

MAÎTRISE DES GAZ AU CONDITIONNEMENT : INTÉRÊT DES CONTACTEURS MEMBRANAIRES

• Jean-Claude VIDAL •

POURQUOI GÉRER LES GAZ DISSOUS ?

CO₂ support majeur de la qualité sensorielle des vins, même < 500 mg/L

- Produit en grande quantité pendant la FA
- Quantité décroît durant les traitements et l'élevage du vin
→ quantité variable à l'embouteillage.

O₂ facteur majeur de l'évolution des vins

- Oxydo-reductions → + O₂ → qualité des vins
- Protéger les vins blancs et rosés à boire jeune
- Si + 2 mg/L O₂ →  SO₂. arômes. couleur
- Conditionnement (bouteilles. BIB. tubes...) = phase critique

OBJECTIFS INDUSTRIELS O₂ et CO₂

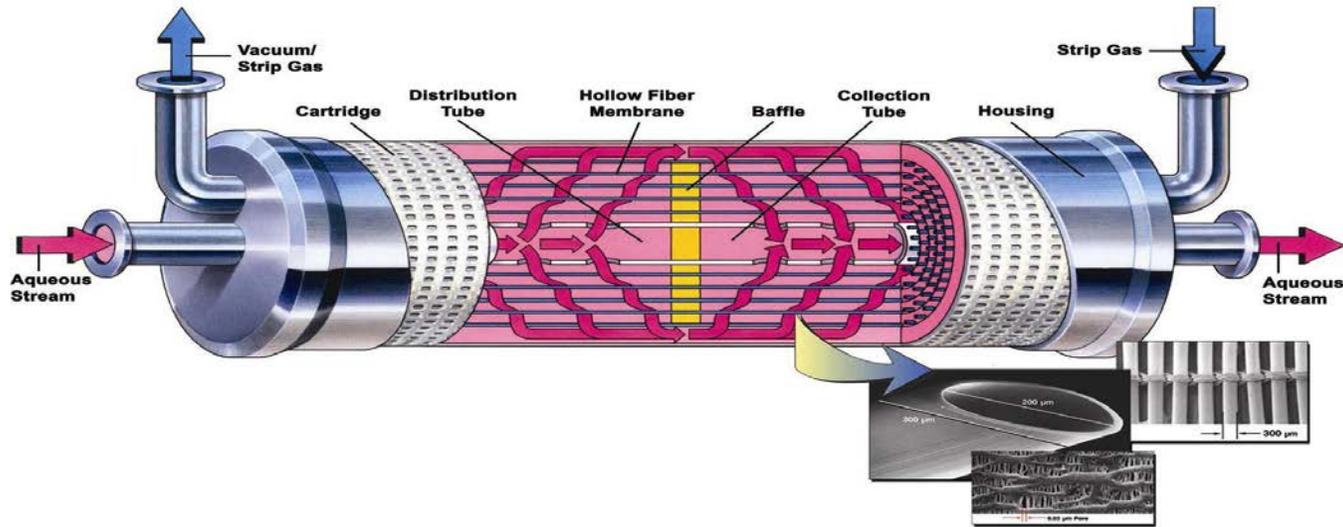
Cuve de tirage

- Réduire DO₂ < 0.5 mg/L
- Ajuster DCO₂
entre 300 et 1500 mg/L
± 100-200
f(type vin)

Bouteille obturée

- O₂ total = DO₂ + HSO₂
TO < 2 mg/bouteille
- CO₂ dissous ajusté
f(type vin)
- Diminuer **hétérogénéité** (σ) des 2 gaz

CONTACTEUR MEMBRANAIRE, QU'ES AQUÒ ?



Membrane assemblage tissé de fibres creuses hydrophobes

Lumen side vide ou/et gaz

Shell side vin

Pilote manuel WineBrane
40 hL/h
Liqui-cel 4x28 X50 20m²

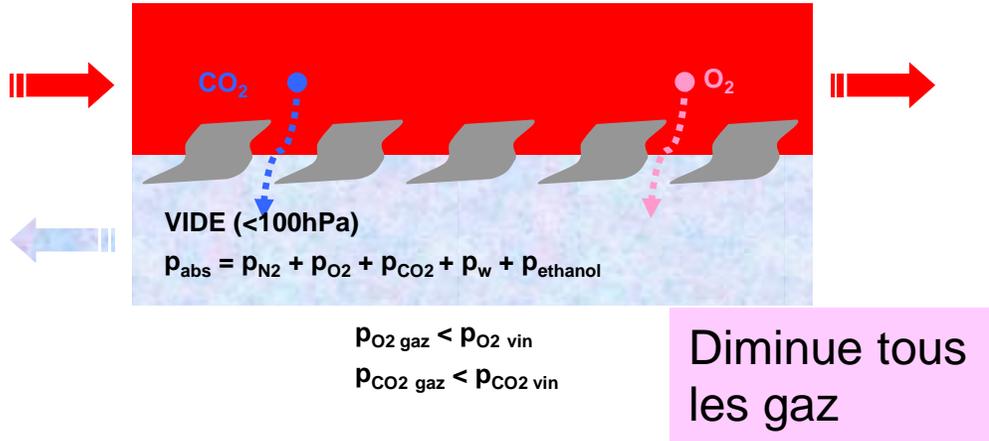
Admis par OIV et autorisé par UE
Agrément alimentaire US FDA
Agrément UE sous responsabilité utilisateur

En amont ou en aval cuve tirage
De cuve à cuve, au chai
Sur vins filtrés

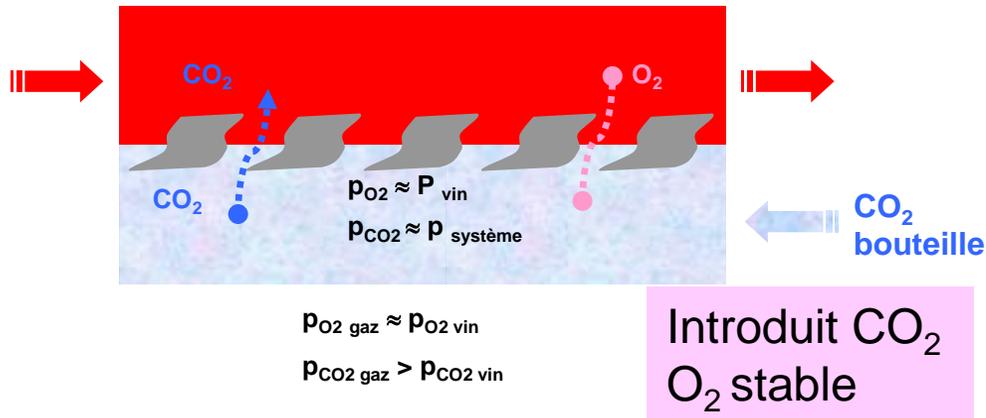
4 MODES OPÉRATOIRES

Avant travaux INRA

Vide

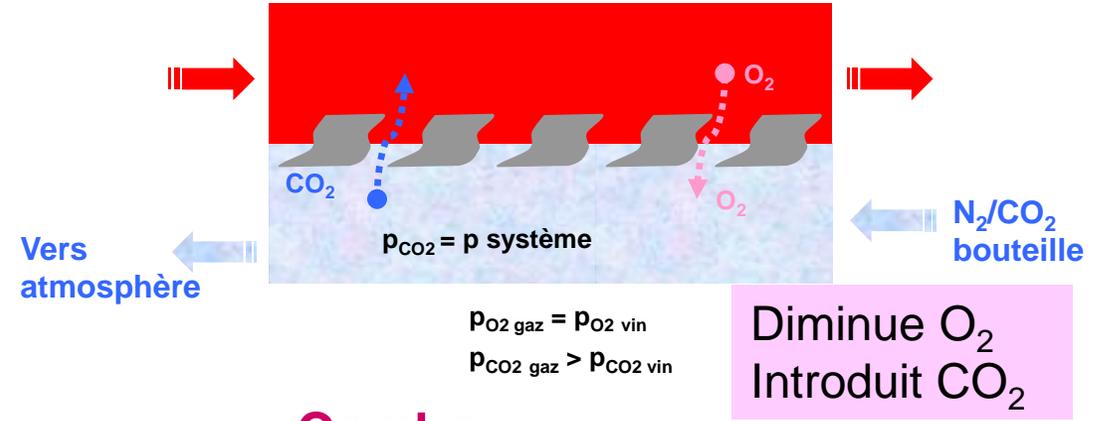


Carbonication

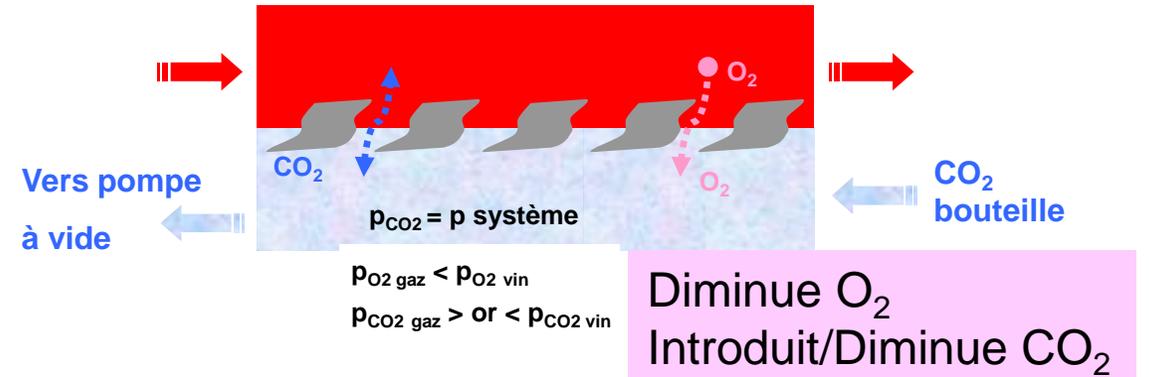


INRA, 2009 et 2010

Strip



Combo



COÉFFICIENT DE TRANSFERT

Principales équations pour évaluer

- Efficacité du transfert

$$k_L = \frac{F_L}{\Delta C_{LM}} = \frac{\text{Flux} \left[\frac{\text{mol}}{\text{m}^2 \text{s}} \right]}{\text{concentration difference} \left[\frac{\text{mol}}{\text{m}^3} \right]}$$

- Résistance

$$R_{Total} = \frac{\Delta C_{LM}}{F_L}$$

- Différence logarithmique moyenne

$$\Delta C_{LM} = \frac{(c_{\text{liquid in}} - c_{\text{gas out}}) - (c_{\text{liquid out}} - c_{\text{gas in}})}{\ln \left[\frac{(c_{\text{liquid in}} - c_{\text{gas out}})}{(c_{\text{liquid out}} - c_{\text{gas in}})} \right]}$$

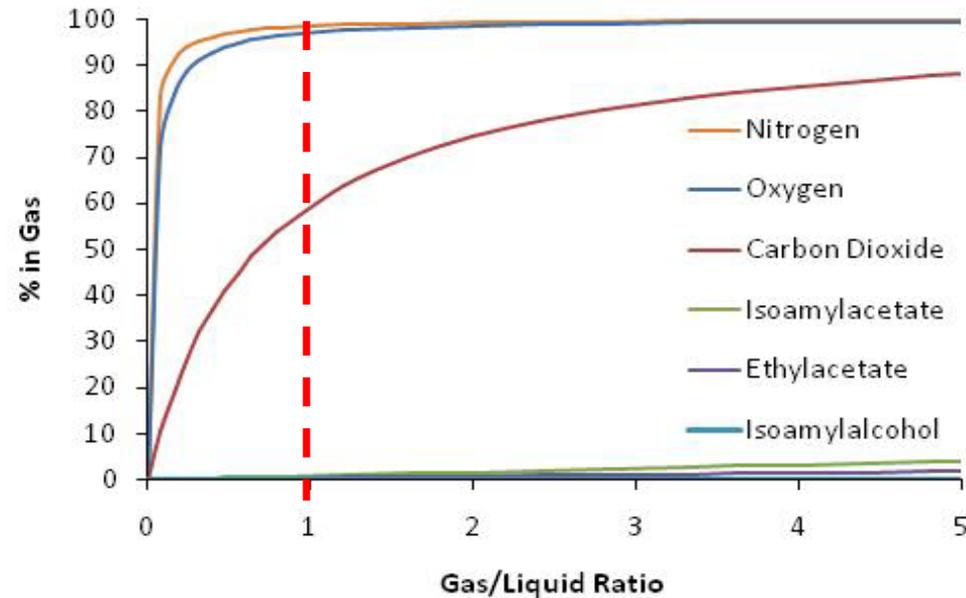
avec $c_i^* = \frac{p_i^*}{H_i}$

SOLUTIONS MODÉLES

19 traitements
(vide, carbo, strip, combo)

10 hL solution modèle :
12% vol pH : 3,30 + 5 gATH₂/L
+ 4 esters + 2 alcools supérieurs

Composé	Coefficient de Partage
N ₂	62,0
O ₂	32,2
CO ₂	1,46
Ethylhexanoate	0,00885
Isoamylacetate	0,00821
Ethylacetate	0,00373
Ethanol	0,00026
Isoamylalcohol	0,00017
H ₂ O	0,00003
Acetic acid	0,00001
Lactic acid	5,84x10 ⁻¹⁰
Tartaric acid	4,09x10 ⁻²⁰



Pas de perte significative au ratio G/L utilisé (< 1)



PILOTAGE

Traitement mode COMBO avec CM

- le plus adapté aux besoins en oenologie
- Gaz vecteur 100% CO₂
- Mesure de [CO₂] dissous
- Détermination de [CO₂] cible en mg/L
- Réglage pression du gaz vecteur (CO₂)
= f(solubilité max. CO₂)
- Réglage du débit de CO₂
→ Pour enlever 90% O₂ initial

Contrôle des paramètres par
carbodoseur, manomètre, débitmètre gazeux et liquide



APPORTS EN O₂

APPORTS CUMULÉS O₂ DISSOUS



Réception par pompage	0,05 à 1 mg/L	←
Clarification	0,1 à 2,2 mg/L	←
Stabilisation tartrique	0,6 à 4 mg/L	←
Conditionnement bouteille ou BIB	0,4 à 3,9 mg/L	←
TOTAL	1,15 à 11,1 mg/L	

CM

APPORT O₂ GAZEUX



Espace de tête bouteille	0,2 à 5 mg/L
--------------------------	--------------



PRINCIPALES UTILISATIONS

MODE CM	Effet sur CO ₂	Déoxygénation	OPERATIONS
Vide	Réduction	Très efficace	<ul style="list-style-type: none"> • Avant transport en flexitank • Avant élevage en barrique ou en cuve
Strip N ₂	Réduction	Très efficace	<ul style="list-style-type: none"> • Avant transport en flexitank • Avant élevage en barrique ou en cuve
Carbo CO ₂	Augmentation	Inefficace	<ul style="list-style-type: none"> • Vin perlant, frizzante, perlwein (tireuse isobarométrique)
Strip CO ₂	Augmentation → solubilité max.	Efficacité moyenne à bonne	<ul style="list-style-type: none"> • Vin perlant, frizzante, perlwein (tireuse isobarométrique)
Combo CO ₂	Ajustement f(pression)	Très efficace	<ul style="list-style-type: none"> • Avant transport en citerne • Stockage longue durée vins blancs et rosés • Mise en bouteille vins tranquilles • Mise en BIB (CO₂ max ≈ 900 mg/L)

CM vs INJECTEUR FRITTÉ

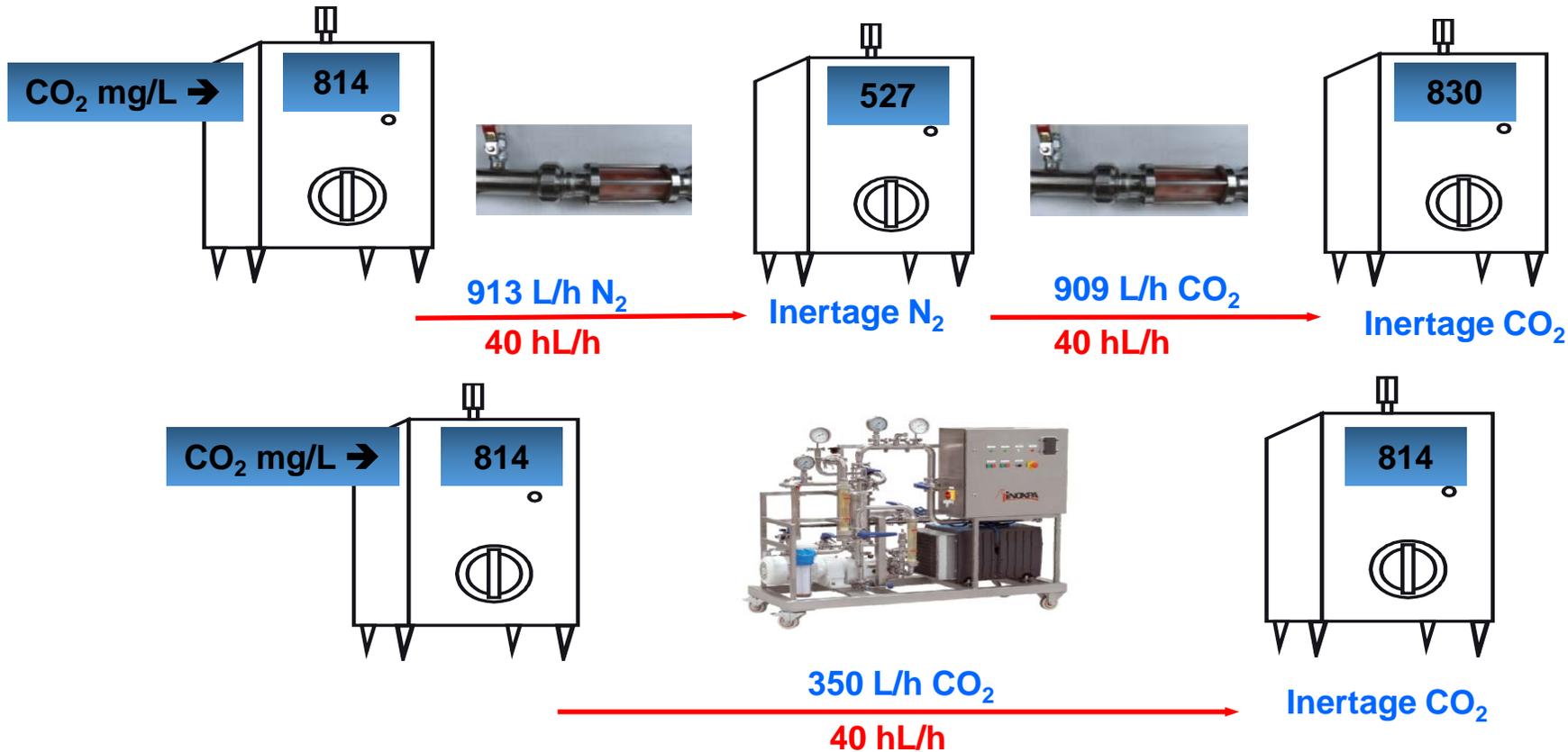
- Injecteur fritté
 - Besoin 2 passages
 - 1^{er} pour enlever O₂
 - 2^{ème} pour ajuster CO₂
- CM (WineBrane, 40 hL/h)
 - Gestion exacte O₂ et CO₂ en 1 seul passage



CM vs INJECTEUR FRITTÉ

Rosé

Objectifs : O₂ 0.8 → 0.4 mg/L - CO₂ 800 mg/L



Conso. totale de gaz
0,31 L N₂ / L vin
0,28 L CO₂ / L vin

Conso. totale de gaz
0,14 L CO₂ / L vin

- Pas de perte significative en éthanol, esters et alcools supérieurs
- Pas d'impact sensoriel (test triangulaire)

COMPARAISON COÛTS*

* D'après Schmidt et Waidelich, 2007

**Techniques classiques
(injecteur gaz, carbofresh)**



2,00 €/hL

Y compris consommation CO₂ et N₂, chauffage, refroidissement, main d'oeuvre et lavage cuves et tuyaux

CM



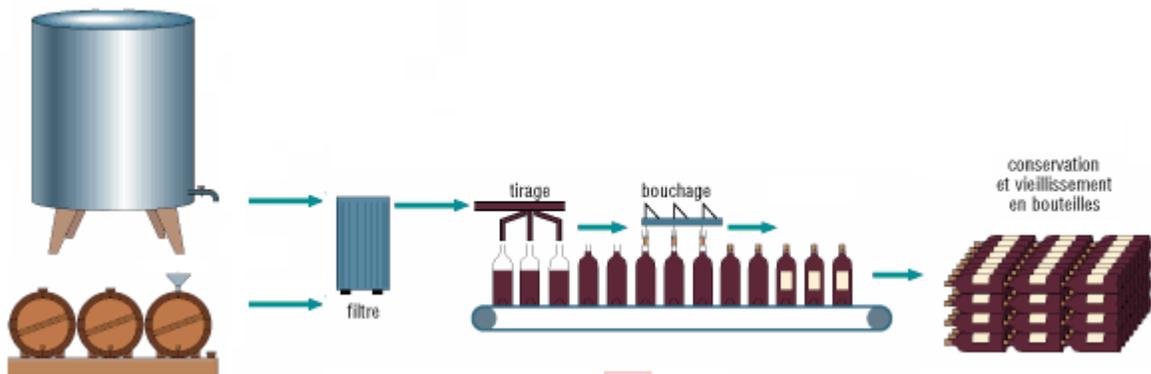
1,50 €/hL (OenoMem manuel)

1,25 €/hL (OenoMem automatisé)

Y compris consommation CO₂, main d'oeuvre et lavage tuyaux

FUI MO₂VE

Maîtriser l'O₂ dans le Vin au cours de l'Elevage jusqu'à la conservation
2015 - 2019



Lot 3

Maîtrise des gaz dissous au conditionnement par contacteur membranaire

SOUTIEN FINANCIER



bpi**france**



RÉGION
AQUITAINE



REGION
Poitou
Charentes
la démocratie participative



PARTENAIRES INDUSTRIELS & LABORATOIRES



innovin
Bordeaux Aquitaine

LABELISÉ PAR



Qualiméditerranée



FUI MO₂VE – Lot 3 Maîtrise des gaz dissous au conditionnement

TRAVAUX ANTERIEURS

2009-2013

Expérimentations à UEPR sur pilote INOXPA et sur CM on line Condinnov
→ Mode COMBO (vide partiel + CO₂)
pour réduction O₂ et ajustement CO₂ en 1 seul passage

OBJECTIFS LOT 3

2015-2019

Développer nouvelle membrane **alimentaire** mieux adaptée au vin
(filtrabilité, nettoyage)

Conception et pilotage contacteur membranaire pour la gestion exacte et
simultanée de O₂ et CO₂ au conditionnement des vins

FUI MO₂VE – Lot 3 Maîtrise des gaz dissous au conditionnement

- **Tâche 3.1 (LGC)** Elaboration des matériaux membranaires et leur caractérisation T0 à 24 mois
- **Tâche 3.2 (ISVV)** Etude des performances du contacteur membranaire à l'échelle pilote (labo) T6 à 30 mois (Sept 2015)
- **Tâche 3.3 (Polymem)** Fabrication des membranes et modules T6 à 24 mois (Sept 2015)
- **Tâche 3.4 (INRA)** Mise en place et validation de l'appareillage à l'échelle industrielle T24 à 42 mois (mars 2017)
- **Tâche 3.5 (Paetzold)** Mise en place et validation de l'appareillage chez les end-users 30 à 48 mois (sept 2017)

EN QUOI LE CM RÉPOND AUX ÉVOLUTIONS DE LA CONSOMMATION ?

- Maîtrise O₂ et CO₂ → Qualité et DLUO ↗
- Réduction sulfites → Bon pour le goût et la santé
- Économie de gaz neutre → Bon pour la planète
- Ajustement CO₂ possible au delà de 2 g/L → Nouveaux débouchés (frizzante, perlwein...)

CONCLUSIONS

- La technologie CM → réel progrès pour la gestion des gaz dissous
- Importance de la composition du gaz vecteur et de sa pureté sur le transfert
- Le mode COMBO permet d'ajuster le CO₂ et de désoxygéner efficacement en 1 seul passage en contrôlant pression et débit gaz
- Production de vins perlants et frizzantes directement en ligne
- Les pertes dans les autres composés mesurés sont négligeables au cours du traitement

CONCLUSIONS

- Le CM est + efficace et - gourmand en gaz que l'injecteur fritté pour 1 objectif identique
- Après traitement par CM → protection stricte vis à vis de O₂ en aval (inerteuse bouteilles, headspace...)
- Pour vins rouges → diminuer CO₂ juste avant mise en bouteille, BIB ou micro oxygenation
- Conditionnement en BIB → gestion des gaz dissous avant tirage (CO₂ 1 g/L max.) et réduire au maximum volume headspace
- Désalcoolisation partielle → réduction teneur en alcool (-20% max.)

QUELQUES RÉFÉRENCES INRA UEPR

- VIDAL J.C., VIDAL VILA M., WAIDELICH G. Exact Management of Dissolved Gases of Wines by Membrane Contactor. 33th World Congress of Vine and Wine, PII 01 29P, Tbilissi, juin 2010
- BLANK A., VIDAL J.C. Development of a Membrane Contactor for the Exact Management of Dissolved Gases. 9th International Symposium of Oenology, Bordeaux 16 juin 2011. Eds. Dunod Paris 2012, 729-734
- VIDAL J.C., DEVIC E., DELL'OVA F. Bottling of Small Volumes of Experimental Wines with Precise Management of Dissolved Gases. 35th World Congress of Vine and Wine, Izmir, 20 juin 2012
- BLANK A., VIDAL J.C. Savoir-faire : Utilisation d'un contacteur membranaire pour la gestion exacte des gaz dissous. Revue Française d'Oenologie, 2013, 261, 7-12
- WAIDELICH G, VIDAL J.C. Eight years of experiences in gas management in wine with membrane contactors. Mempro 5, Toulouse, 9 avril 2014

MERCI POUR VOTRE ATTENTION