimentalement.

Rappelons que l'énergie consommée dans les procédés d'évaporation varie entre 25 et 90 kwh par m³ d'eau évaporée, selon qu'il s'agit d'un évaporateur à recompression mécanique ou à quatre effets.

Dans le cas du deuxième dispositif, le débit moyen de perméat est plus faible que dans le cas du premier, il est possible de ce fait d'utiliser une pompe de gavage de plus faible débit. La somme des débits du perméat et du rétentat n'excédant pas 150 l/h (tab. 4),

TABLEAU 3

Evaluation de la consommation d'énergie par m³ de vin recueilli.Cas d'une surface de membrane de 10 m² (1^{er} dispositif)

Nature du vin	Intervalle de variation du degré alcoométrique	Débit pompe minimal l/h	Travail utile de la pompe		Energie consommée	
			Kwh/m ³		Kwh/m ³	
			DP 400 l/h	DP 300 l/h	M 3KW	M 2KW
vin rosé	10,3° à 12,4°	252	4,7 (15,3*)	3,5 (11,5*)	15,5 (51*)	10,3 (34*)
	10,3° à 14,1°	142	10,4 (16*)	7,8 (12*)	34,6 (53,4*)	23,1 (35,6*)
vin rouge	10,4° à 14°	134	11,8 (15,5*)	8,8 (11,6*)	39,5 (51,7*)	26,3 (34,5*)
vin blanc	10,6° à 14,6°	126	11,9 (17,9*)	8,9 (13,4*)	39,6 (59,5*)	26,4 (39,7*)

DP : débit de la pompe ; M : moteur ; (*) par m³ de perméat.

TABLEAU 4

 Evaluation de la consommation d'énergie par m³ de vin rouge recueilli.

 Cas d'un module de surface membranaire de 10 m² (2^e dispositif)

Intervalle de variation du degré alcoométrique	Débit pompe minimal l/h	Travail utile de la pompe			Energie consommée		
		Kwh/m ³			Kwh/m ³		
		DP : 300 l/h	DP : 200 l/h	DP : 150 l/h	M. 2,5 kw	M. 2 kw	M. 1,5 kw
10,5° à 12,2°	126	6,9 (24*)	4,6 (16*)	3,45 (12*)	25,5 (89,3*)	20,4 (71,4*)	15,3 (53,6*)
10,5° à 13,7°	89	10,5 (27,7*)	7 (18,5*)	5,25 (13,8*)	38,8 (102,5*)	31,0 (82*)	23,3 (61,5*)

 DP : débit de la pompe ; M : moteur ; (*) par m³ de perméat.

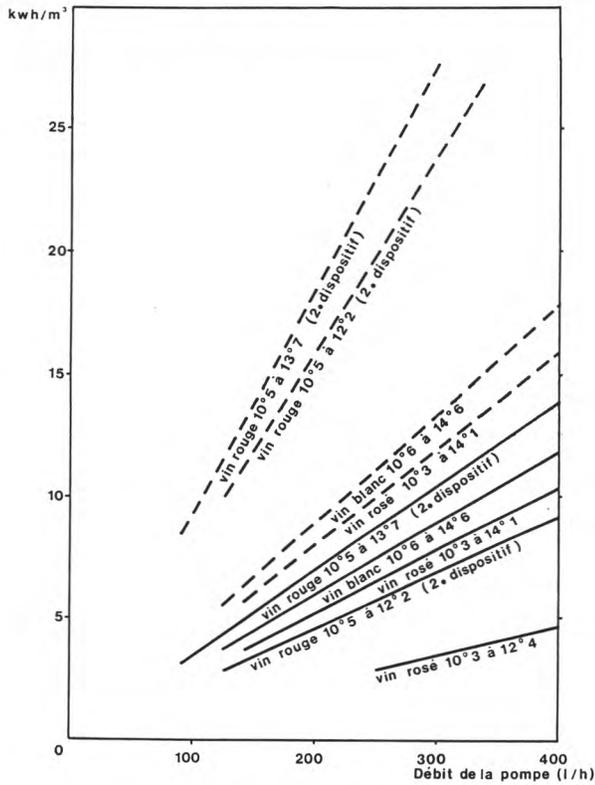


fig. 6

Travail de la pompe, rapporté au m^3 de vin concentré et au m^3 de perméat, en fonction de son débit.

on peut se contenter d'une pompe de 200 l/h et diminuer la puissance du moteur. La comparaison des deux dispositifs montre que, dans le cas de la concentration d'un vin rouge, le premier consomme un peu moins d'énergie que le second, rapportée au m^3 de vin recueilli. La différence s'accroît quand on considère la consommation d'énergie par rapport au m^3 de perméat obtenu. Ceci est une conséquence de ce que le deuxième dispositif présente un débit de perméat plus faible que le premier. En revanche, le deuxième dispositif permet de recueillir un perméat de teneur en alcool plus faible.

La relation entre le travail utile fourni par la pompe, rapporté au m^3 de vin recueilli ou au m^3 de perméat, et le débit de la pompe, peut être représentée graphiquement par un faisceau de droites pas-

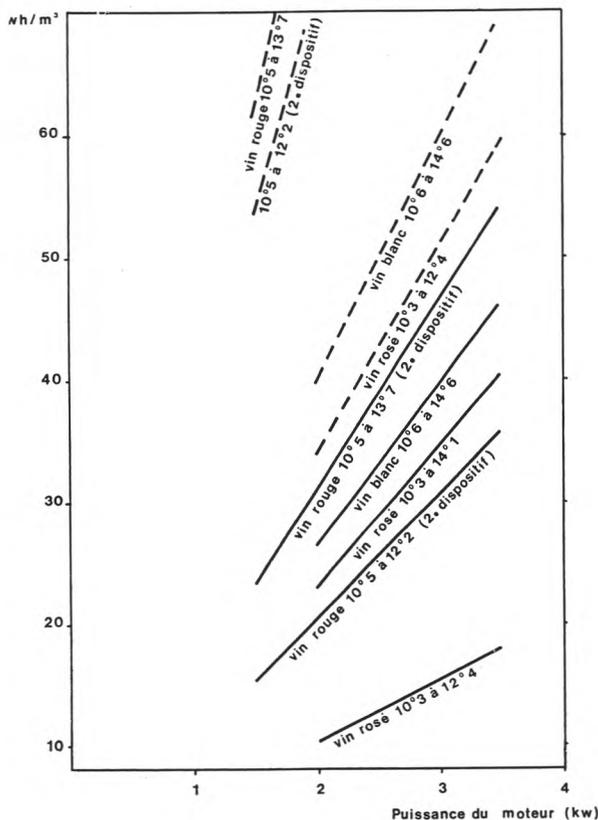


fig. 7

Energie consommée, rapportée au m^3 de vin concentré et au m^3 de perméat, en fonction de la puissance du moteur.

sant par l'origine et dont les pentes dépendent de l'intervalle de variation du degré alcoométrique et du dispositif utilisé (fig. 6). On obtient également un réseau de droites en représentant graphiquement la variation de l'énergie consommée par le moteur en fonction de sa puissance (fig. 7).

Comme on peut le constater sur la figure, l'énergie consommée par un moteur de puissance donnée pour recueillir 1 m^3 de vin concentré, est d'autant plus élevée que l'intervalle de variation du degré alcoométrique est plus étendu.

DISCUSSION ET CONCLUSIONS

La pression osmotique des vins étant élevée, supérieure à 50 bars pour un vin titrant 10° à 11° et de l'ordre de 70 bars pour un vin titrant 14°, il est normal que le débit moyen de perméat ne soit pas élevé pour une pression de travail de 80 bars. On observe une diminution relativement modérée du débit moyen de perméat lorsque la teneur en alcool du vin augmente de 2° à 3°. Cette diminution s'accompagne d'une augmentation de la teneur en alcool du perméat qui reste cependant inférieur à 3° dans le cas du vin rosé et atteint respectivement 3,6° et 4° pour les perméats du vin rouge et du vin blanc. La différence pourrait provenir de ce que ces vins sont plus riches, que le vin rosé, en substances qui contribuent à augmenter la pression osmotique. Des analyses des différents constituants des vins permettront peut-être d'expliquer cette différence de comportement. Dans la mesure où l'on ne désire pas travailler à des pressions supérieures à 80 bars, il est donc préférable, pour éviter un passage excessif d'alcool dans le perméat, d'augmenter modérément la teneur en alcool du rétentat. En ce qui concerne cet aspect, les résultats obtenus à partir du deuxième dispositif sont plus intéressants, car la teneur en alcool du perméat de vin rouge est restée inférieure à 2,5°. Un essai semblable, effectué avec le même dispositif sur un vin rouge dont le titre est passé de 9,7° à 12,5°, a permis de maintenir la teneur en alcool du perméat en-dessous de 2°. Ceci montre bien qu'il y a lieu d'éviter à ce que la pression osmotique du rétentat soit trop près de la pression exercée par la pompe. Dans la pratique, on devrait pouvoir respecter cette condition, puisque la législation en France ne permet pas d'augmenter le titre des vins légers de plus de 2°.

L'augmentation de la teneur en alcool du vin s'accompagne de la concentration de la plupart de ses autres constituants. Ceci a été mis en évidence au Laboratoire du Pr Galzy (E.N.S.A. de Montpellier) par des analyses d'échantillons de vins concentrés. Les résultats de ces analyses se présentent dans l'ensemble assez favorablement et feront l'objet d'une publication ultérieure.

Les résultats obtenus au cours de ce travail nous conduisent à conclure que la concentration des vins légers par osmose inverse est techniquement faisable.

Nous estimons cependant qu'il sera nécessaire de poursuivre les essais à une plus grande échelle à la fois pour mieux connaître l'incidence d'un tel traitement sur les propriétés analytiques et organoleptiques du vin et pour permettre une évaluation plus précise de son coût de revient.
