

ESCOLA TÈCNICA SUPERIOR D'ENGINYERIA AGRÀRIA

UNIVERSITAT DE LLEIDA



Universitat de
Registre

19 DES. 1997

E: 7260

S:

LA FILTRACIÓN TANGENCIAL EN EL TRATAMIENTO DE VINOS

T E S I S D O C T O R A L

PRESENTADA POR:

Margarita Vilavella Araujo
Ingeniero Agrónomo

DIRIGIDA POR:

Albert Ibarz Ribas
Dr. en Ciencias Químicas

Lleida, diciembre de 1997

(043)11978 V.L

1600136018 ↓

ESCOLA TÈCNICA SUPERIOR D'ENGINYERIA AGRÀRIA

UNIVERSITAT DE LLEIDA

LA FILTRACIÓN TANGENCIAL EN EL TRATAMIENTO DE VINOS



T E S I S D O C T O R A L

PRESENTADA POR:

Margarita Vilavella Araujo
Ingeniero Agrónomo

DIRIGIDA POR:

Albert Ibarz Ribas
Dr.en Ciencias Químicas

Lleida, diciembre de 1997

CU 491 ↓

AGRADECIMIENTOS

Los primeros agradecimientos de la autora de esta tesis es para las empresas españolas que representan a los fabricantes de equipos de microfiltración tangencial y en particular al Sr. José Mosquera de Rohm & Haas que suministró el equipo de microfiltración tangencial Romicon®; a la Sra. María José Cadenas de Seitz Ibérica que cedió para esta experiencia el equipo Seitz Microflow® y al Sr. Pere Canals que facilitó el seguimiento de la filtración del equipo Vaslin Bucher.

A las bodegas colaboradoras: Dalmau Hnos. de Tarragona, Vega de Ribes de Sant Pere de Ribes, Berger y Vins Font de Vilafranca del Penedés también mis agradecimientos porque fueron las que proporcionaron los vinos a filtrar y sus instalaciones para poder efectuar las filtraciones.

Al Sr. Albert Ibarz director de esta tesis, que con sus consejos, sus recomendaciones y las facilidades que me dió para efectuar las correcciones me han permitido presentar este trabajo.

No puedo dejar de señalar mi agradecimiento a las señoras Paquita Sánchez y Carme Tous de la Universitat de Lleida que sin su estimable ayuda no hubiese podido cumplir los requisitos administrativos.

Un agradecimiento muy especial a mis compañeros del Institut Català de la Vinya i el Vi, que trabajan en la Estación de Viticultura y Enología de Reus y Vilafranca del Penedés, que han cooperado cada uno con su grano de arena a que yo pudiera

recorrer este camino y llegar al día de la presentación de esta tesis ante un Tribunal.

Mi sincero y sentido reconocimiento para el Albert Gonzalo por su gran ayuda en la solución cromatográfica de los coloides.

Y por último, a Jaime por su paciencia para soportar el abandono a que lo he sometido para poder acabar esta tesis, y también por su ayuda en la corrección del escrito.

RESUMEN

RESUMEN

El objetivo de este trabajo ha sido la experimentación con distintos equipos industriales de microfiltración tangencial y probarlos con diferentes tipos de vino para determinar el efecto de este sistema de filtración en los vinos filtrados.

Ha habido una evolución en el diseño y funcionamiento de los equipos de microfiltración tangencial. Desde el primer equipo utilizado en el año 1992, se han ido incorporando mejoras, en el segundo del año 1993 y en el tercero del año 1996. Cada año ha aportado nuevas prestaciones en los equipos filtrantes.

En cuanto al funcionamiento de los equipos de microfiltración tangencial se ha pasado de incorporar todo el concentrado en el depósito pulmón del vino a filtrar caso Romicon®, a mezclar el vino a filtrar con un porcentaje pequeño de concentrado (entre el 1% al 1,5%) según el tipo de vino, en los modelos de Seitz y de Vaslin Bucher.

Otra mejora en los equipos de microfiltración tangencial ha sido en el aspecto de la limpieza de las membranas. La posibilidad de limpiar la membrana sin necesidad de parar la filtración, ya sea con el sistema de parada de la bomba de recirculación por cinco segundos cada veinte minutos en el equipo Seitz o por el sistema de retrofiltración y enjuagues intermedios en el equipo Vaslin Bucher.

Se ha adoptado el criterio expresado en diferentes trabajos de que la microfiltración tangencial no tiene ningún efecto

negativo sobre los parámetros físico-químicos que controlan la calidad de los vinos.

La calidad de limpidez obtenida en una sola filtración es buena entre brillante y clara, dependiendo del tipo de vino a filtrar y las características del aparato.

En la actualidad las ventajas de la microfiltración tangencial en el sector enológico son:

- a) el respeto por el medio ambiente, al no producir residuos contaminantes.
- b) la total automatización de su funcionamiento.
- c) la mínima merma de vino.
- d) la eliminación de los coadyuvantes de filtración.
- e) la simplificación de los distintos procesos de filtración quedando reducido a un solo proceso: la microfiltración tangencial.

Como desventaja, el coste inicial del equipo de microfiltración tangencial respecto a filtros de tierra, de placas o cartuchos.

ÍNDICE

I. INTRODUCCIÓN

1. GENERALIDADES.....	1
2. BREVE RESEÑA HISTÓRICA DE LA FILTRACIÓN.....	2
3. LA FILTRACIÓN.....	4
3.1 El medio filtrante.....	7
3.1.1 Porosidad.....	7
3.1.2 Permeabilidad.....	8
3.2 El medio dispersante.....	10
3.2.1 Viscosidad.....	10
3.2.2 Tensión superficial.....	10
3.3 Ecuación de la filtración.....	12
3.4 El material en suspensión.....	13
3.4.1 Naturaleza de los turbios.....	13
3.4.2 Los compuestos coloidales presentes en el vino y la filtración.....	16
3.4.3 Expresión del contenido de turbios en un vino (Turbidez).....	21
4. LA FILTRACIÓN TANGENCIAL.....	23
4.1 Factores que influyen en la filtración tangencial.....	29

4.2 Elementos de la filtración tangencial....	33
4.2.1 Las membranas.....	33
4.3 Ecuaciones modelos de la filtración tangencial	51
4.3.1 Factores que afectan el flujo y la tasa de retención.....	56
 5. PRÁCTICAS ENOLÓGICAS PARA LA CLARIFICACIÓN Y ESTABILIZACIÓN DE LOS VINOS.....	 59
 6. REPERCUSIONES DE LA MICROFILTRACIÓN TANGENCIAL EN EL PROCESO DE ELABORACIÓN DE VINOS Y OTROS PRODUCTOS CON BASE DE UVA.....	 61
 II. OBJETIVOS.....	 91
 III. PLAN DE TRABAJO.....	 93
 IV. MATERIAL Y MÉTODOS.....	 95
 1. DESCRIPCIÓN DE LOS EQUIPOS DE MICROFILTRACIÓN TANGENCIAL UTILIZADOS EN ESTE ESTUDIO.....	 98
1.1 Filtro Romicon® Modelo WF2 de Rohm & Haas.	98
1.2 Filtro Seitz Microflow® Modelo SX-04 de Seitz Filter Werke.....	104
1.3 Filtro Modelo FM60 de Vaslin Bucher.....	114

2. MATERIA PRIMA.....	121
2.1 Vinos.....	121
2.1.1 Vinos de la bodega Dalmau Hnos.....	121
2.1.1.1 Vinos de la filtración del año 1992	122
2.1.1.2 Vinos de la filtración del año 1993	123
2.1.2 Vinos de la bodega Vega de Ribes, S.L..	123
2.1.2.1 Vinos de la filtración del año 1992	124
2.1.2.2 Vinos de la filtración del año 1993	124
2.1.3 Vinos de la bodega Berger, S.L.....	125
2.1.3.1 Vinos de la filtración del año 1996	125
2.1.4 Vinos de la bodega Vins Font.....	126
2.1.4.1 Vinos de la filtración del año 1996	127
3. CARACTERIZACIÓN ANÁLITICA DE LOS VINOS.....	128
3.1 Criterios enológicos usuales de evaluación de la calidad de la técnica de microfiltración tangencial.....	128
3.1.1 Turbidez.....	128
3.1.2 Índice de colmatación.....	129
3.1.3 Características cromáticas.....	131
3.1.4 Compuestos polifenólicos.....	133
3.1.4.1 Polifenoles totales...	133
3.1.4.1.1 Índice Folin Ciocalteu	134
3.1.4.1.2 Método espectrofotomé- trico U.V.....	135
3.1.4.2 Catequinas.....	136

3.4.1.3 Leucoantocianos o proantocianidinas....	137
3.1.5 Nitrógeno total.....	139
3.1.6 Test de oxidación para vinos blancos	141
3.2 Análisis de coloides polisacáridos por Cromatografía Líquida de Alta Resolución..	143
4. PAUTA PARA EL CÁLCULO DEL COSTE ECONÓMICO DE LA MICROFILTRACIÓN TANGENCIAL EN VINOS.....	150
V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	151
1. FILTRACIONES.....	153
1.1 Experiencias realizadas con el filtro de la marca Romicon®.....	153
1.1.1 Vino Moscatel.....	153
1.1.2 Vino blanco de Vilarrodona.....	158
1.1.3 Vino rosado de Brafim (partida 1)...	163
1.1.4 Vino rosado de Brafim (partida 2)...	167
1.1.5 Vino tinto (El Masroig).....	172
1.2 Experiencias realizadas con el filtro Seitz- Microflow® SX-04.....	178
1.2.1 Vino rosado.....	178

1.2.2	Vino blanco de Vilarrodona.....	183
1.2.3	Vino Moscatel.....	189
1.2.4	Vino blanco Dalmau.....	194
1.3	Experiencias realizadas con el filtro	
	Vaslin Bucher.....	200
1.3.1	Vino blanco en rama.....	200
1.3.2	Vino blanco en rama.....	205
1.3.3	Vino tinto doble pasta "Jumilla"...	210
1.3.4	Vino blanco primeras FC.....	216
1.3.5	Vino blanco de mesa.....	221
1.3.6	Vino rosado dulce.....	226
1.3.7	Vino blanco.....	231
1.3.8	Vino blanco Mancha.....	235
1.3.9	Vino tinto mesa.....	239
1.3.10	Vino blanco mesa Penedés.....	244
1.4	Comportamiento de los equipos de microfiltración tangencial utilizados....	250
1.5	Los coloides polisacáridos del vino y la microfiltración tangencial.....	270
1.6	Estudio comparativo de costes del tratamiento de microfiltración tangencial y la filtración por tierras.....	279
VI.	CONCLUSIONES.....	283
VII.	RECOMENDACIONES.....	285
VIII.	BIBLIOGRAFÍA.....	286

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura nº1. Comparación de los sistemas de filtración frontal y tangencial.....	24
Figura nº2. Límites de las técnicas de filtración....	25
Figura nº3. Colmatación y tamaño de las partículas...	31
Figura nº4. Modelo de módulo de placa.....	38
Figura nº5. Modelo de módulo de fibra hueca.....	39
Figura nº6. Modelo de módulo en espiral.....	40
Figura nº7. Modelo de módulo cerámico.....	41
Figura nº8. Capa de polarización de concentración....	44
Figura nº9. Diagrama de funcionamiento del equipo Romicon®.....	101
Figura nº10. Sistema filtros Seitz-Microflow®.....	107
Figura nº11. Panel de control de la planta de MFT Seitz	109
Figura nº12. Panel de mando del filtro FM60.....	115
Figura nº13. Esquema de funcionamiento del modelo FM60.	120
Figura nº14. Representación cromatográfica de los patrones.....	147
Figura nº15. Representación gráfica de las concentraciones.....	149
Figura nº16. Gráfico de la evolución de caudal y de los litros parciales filtrados. Vino 1.1.1	154
Figura nº17. Gráfico de la evolución de la temperatura del vino durante la filtración. Vino 1.1.1	155
Figura nº18. Test de oxidación del vino blanco 1.1.2	161
Figura nº19. Gráfico de la evolución de caudal y de los litros parciales filtrados. Vino 1.1.2	159
Figura nº20. Gráfico de la evolución de la temperatura del vino durante la filtración. Vino 1.1.2	160
Figura nº21. Gráfico de la evolución de caudal y de	

	los litros parciales filtrados. Vino 1.1.3	164
Figura nº22.	Gráfico de la evolución de la temperatura del vino durante la filtración. Vino 1.1.3	165
Figura nº23.	Gráfico de la evolución de caudal y de los litros parciales filtrados. Vino 1.1.4	168
Figura nº24.	Gráfico de la evolución de la temperatura del vino durante la filtración. Vino 1.1.4	169
Figura nº25.	Gráfico de la evolución de caudal y de los litros parciales filtrados. Vino 1.1.5	173
Figura nº26.	Gráfico de la evolución de la temperatura del vino durante la filtración. Vino 1.1.5	174
Figura nº27.	Gráfico de la evolución de caudal de los vinos filtrados por el equipo Romicon..	177
Figura nº28.	Gráfico de la evolución de la temperatura de los vinos filtrados por el equipo Romicon	177
Figura nº29.	Gráfico de la evolución de caudal y de los litros parciales filtrados. Vino 1.2.1	179
Figura nº30.	Gráfico de la evolución de la temperatura del vino durante la filtración. Vino 1.2.1	180
Figura nº31.	Test de oxidación vino blanco 1.2.2	187
Figura nº32.	Gráfico de la evolución de caudal y de los litros parciales filtrados. Vino 1.2.2	184
Figura nº33.	Gráfico de la evolución de la temperatura del vino durante la filtración. Vino 1.2.2	185
Figura nº34.	Gráfico de la evolución de caudal y de los litros parciales filtrados. Vino 1.2.3	190
Figura nº35.	Gráfico de la evolución de la temperatura del vino durante la filtración. Vino 1.2.3	191
Figura nº36.	Gráfico de la evolución de caudal y de los litros parciales filtrados. Vino 1.2.4	196
Figura nº37.	Gráfico de la evolución de la temperatura	

	del vino durante la filtración. Vino 1.2.4	197
Figura n°38.	Gráfico de la evolución de caudal de los vinos filtrados por el equipo Seitz...	199
Figura n°39.	Gráfico de la evolución de la temperatura de los vinos filtrados por el equipo Romicon	199
Figura n°40.	Gráfico del caudal instantáneo y medio. Vino 1.3.1.....	201
Figura n°41.	Gráfico de los hectólitros parciales filtrados. Vino 1.3.1.....	202
Figura n°42.	Gráfico del caudal instantáneo y medio. Vino 1.3.2.....	206
Figura n°43.	Gráfico de los hectólitros parciales filtrados. Vino 1.3.2.....	207
Figura n°44.	Gráfico del caudal instantáneo y medio. Vino 1.3.3.....	211
Figura n°45.	Gráfico de los hectólitros parciales filtrados. Vino 1.3.3.....	212
Figura n°46.	Gráfico del caudal instantáneo y medio. Vino 1.3.4.....	217
Figura n°47.	Gráfico de los hectólitros parciales filtrados y temperatura del vino. Vino 1.3.4	218
Figura n°48.	Gráfico del caudal instantáneo y medio. Vino 1.3.5.....	222
Figura n°49.	Gráfico de los hectólitros parciales filtrados. Vino 1.3.5.....	223
Figura n°50.	Gráfico del caudal instantáneo y medio. Vino 1.3.6.....	227
Figura n°51.	Gráfico de los hectólitros parciales filtrados. Vino 1.3.6.....	228
Figura n°52.	Gráfico del caudal instantáneo y medio. Vino 1.3.7.....	232

Figura nº53. Gráfico de los hectólitros parciales filtrados. Vino 1.3.7.....	233
Figura nº54. Gráfico del caudal instantáneo y medio. Vino 1.3.8.....	236
Figura nº55. Gráfico de los hectólitros parciales filtrados y temperatura del vino. Vino 1.3.8	237
Figura nº56. Gráfico del caudal instantáneo y medio. Vino 1.3.9.....	240
Figura nº57. Gráfico de los hectólitros parciales filtrados. Vino 1.3.9.....	241
Figura nº58. Gráfico del caudal instantáneo y medio. Vino 1.3.10.....	245
Figura nº59. Gráfico de los hectólitros parciales filtrados. Vino 1.3.10.....	246
Figura nº60. Comparación de la evolución del caudal medio de diferentes vinos blancos para el equipo Vaslin Bucher.....	250
Figura nº61. Curva teórica y real del vino 1.3.1...	252
Figura nº62. Curva teórica y real del vino 1.3.2...	253
Figura nº63. Curva teórica y real del vino 1.3.4...	253
Figura nº64. Curva teórica y real del vino 1.3.5...	253
Figura nº65. Curva teórica y real del vino 1.3.7...	253
Figura nº66. Curva teórica y real del vino 1.3.8...	254
Figura nº67. Curva teórica y real del vino 1.3.10..	254
Figura nº68. Comparación de la evolución del caudal entre los equipos Romicon y Seitz para dos vinos blancos.....	255
Figura nº69. Curva teórica y real vino 91-R.....	256
Figura nº70. Curva teórica y real vino 92-S.....	257
Figura nº71. Gráfico de comparación de la evolución del caudal para el vino moscatel.....	258

Figura nº72. Curva teórica y real vino 91-R.....	259
Figura nº73. Curva teórica y real vino 92-S.....	259
Figura nº74. Cromatograma de coloides del vino merlot 91.....	272
Figura nº75. Cromatograma coloides vino Xarel.lo 92	273
Figura nº76. Cromatograma coloides vino Xarel.lo 91	274

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro nº1. Tabla de porosidades para distintos materiales filtrantes.....	8
Cuadro nº2. Tabla de permeabilidad de algunos medios filtrantes.....	9
Cuadro nº3. Partículas en suspensión en los vinos según su tamaño.....	14
Cuadro nº4. Partículas y macromoléculas de los vinos según sus características y tecnología del tratamiento.....	15
Cuadro nº5. Poder colmatante de las partículas del vino.....	16
Cuadro nº6. Tabla de turbidez expresada en mg de sílice por litro.....	21
Cuadro nº7. Intervalo de turbidez y aspecto del vino	22
Cuadro nº8. Lectura nefelométrica para distintos tipos de vinos y el aspecto de los vinos	22
Cuadro nº9. Vinos en distintos estadios de elaboración y lectura nefelométrica de la turbidez..	22
Cuadro nº10. Las diferentes técnicas de flujo tangencial	26
Cuadro nº11. Configuración de los módulos de filtración tangencial.....	42
Cuadro nº12. Naturaleza del material y tipo de módulos filtrantes.....	43
Cuadro nº13. Procedimientos de decolmatación utilizados en la microfiltración tangencial.....	49
Cuadro nº14. Resultados cromatográficos de los patrones.....	147
Cuadro nº15. Resultados del cálculo de los patrones de concentración para la cuantificación	148

Cuadro n°16.	Desarrollo de la filtración vino 1.1.1	153
Cuadro n°17.	Características analíticas vino 1.1.1	156
Cuadro n°18.	Desarrollo de la filtración vino 1.1.2	158
Cuadro n°19.	Características analíticas vino 1.1.2	161
Cuadro n°20.	Desarrollo de la filtración vino 1.1.3	163
Cuadro n°21.	Desarrollo de la filtración vino 1.1.4	167
Cuadro n°22.	Características analíticas vino 1.1.3 y 1.1.4.....	170
Cuadro n°23.	Desarrollo de la filtración vino 1.1.5	172
Cuadro n°24.	Características analíticas vino 1.1.5	175
Cuadro n°25.	Desarrollo de la filtración vino 1.2.1	178
Cuadro n°26.	Características analíticas vino 1.2.1	181
Cuadro n°27.	Desarrollo de la filtración vino 1.2.2	183
Cuadro n°28.	Características analíticas vino 1.2.2	186
Cuadro n°29.	Desarrollo de la filtración vino 1.2.3	189
Cuadro n°30.	Características analíticas vino 1.2.3	192
Cuadro n°31.	Desarrollo de la filtración vino 1.2.4	194
Cuadro n°32.	Características analíticas vino 1.2.4	195
Cuadro n°33.	Desarrollo de la filtración vino 1.3.1	200
Cuadro n°34.	Características analíticas vino 1.3.1	203
Cuadro n°35.	Desarrollo de la filtración vino 1.3.2	205
Cuadro n°36.	Características analíticas vino 1.3.2	208
Cuadro n°37.	Desarrollo de la filtración vino 1.3.3	210
Cuadro n°38.	Características analíticas vino 1.3.3	213
Cuadro n°39.	Desarrollo de la filtración vino 1.3.4	216
Cuadro n°40.	Características analíticas vino 1.3.4	219
Cuadro n°41.	Desarrollo de la filtración vino 1.3.5	221
Cuadro n°42.	Características analíticas vino 1.3.5	224
Cuadro n°43.	Desarrollo de la filtración vino 1.3.6	226
Cuadro n°44.	Características analíticas vino 1.3.6	229
Cuadro n°45.	Desarrollo de la filtración vino 1.3.7	231

Cuadro n°46. Características analíticas vino 1.3.7	234
Cuadro n°47. Desarrollo de la filtración vino 1.3.8	235
Cuadro n°48. Desarrollo de la filtración vino 1.3.9	239
Cuadro n°49. Características analíticas vino 1.3.9	242
Cuadro n°50. Desarrollo de la filtración vino 1.3.10	244
Cuadro n°51. Valores de la función de la evolución del caudal.....	252
Cuadro n°52. Valores de la función de la evolución del caudal.....	256
Cuadro n°53. Valores de la función de la evolución del caudal.....	259
Cuadro n°54. Resumen de las filtraciones efectuadas	261
Cuadro n°55. Resumen de los valores de turbidez de los vinos con los diferentes equipos utilizados.....	263
Cuadro n°56. Distribución y contenido de los coloides polisacáridos de los vinos (mg/l).....	271
Cuadro n°57. Distribución y contenido de los coloides polisacáridos de los vinos (en %).....	276
Cuadro n°58. Estudio económico filtro Vaslin Bucher	280
Cuadro n°59. Estudio económico filtro Seitz.....	281

I. INTRODUCCIÓN

I. INTRODUCCIÓN

1. GENERALIDADES

La limpidez es una de las características de un vino en la cual el consumidor plantea su primera exigencia. La falta de limpidez por presencia de un precipitado en la botella, o porque el vino se presenta turbio, provoca el rechazo por parte del consumidor, que la asocia rápidamente a la posibilidad de estar ante un vino alterado, o de calidad deficiente.

A veces la exigencia de la limpidez en los vinos es exagerada y se rechazan vinos de calidad por la presencia de cristales de tartrato que no tienen ninguna incidencia en las características organolépticas del producto.

La limpidez no sólo debe ser momentánea, sino que debe perdurar en el tiempo y en todo tipo de condiciones: temperatura, aireación, conservación. Debe ser una cualidad permanente.

En la elaboración de vinos, respecto a la limpidez, hay dos problemas técnicos:

- un problema de clarificación, de obtención de la limpidez
- un problema de estabilización, de conservación de la limpidez, de ausencia de depósito.

Ante este reto, la tecnología enológica recurre a la **filtración**, entre otros métodos, para solucionar uno de los problemas, o los dos a la vez, dependiendo de los tipos y calidad de los vinos (Gautier,1984;Seitz,1992).



2. BREVE RESEÑA HISTÓRICA DE LA FILTRACIÓN.

La filtración de vinos se practica desde tiempo inmemorial. Hay frescos y pinturas antiguas que describen la filtración de vinos, con sacos y paños de tela de algodón o lana. Esta operación la realizaban antes de introducir el vino en los depósitos de conservación o de expedición al público. En la Edad Media no aparece ninguna innovación en la filtración de los vinos, la tendencia se orienta a reemplazar la filtración por métodos de clarificación con productos tales como colas, albúmina de huevo, cola de pescado, sangre animal, etc. y luego una decantación prolongada en barricas. No es hasta el siglo XIX que aparecen los primeros filtros industriales:

- 1828 en Inglaterra, se pone en marcha el primer filtro industrial.
- 1847 en Alemania, primer filtro de aluvionaje
- 1914, primera filtración estéril de un líquido
- 1952, aparece el primer filtro de acero inoxidable.

La técnica de filtración tangencial se conoce desde hace tiempo, pero no es hasta 1970 que aparecen las primeras instalaciones industriales de ultrafiltración y de microfiltración.

Hacia el año 1920 se desarrollan las primeras membranas sintéticas de acetato de celulosa y nitrocelulosa. Estas membranas se aplicaron a la filtración de partículas pequeñas, principalmente a nivel de laboratorio. Se caracterizaban por su fuerte resistencia al paso del líquido a filtrar, por lo que los caudales eran muy bajos.

En los años de 1950 se perfeccionan las membranas con la disposición asimétrica de los poros y en disposición de menor a mayor diámetro de poro en el grosor de la membrana, con esto se logran caudales mayores.

Las primeras membranas de ultrafiltración verdaderamente eficaces se fabrican en el año 1963. Desde esa fecha se han ido perfeccionando tanto los equipos como las membranas a utilizar, con el consiguiente aumento de superficie filtrante con el sistema tangencial y del rendimiento (Gautier,1984; Ivaldi,1985).

3. LA FILTRACIÓN

Filtración: modo o procedimiento de clarificación.

La filtración es una técnica de separación de dos fases, una fase líquida y otra sólida, utilizando una pared porosa que constituye un medio filtrante, y que retiene la fase sólida. Al atravesar el medio filtrante el líquido se clarifica. El sólido disperso en el líquido queda retenido por el medio filtrante formando un estrato o capa que aumenta de espesor durante el desarrollo de la filtración y que irá sustituyendo a la pared porosa como elemento filtrante y pasando ésta a tener sólo una misión de soporte (Gautier, 1984; Simoni, 1991).

La filtración es una operación básica que se aplica en enología como un tratamiento indispensable para obtener vinos que tengan la máxima garantía de estabilidad de la limpidez. Se puede utilizar tanto para desbastar vinos turbios como para eliminar los cristales de tartrato después del tratamiento de frío o en el momento del embotellado.

El fin de la filtración es eliminar las sustancias en suspensión de tamaño grosero ($1-10^3\mu\text{m}$) y material fino en dispersión ($10^{-3}-1\mu\text{m}$) con el fin de obtener una limpidez perfecta y estable (Peri et al., 1988).

La técnica de filtración se puede agrupar en dos sistemas generales:

1. sistema filtrante estático (filtro de tierras y placas filtrantes en profundidad) y
2. sistema filtrante dinámico (filtración tangencial).

Los sistemas **filtrantes estáticos**, para la clarificación del vino se distinguen por las siguientes características:

- * Con la ayuda de la presión de filtración, el vino que se va a tratar, pasa a través del medio filtrante.
- * Las heces y demás sólidos quedan retenidas en el interior del medio filtrante.
- * Dependiendo del tipo de filtración, se elegirá entre diferentes grados de retención de los filtros en profundidad.
- * Se produce una progresiva colmatación del filtro en profundidad, disminuyendo su rendimiento. En los sistemas de filtración por tierras (kieselgur) sobre soporte metálico se compensa la progresiva colmatación provocada por las heces con la constante dosificación de tierras durante el proceso de filtración, prolongando así la duración total de la utilización del filtro hasta llenar todo el espacio disponible para las heces.
- * Se necesita un tiempo de preparación considerable para el recambio del medio filtrante.
- * La automatización sólo es posible de forma parcial.

Los sistemas de **filtración dinámicos** se caracterizan por:

- * La utilización de membranas con porosidad definida.
- * Para evitar la obstrucción de la membrana, además de la presión de filtración, se produce un flujo sobre la superficie de la membrana.

* Mediante este proceso dinámico, es posible filtrar productos muy turbios sin que se produzcan pérdidas considerables en el rendimiento.

* Solo queda sin filtrar un pequeño residuo (aprox. 0.3%).

* Cuando disminuye el rendimiento debido, bien a la formación de una capa de polarización, o al aumento de la concentración de heces, es posible regenerar la membrana lavándola brevemente con agua o empleando detergentes químicos.

* Con este procedimiento, en su caso óptimo, únicamente se necesitará una sola filtración.

* Estas instalaciones están automatizadas, lo que permite un importante ahorro de tiempo. No hay problema para mantener el proceso en funcionamiento durante las 24 horas del día (Seitz,1992).

3.1 EL MEDIO FILTRANTE.

El medio filtrante, elemento importante en la técnica de filtración, es un material poroso que tiene una serie de características y cumple unos requisitos de aptitud para la filtración de un líquido.

Las características vienen determinadas por la porosidad y la permeabilidad del medio filtrante.

3.1.1 Porosidad

Es el volumen del espacio vacío de un material respecto a su volumen total. La porosidad se expresa en porcentaje. La porosidad máxima de una placa está determinada por la forma de las partículas que la componen y su disposición. La máxima porosidad es independiente de la dimensión del poro.

La noción de porosidad, o mejor aún, el grado de espacio vacío, es primordial: se entiende por grado de espacio vacío la relación entre el volumen de los poros y el volumen total de la membrana.

$$\varepsilon = \frac{\text{volumen vacío (poros)}}{\text{volumen total}}$$

Las porosidades varían según el tipo de material filtrante que se utilice como medio filtrante. Una tabla de porosidades para distintos materiales filtrantes se muestra en el cuadro n°1.

Cuadro n°2. Tabla de permeabilidad de algunos medios filtrantes.

Productos	Permeabilidad en Darcis
Placas filtrantes esterilizantes	0,017
Agentes filtrantes muy lentos	0,030 a 0,070
Agentes filtrantes lentos	0,10 a 0,50
Placas filtrantes n°7	0,15
Metal fritado de 3 μ de \varnothing de poro	0,2
Agentes filtrantes medios }	
Placas filtrantes n°3 }	1 a 2
Metal fritado de 8 μ de \varnothing de poro }	
Agentes filtrantes rápidos	2 a 7
Metal fritado de 28 μ de \varnothing de poro	7,5
Metal fritado de 75 μ de \varnothing de poro	70

Fuente: Gautier,1984.

Además de las características del medio filtrante hay otros factores que influyen en la filtración y que tienen relación con el medio dispersante.

3.2 EL MEDIO DISPERSANTE

Estos factores relacionados con el medio dispersante son dos propiedades de los líquidos: la viscosidad y la tensión superficial.

3.2.1 Viscosidad

La viscosidad (η) se define como la capacidad de deslizamiento del líquido, o también, como la resistencia existente entre dos capas vecinas.

Una solución alcohólica, como es el vino, es más viscosa que el agua destilada. La presencia de alcohol, azúcar, ácidos orgánicos, glicerol, etc. aumenta la viscosidad. El alcohol es el constituyente que tiene más influencia en la viscosidad.

Los valores de viscosidad de un vino blanco pueden estar comprendidos entre 1,65 y 2,19 mPa.s; en el caso de vino tinto entre 1,5 y 1,8 mPa.s.

3.2.2 Tensión superficial

La tensión superficial (σ) se puede explicar como la propiedad que tienen algunos líquidos de retraerse. Por esta propiedad los líquidos fluyen lentamente por un orificio pequeño y cayendo gota a gota.

De los componentes del vino, el alcohol es un tensioactivo, con lo cual la tensión superficial de un vino varía en función del contenido de alcohol que tenga.

La influencia de la tensión superficial en la filtración se puede considerar bajo dos aspectos:

1. efecto sobre el "bouquet", y
2. resistencia a la filtración

El efecto sobre el "bouquet" se produce al eliminar compuestos coloidales del vino que son soporte de partículas aromáticas. Este efecto es transitorio porque después de un tiempo de reposo el vino recupera todo el potencial aromático y gustativo.

En cuanto a la resistencia a la filtración, a mayor tensión superficial se necesita una mayor presión de filtración.

En el vino, la viscosidad aumenta con el aumento de la concentración de sustancias viscosas mientras paralelamente disminuye la tensión superficial.

Si se consideran estos factores, el flujo del vino que atraviesa la "torta de filtración" se puede expresar en la ecuación de la filtración.

3.3 ECUACIÓN DE LA FILTRACIÓN

El caudal de líquido obtenido en un proceso de filtración viene dado por la ecuación:

$$\frac{\Delta V}{\Delta t} = Q = \frac{S \times \Delta P \times B_0}{\eta \times \varepsilon}$$

$\frac{\Delta V}{\Delta t}$ = volumen de líquido filtrado por un tiempo determinado.

Δt

= Q = caudal volumétrico

S. = superficie de filtración

ΔP = diferencia de presión (presión de filtración)

B_0 = permeabilidad

η = viscosidad líquido

ε = espesor de la torta o capa filtrante

El análisis de esta ecuación muestra que el caudal es:

- directamente proporcional

- a la superficie
- a la presión
- a la permeabilidad

- inversamente proporcional

- a la viscosidad
- al espesor de la capa filtrante

Esta ecuación simplificada indica lo que pasa en cada periodo de tiempo de la filtración.

3.4 EL MATERIAL EN SUSPENSIÓN. (TURBIOS).

Además de considerar al medio filtrante como elemento importante de la filtración, otro elemento fundamental a considerar en un sistema filtrante son los **turbios** que se quieren eliminar para conseguir la estabilidad de la limpidez.

3.4.1 Naturaleza de los turbios

Los turbios son las partículas en suspensión en los vinos. El vino es al mismo tiempo una solución verdadera y una dispersión coloidal. Contiene moléculas, sus productos de disociación y partículas coloidales.

En el complejo conjunto del vino, constituido mayoritariamente por agua y alcohol, se encuentran diseminados moléculas de azúcares, ácidos orgánicos, sales, una fracción de materia colorante, etc. Las sales y los ácidos son electrolitos, por el contrario el alcohol y los azúcares permanecen en el vino en estado molecular. Otras partículas como los coloides, de dimensiones intermedias (gomas, mucílagos) pueden enturbiar el vino si alcanzan un tamaño suficiente.

Clasificación de las partículas en suspensión de los vinos según diferentes criterios:

Las partículas se pueden clasificar según diversos criterios que no son excluyentes entre sí, por ejemplo: la

capacidad óptica de su observación; por su comportamiento ante el proceso de filtración; por sus características y las tecnologías a utilizar para su eliminación.

Cuadro nº3. Partículas en suspensión en los vinos según su tamaño.

Limpidez	Turbio		
	Partículas visibles al microscopio electrónico	Partículas visibles al microscopio óptico	Partículas visibles al ojo humano
Diámetro partícula	0,03 μm	0,3 μm	10 μm
Soluciones verdaderas - azúcares - ácidos orgánicos - sales	Partículas coloidales (opalescente) Coloides hidrófobos: - cristales de tartrato en formación. - quiebras metálicas en formación Coloides hidrófilos: - coloides proteicos - coloides glucídicos: poliósidos neutros, gomas, mucílagos, dextranas.	Suspensión microbiana - Levaduras (5 a 8 μ) - Bacterias (0,5 a 1 μ)	Depósitos - Restos de uva, cristales de tartrato. - Materia colorante precipitada. - Restos provenientes de la filtración: tierras, celulosa)

Fuente: Gautier, 1984

Cuadro n°4. Partículas y macromoléculas de los vinos, según sus características y tecnología de tratamiento.

Identificación	Características	Tecnologías clásicas de tratamiento
Partículas componentes de los depósitos (vinos en rama) - cristales de tartrato de potasio - burbas - lías	Tamaño > 1 μ Contenido: algunos g/l Iones: mono y divalentes	Sedimentación Trasiegos Filtración por aluvionado
Suspensiones microbianas - levaduras - bacterias	Tamaño 1 a 5 μ Tamaño > 1 μ Contenido: 10 ⁻¹ a 10 ⁻³ g/l	Centrifugación Filtración por aluvionado Filtración frontal
Partículas coloidales - proteínas - poliósidos - materia colorante - quiebras químicas	Pesos moleculares: 10000 a 100000 dalton 10 ⁻³ a 10 ⁻¹ μ 10 ⁻³ a 10 ⁻⁶ g/l	Encolados

Fuente: Gautier, 1984

Cuadro n°5. Poder colmatante de las partículas del vino

Partículas comprimibles		Partículas no deformables (baja presión)
Fuerte poder colmatante	Mediano poder colmatante	Poder colmatante despreciable
<ul style="list-style-type: none"> - Proteínas - Polisacáridos - Mucílagos - Gomas - Materia colorante coloidal 	<ul style="list-style-type: none"> - Levaduras - Bacterias 	<ul style="list-style-type: none"> - Precipitados finos - Restos amorfos - Cristales de Tartrato - Tierras filtración

Fuente: Molina, 1992

3.4.2 Los compuestos coloidales presentes en el vino y la filtración.

Entre los componentes del vino que enturbian el mismo, los coloides son los que provocan los mayores problemas debido a su alto poder colmatante y principalmente a la deformabilidad que sufren por acción de la presión.

Los coloides del vino son de diferentes tipos: liófilos o liófobos, fibrilares o globulares, orgánicos o minerales, cargados positivamente o negativamente, provenientes de la uva, de los hongos micelares y levaduras, o de tratamientos previos de floculación.

De todos ellos, los coloides glucídicos liófilos electronegativos son los de mayor poder colmatante.

Los coloides presentes en el vino están constituidos de pequeñas cantidades de proteínas y en mayor proporción de polímeros glucídicos (polisacáridos), que son macromoléculas resultantes de la unión de una serie de mayor o menor tamaño de monómeros o sustancias simples definidas y moléculas de azúcares muy similares.

Los polisacáridos desde el punto de vista estructural se dividen en dos grupos: homopolímeros y heteropolímeros. También se pueden encontrar ramificados o no y/o unidos a otras estructuras como ácidos, aminoácidos, alcoholes, fenoles, terpenos, etc.

Aún cuando no hay una relación directa entre el contenido en coloides proteícos o glucídicos y la filtrabilidad de los vinos, es bien cierto que tratados por separado, algunos de ellos sí tienen una influencia en el volumen de vino filtrado. Los coloides de tipo glucídico son los que, como se ha dicho, están más relacionados con la dificultad de filtración de un vino.

En cuanto a la calidad y cantidad de los polisacáridos presentes en el mosto, ambas dependen principalmente de la variedad de vinífera, del estado de madurez de la uva, de la existencia o no de maceración pelicular, del tipo de extracción utilizado, de la presión aplicada, etc. (Mourges et al. 1981; Feuillat, 1987; Castino, 1990).

En el proceso de la fermentación debido a la acción de las levaduras y su batería enzimática, una parte de los polisacáridos se hidrolizan y desaparecen como tales.

Por otra parte, estas levaduras cuya pared celular está compuesta por polisacáridos en su autólisis ceden al vino una cantidad importante de polisacáridos de base manosa y glucosa.

En el envejecimiento de los vinos hay un proceso de condensación y aumento de tamaño de los coloides que provoca la insolubilización y la precipitación.

La importancia de los coloides polisacáridos en el proceso de elaboración del vino se manifiesta en la función de coloides protectores durante la estabilización tartárica (Feuillat, 1987). Este fenómeno se puede considerar positivo o negativo según los casos, si induce a la precipitación de bitartrato de potasio o la inhibe.

Tanto en los vinos espumosos como en los vinos tranquilos los coloides aportan fluidez y en los cavas favorecen la presentación y estabilidad de la espuma.

Por contra, presentan aspectos negativos frente a la filtración ya que disminuyen el rendimiento de los filtros frontales (placas, membranas) encareciendo los costos (Castino, 1990; Feuillat, 1987).

La temperatura del vino a filtrar es otro factor que relaciona los coloides y la filtrabilidad de un vino. Una baja temperatura del vino provoca una mayor capacidad

colmatante de los coloides, de ahí que sea importante filtrar a una temperatura que impida un aumento de la viscosidad del líquido o la modificación estructural de los coloides (Castino, 1985).

En estudios realizados en vinos del Penedés por Gonzalo et al. (1993), se encontró que el 85-90% de todos los coloides polisacáridos estaban incluidos en pesos moleculares inferiores a 10^6 y de éstos las dos fracciones mayoritarias por debajo de 8.000, lo que representaba las 2/3 partes del contenido de este tipo de coloides.

En el mismo estudio al analizar el efecto de los tratamientos de estabilización en el vino, se observó que la disminución de los polisacáridos totales era de un 10% considerando las distintas fracciones de polisacáridos. Las fracciones que realmente se ven afectadas por los tratamientos de estabilización son las de peso molecular entre 4.000 y 8.000, que son más abundantes en el vino en rama.

Otros autores han encontrado en mostos y vinos fracciones de peso molecular entre 1500 y 33000 (Martí et al., 1989); Parenthoen et al. (1978) dice que estarían entre 8000 y 1000000 y serían mayoritarias las fracciones entre 55000 y 80000. Usseglio-Tomasset (1976), ha encontrado un 5% de polisacáridos de peso molecular inferior a 10000, y del 60 al 70% de los de peso molecular entre 20000 y 200000, y que solamente un 10-15% es superior a 200000. Para Pavlenko, (1988) hay un grupo mayoritario por encima de 100000 y otro entre 5000 y 20000.

Diversos autores (Usseglio-Tomasset, 1976; Zintchenko et al. 1977; Parenthoen et al., 1978) indican que el complejo coloidal glucídico de peso molecular entre 12000 y 12500 correspondería a una manana originaria de la levadura.

Esquemáticamente se puede decir que:

1. Los diferentes tipos de coloides que se encuentran en el vino están bajo diferentes formas de polimerización, con pesos moleculares del orden de 10^3 a 10^7 Daltons.
2. Sólo las formas macromoleculares y floculadas presentan un enturbiamiento visible debiendo ser eliminadas. Son agregados macromoleculares de pesos mayores a 10^6 Daltons y de dimensiones de 10^{-2} μm o superiores.
3. No hay ninguna razón para eliminar del vino coloides con pesos moleculares menores a 10^5 Daltons, ya que no provocan ningún enturbiamiento.

La inexistencia de una clarificación espontánea y los problemas de filtrabilidad se deben principalmente a la presencia de polisacáridos disueltos y bajo forma coloidal. No se pueden eliminar del vino con productos agregados (clarificantes) que los hagan flocular, ni adsorber por un sistema de filtración desbastadora y fina. Tampoco los preparados enzimáticos pectolíticos o celulósicos los degradan (Wucherpfenning, 1989).

3.4.3 Expresión del contenido de turbios en un vino (TURBIDEZ).

Para expresar la limpidez de un vino se utiliza la medición de los turbios existentes en el vino.

Esta medida de contenido de turbios se indica por el parámetro de la turbidez, expresado en Unidades nefelométricas de turbidez (NTU).

En nefelometría la turbidez se da en relación a un patrón de turbidez que puede ser una suspensión de sílice con granulometría bien determinada, o también una suspensión de formazina, o de cloruro de plata.

Lo más usual es expresar la turbidez por comparación con la suspensión de sílice:

Cuadro nº6. Tabla de turbidez expresada en mg de sílice por litro.

de 1,2 a 3,5 mg/l de sílice	vino brillante
de 3,5 a 7 mg/l de sílice	vino claro
de 7 a 15 mg/l de sílice	vino velado
de 15 a 40 mg/l de sílice	vino lechoso
más de 40 mg/l de sílice	vino turbio

Fuente: Dictionnaire du Vin, 1988.

Teniendo como referencia estas mediciones se han desarrollado una serie de tablas que relacionan la lectura en NTU y el aspecto del vino, o el tipo de vino y la turbidez correspondiente.

Cuadro n°7. Intervalo de turbidez (NTU) y aspecto del vino.

Lectura nefelométrica (NTU) Intervalo de turbidez	Aspecto del vino
0,4-1,5	brillante
1,5-2,5	claro
2,5-5,0	velado
5,0-15	opalescente
>15	turbio

Cuadro n°8. Lectura nefelométrica (NTU) para distintos tipos de vinos y el aspecto de estos vinos.

	Brillante (NTU)	Turbio (NTU)
Vino blanco	< 1.1	> 4.4
Vino rosado	< 1.4	> 5.8
Vino tinto	< 2.0	> 8.0

Cuadro n°9. Vinos en distintos estadios de elaboración y lectura nefelométrica de la turbidez (NTU).

Tipo de Vino	Turbidez (NTU)
Vino en rama (un trasiego después de la fermentación alcohólica) vino del año.	200 - 2000
Vino en rama (un año de encubado)	50 - 200
Vino preclarificado	5 - 50
Vino filtrado por tierras o placas	1 - 5
Vino microfiltrado tangencial	<2

4. LA FILTRACIÓN TANGENCIAL.

La **filtración tangencial** representa una innovación tecnológica importante en el campo de la separación sólido-líquido. La capacidad de contar con un material filtrante, la membrana, con características particulares, permeable al solvente y no al soluto, permite efectuar la filtración de un líquido en **flujo paralelo al medio filtrante** y no perpendicular como en los sistemas tradicionales (Delfini,1994; Sánchez,1996).

En contraposición, la filtración frontal clásica, donde el líquido circula perpendicularmente al filtro, y donde la formación de una torta es inevitable y a la vez deseada, en la microfiltración se trata de evitar la acumulación de macromoléculas contra la membrana.

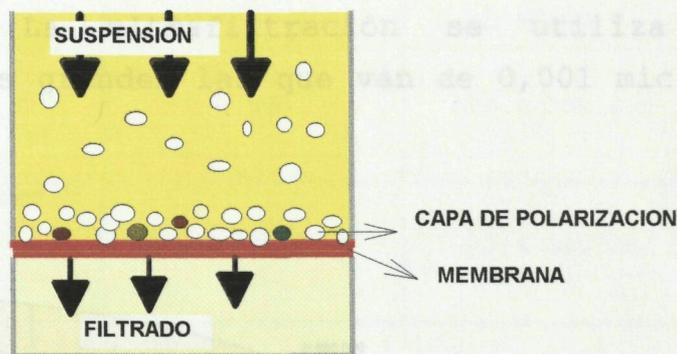
Una solución que circule tangencialmente a lo largo de una membrana que actúa como barrera selectiva y que está sometida a una presión permite el paso del solvente y de compuestos de poco peso molecular a través de la pared porosa, "**filtrado**". Por contra las macromoléculas son retenidas y la solución se va concentrando progresivamente y constituye el "**retenido**" (Fig.1)

En la filtración tangencial el medio filtrante siempre es una membrana.

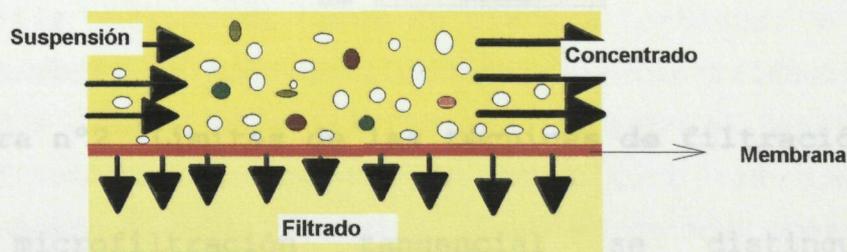
La filtración en flujo tangencial es una técnica separativa que opera "barriendo" de la superficie de la membrana las moléculas o células retenidas por ésta.

En el flujo tangencial la presión da lugar a la filtración de una parte del líquido. El resto forma un flujo paralelo a la superficie de la membrana filtrante, que barre los sólidos retenidos, devolviéndolos al depósito de alimentación. La presión diferencial o presión transmembrana (PTM) se mantiene constante en todo el proceso (Molina,1992).

Una característica típica de los sistemas de flujo tangencial es que tanto el filtrado como el retenido salen de forma continua del módulo de filtración, emergiendo por salidas distintas.



FILTRACION FRONTAL



FILTRACION TANGENCIAL

Figura n°1. Comparación de los sistemas de filtración frontal y tangencial.

Las diferentes técnicas de separación por membrana con flujo tangencial son:

- microfiltración (MF)
- ultrafiltración (UF)
- osmosis inversa (RO)

El tamaño molecular de las partículas permite hacer una separación teórica entre la microfiltración y otras operaciones de separación por membranas.

Se habla de microfiltración cuando las partículas a eliminar tienen una dimensión entre 0,02 micras y 10 micras. La ultrafiltración se utiliza para eliminar moléculas grandes las que van de 0,001 micras a 0,2 micras (fig.2).

	Ultrafiltración	Microfiltración
Presión aplicada	1 a 10 bars	1 a 5 bars
Tamaño de moléculas retenidas	0,001 a 0,2 micras	0,02 a 10 micras
Tamaño de los poros	0,1 a 10 micras	0,1 a 10 micras

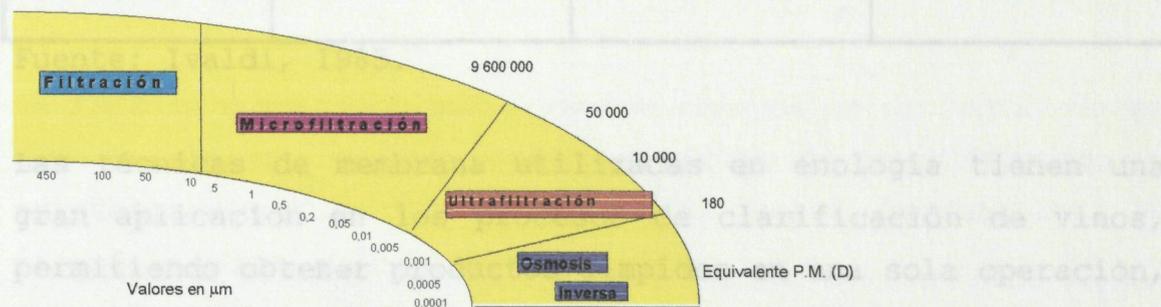


Figura nº2. Límites de las técnicas de filtración

La microfiltración tangencial se distingue de la ultrafiltración además de por el tamaño de corte de la molécula retenida, por la presión de trabajo generalmente menor y por los caudales de filtración que son superiores (Tarodo de la Fuente,1992).

Tanto la ultrafiltración como la microfiltración tangencial permiten separar de una solución los compuestos que se encuentran disueltos, en suspensión o en emulsión, gracias a las membranas semipermeables y a la utilización de un gradiente de presión (Sánchez,1996).

Cuadro n°10. Las diferentes técnicas de flujo tangencial.

Proceso	Osmosis Inversa	Ultrafiltración	Microfiltración
Presión aplicada	10 a 60 bars	1 a 10 bars	1 a 5 bars
Retención de	iones, azúcares, ácidos orgánicos	macromoléculas: polímeros y proteínas	material en suspensión
Masa molar retenida (Daltons)	< 500	500 a 500.000	> 500.000
Tamaño diámetro poro	algunos Å	20 a 1.000Å	1.000Å a 0,2µm

Fuente: Ivaldi, 1985.

Las técnicas de membrana utilizadas en enología tienen una gran aplicación en los procesos de clarificación de vinos, permitiendo obtener productos lípidos en una sola operación, a partir incluso de vinos de elevada turbidez. Estas técnicas son también de gran utilidad para la clarificación de mostos blancos por microfiltración tangencial antes de la vinificación, con objeto de substituir las operaciones de defangado y centrifugación. También es una operación útil a fin de obtener mostos estables preparados para el embotellado o para una conservación y posterior vinificación o concentración.

La filtración tangencial puede acoplarse en distintas fases de la elaboración y estabilización de vinos, como por ejemplo:

- en el desfangado de los mostos de uvas blancas.
- en la elaboración de zumos y espumosos de uva.
- en la elaboración de vinos parcialmente fermentados.
- en la filtración de clarificación y de estabilización de los vinos blancos y tintos.
- en la filtración de las lías de centrifugación o de encolado.

La técnica de la ósmosis inversa permite el aumento del grado de azúcar, evitando la concentración por evaporación, eliminando así el efecto térmico de ésta. Por otra parte, permiten la elaboración de productos derivados del vino, ya sea por desalcoholización del mismo, parada de la fermentación alcohólica mediante la separación de las levaduras, etc.

En 1982 se comenzaron los primeros ensayos en enología con el fin de obtener en una sola operación la clarificación y estabilización de los productos, se conjugaron la microfiltración y la ultrafiltración.

Hay numerosos trabajos publicados sobre clarificación de vinos blancos, tintos o rosados, realizados a escala laboratorio, piloto o industrial. (Barillere et al., 1985; Gaillard, 1985; Gervais, 1985; Gervais, 1993; Berger, 1985; Berger, 1987; Berger, 1991; Dietrich, 1989; Flak, 1994; Wörner, 1994; Vilavella, 1990; Ketterer, 1992; Larbot et al., 1992; Moutounet et al., 1985; Poirier, 1985; Testaniere, 1985; Zironi, 1992). Los resultados obtenidos son normalmente

muy dispares debido a la variabilidad de las características del producto a tratar: mostos, vinos blancos, rosados, tintos, vinos jóvenes, vinos de crianza, y las diferencias de diseño y funcionamiento de los equipos utilizados, así como del material de las membranas, que hace difícil poder evaluar perfectamente los resultados obtenidos.

Una conclusión importante es, que la utilización de membranas de gran poder de separación provoca a menudo una variación físico-química y organoléptica respecto al vino elaborado por el sistema tradicional. Esta disminución de la calidad del vino ha provocado el abandono de la técnica de ultrafiltración en los tratamientos de estabilización de vinos.

Actualmente, es la técnica de microfiltración tangencial la utilizada para clarificar y estabilizar los vinos frente a la presencia de turbios y a la acción de los microorganismos.

La aplicación de la microfiltración tangencial en la enología se ha visto favorecida por los años que se lleva investigando y experimentando la técnica en diferentes vinos. La mejora en la fabricación de las membranas, su mayor especificidad en función del objetivo buscado, como clarificación de vinos jóvenes muy cargados o clarificación de vinos preclarificados, permiten según la estructura de la empresa y también según el tipo de producto a comercializar, elegir el material más adecuado a las necesidades de la bodega (Irrmann,1992; Reichert,1991).

4.1 Factores que influyen en la filtración tangencial

- Flujo tangencial

Para lograr la eliminación de las partículas depositadas en la superficie de la membrana con el flujo tangencial, los fabricantes de este tipo de filtros proponen por un lado membranas con diferentes geometrías y por otro módulos de diseños diferentes.

El flujo tangencial puede controlar la formación de la capa superficial en la membrana creando condiciones hidrodinámicas uniformes y desfavorables a la formación del depósito, por dos tipos de acciones físicas:

- * ejercer una presión hidrodinámica sobre las partículas o macromoléculas acumuladas sobre la superficie, utilizando el flujo que pasa a través de la membrana y que arrastra las partículas desplazándolas y que a la vez provoca un movimiento rotatorio sobre la superficie de la membrana.
- * provocar una resuspensión de las partículas acumuladas gracias al flujo turbulento formado en la capa superficial y que influye en parte en la capa subsuperficial.

La eficacia del sistema depende:

- * del régimen del flujo (laminar o turbulento)
- * del tamaño de las partículas y de las macromoléculas
- * del tamaño de poro de la membrana
- * del estado de la superficie de la membrana
- * de las fuerzas no mecánicas presentes en el sistema: interacción flujo-material en suspensión-membrana.

Por otra parte, es conveniente considerar otros aspectos importantes en cuanto a la acción del flujo tangencial sobre el depósito de los turbios, tales como:

- * El espesor de la capa superficial (d) y de la capa subsuperficial que es proporcionalmente mayor que el tamaño de las partículas o de las macromoléculas que debe filtrar.
- * La velocidad del flujo en la capa subsuperficial son muy lentas en relación a la del flujo del líquido a filtrar.
- * El flujo turbulento puede ser disminuído bastante dependiendo de la concentración de sólidos en suspensión en el líquido, de la rugosidad de la superficie y del diseño del módulo.
- * Interacción de las macromoléculas y la membrana. Fuerzas físico-químicas (cargas de la membrana, de las macromoléculas).

- Partículas en suspensión

La eficacia de separación o selectividad de una membrana respecto a las partículas a filtrar depende de las características de la suspensión a filtrar, del tipo de membranas y del flujo tangencial.

El tamaño de las partículas en suspensión influirá tanto en la posibilidad de colmatación de la superficie de la membrana como en su interior.

Se pueden provocar dos tipos de situaciones: una, que todas las partículas en suspensión sean más grandes que los poros de la membrana, con lo cual se formaría una capa superficial de mayor o menor espesor dependiendo de su concentración en el líquido a filtrar. Este efecto se puede

eliminar aumentando la velocidad del flujo, por aportación de más energía con lo que se provoca un régimen turbulento o por la creación de corrientes secundarias. Dos, que algunas de las partículas en suspensión sean más pequeñas que el diámetro de poros de la membrana con lo que podrían bloquear la entrada del poro o retenerse en el interior del mismo (Figura n°3). En este caso la eficacia del flujo tangencial disminuye considerablemente. La velocidad de flujo tangencial más utilizada es de 3 m/s.

que provoca la colmatación de la superficie de la membrana.

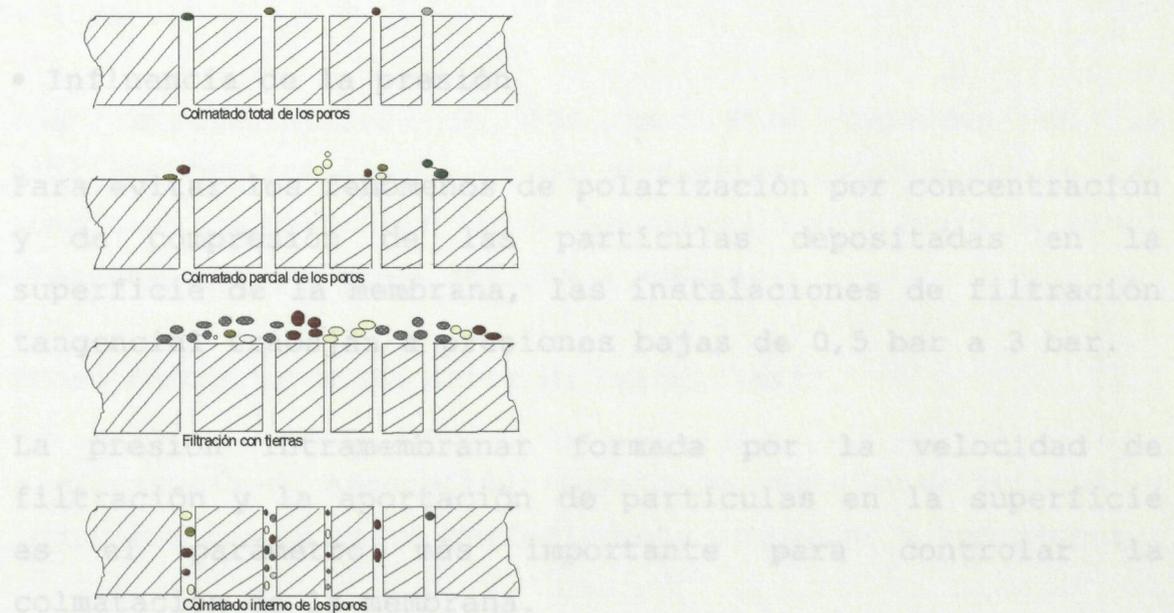


Figura n°3. Colmatación y tamaño de las partículas

La viscosidad influye en la velocidad de filtración y en el

- Comportamiento de las macromoléculas

menor velocidad de filtración y mayor consumo de energía. Al aumentar la

Las macromoléculas no tienen influencia solamente por su tamaño, o por la interacción con la selectividad de la membrana, o por el tamaño de poro de la membrana, sino también por las características físico-químicas de la

membrana, de la carga en coloides, del pH de la solución, de la fuerza iónica, de la presencia de iones mono o divalentes (Milisic,1994).

- Influencia de la concentración

La concentración de partículas influye en la capacidad de transporte del flujo tangencial y en la formación de la capa de polarización por concentración, lo que provoca la colmatación de la superficie de la membrana.

- Influencia de la presión

Para evitar los fenómenos de polarización por concentración y de compresión de las partículas depositadas en la superficie de la membrana, las instalaciones de filtración tangencial trabajan a presiones bajas de 0,5 bar a 3 bar.

La presión intramembranar formada por la velocidad de filtración y la aportación de partículas en la superficie es el parámetro más importante para controlar la colmatación de la membrana.

- Influencia de la viscosidad

La viscosidad influye en la velocidad de filtración y en el consumo de energía. A mayor viscosidad menor velocidad de filtración y mayor consumo de energía. Al aumentar la temperatura se disminuye la viscosidad y aumenta el caudal de filtración, pero hay productos como el vino en los que una temperatura alta provoca cambios organolépticos

importantes y por tanto no es conveniente realizar este proceso a alta temperatura.

4.2 Elementos de la filtración tangencial

4.2.1 Las membranas

Son el elemento principal de la instalación, ya que son las membranas las que efectúan la separación de líquido y sólidos.

Las características de las membranas dependen de la utilización para la que se hayan previsto. Los poros de las membranas empleadas en flujo tangencial son siempre de menor diámetro que la de los sólidos a separar.

Deben responder a una serie de exigencias:

- eficiencia de separación: tamaño de corte bien definido y los diámetros de poros perfectamente conocidos y homogéneos.
- caudal de permeado elevado: es decir, disminución de pérdidas de carga aumentando la porosidad y disminuyendo el espesor de la membrana.
- alta resistencia mecánica, química y térmica, lo que conlleva una mayor eficacia y facilidad de limpieza, más económica y a la vez la posibilidad de una esterilización sin provocar alteración en la membrana.

• Historia de las membranas

Se puede decir que su origen científico se debe a los trabajos del abad Nollet (1700-1770), pero las primeras aplicaciones se encuentran en las experiencias de Loeb y Sourirajan (1963) que fabrican una membrana asimétrica para ósmosis inversa a base de acetato de celulosa para la desalinización del agua de mar. Esas membranas, debido a su carácter asimétrico pudieron ser de poco espesor y por tanto mejorar los rendimientos de permeabilidad.

Por contra, estas membranas no responden a unos criterios de eficacia desde el punto de vista de:

- la resistencia a los microorganismos y a los golpes.
- la resistencia a la temperatura (no pueden sobrepasarse temperaturas de 30° a 40°C)
- la resistencia al pH (entre pH 3 y pH 8).

Las membranas de segunda generación son también asimétricas pero fabricadas con polímeros (polisulfonas, poliacrinolitas, poliamidas) Renner & Abd El Salam, (1991). Estos nuevos materiales permitieron una mejora frente a la resistencia química, mecánica, térmica y a los microorganismos. Permiten trabajar entre pH 1 y pH 10 y hasta 80°C (Sanchez,1996).

• Materiales base de las membranas

Los principales materiales son:

- acetato de celulosa: posee ventajas como la facilidad de fabricación y la gran capacidad de retención de solutos, pero con algunos límites como la necesidad de operar a temperatura

inferior a 30°C, estrecho intervalo de pH disponible (3-6) para evitar dañar su estructura, baja resistencia al cloro que se utiliza como agente limpiante y biodegradabilidad.

- poliamidas: (por ej. nylon). Se han propuesto para ósmosis inversa, aunque se utilizan poco debido a su alta sensibilidad al cloro.

- polisulfonato: muy utilizado en ultra y microfiltración, posee notables ventajas tales como la posibilidad de trabajar hasta 75°C, un amplio intervalo de pH tolerable (1-13), una buena resistencia al cloro (hasta 200 ppm de cloro libre durante breves períodos), y la posibilidad de una amplia gama de formas y de tamaño de corte. La principal desventaja reside en los límites de presión aplicables (1,7 atmósferas para membranas de fibra hueca y 7 atmósferas para membranas planas).

Las membranas minerales o membranas de tercera generación (Descout,1990) presentan importantes ventajas respecto a las anteriores:

- resistencia a presiones internas de varias decenas de bar.
- resistencia química a todos los productos, independientemente del pH, a los solventes y a los oxidantes.
- resistencia térmica tanto por su fabricación como por su naturaleza: pueden soportar temperaturas superiores a los 100°C.

Estas propiedades le confieren una gran facilidad de limpieza y desinfección, la posibilidad de tratar productos muy turbios, de trabajar a altas temperaturas y una duración casi ilimitada. El principal inconveniente es una relativa

fragilidad, ya que desde el punto de vista mecánico presentan escasa deformabilidad.

Recientemente se han propuesto nuevas membranas para la filtración tangencial obtenidas por tratamiento de compresión en atmósfera neutra y alta temperatura de fibras metálicas de níquel o acero inoxidable (Descout,1990).

- **Características de las membranas**

Las membranas se pueden caracterizar por su porosidad, el espesor de la capa filtrante y el diámetro medio de sus poros.

Por ejemplo, para algunas membranas minerales la porosidad está comprendida entre el 29 y el 33% en el soporte, casi el 33% en la capa filtrante compuesta por poros homogéneos y esféricos. Para las membranas de microfiltración de 0,2 mm de diámetro medio de poro la capa filtrante superior es de 10 a 15 mm y de 20 a 25 mm para la capa filtrante inferior y de 2 mm o más para el soporte.

El diámetro medio de los poros y su disposición son los parámetros imprescindibles para el buen funcionamiento de la membrana. El diámetro de poro mayor se mide por "bulloscopia" y el diámetro medio por "porosimetría de mercurio". Estas dos medidas se basan en la ley de Jurin que dice que "la altura que alcanza un líquido en un tubo capilar varía en razón inversa al radio del tubo en el punto donde llega el líquido".

$$d = \frac{K}{P}$$

de donde:

- d diámetro de poro (Å)
- K constante dependiente de la tensión superficial del líquido (29220 para el agua, 8900 para el alcohol)
- P presión aplicada para que suba el líquido en el poro (bar).

Las membranas se pueden presentar en diferentes formatos o módulos filtrantes.

- **Configuración de las membranas**

- * **Módulos placa**

Es el tipo básico de unidad de filtración, formada por una membrana plana fijada sobre placa estriada (drenante) de metal o plástico (Figura n°4).

Varias unidades de este tipo apiladas forman un conjunto (módulo) de UF tangencial que incluyen canales de alimentación, retenido y filtrado (Molina,1992; Vaslin,1997).

Se utilizan preferentemente para agua apirógena estéril, soluciones farmacológicas y otros productos. Tienen una amplia facilidad de adaptación a diferentes necesidades de caudal efectivo sin más variación que el número de unidades básicas.

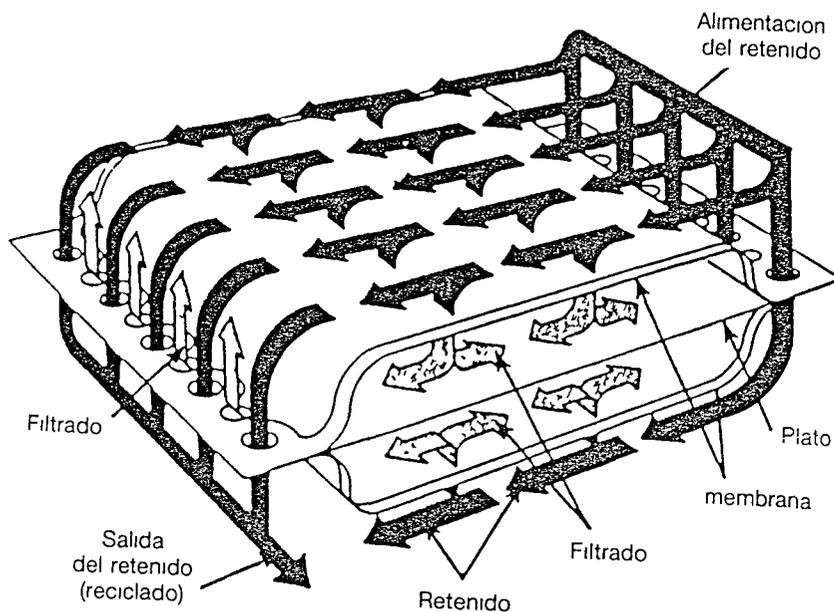


Figura n°4. Modelo de módulo de placa

*** Módulos de fibra hueca**

Tienen forma de cartucho y constan de un cilindro en cuyo interior existe un haz de fibras huecas cuyos extremos están alojados en los cabezales colectores de cartucho, muy compactos. El líquido a filtrar circula de fuera adentro de la fibra hueca. Poco volumen muerto, bajo consumo de energía, se colmatan con facilidad, y son de difícil limpieza.

Estos cartuchos reúnen mayor superficie filtrante pero menor caudal unitario que la membrana plana. Son más sensibles a contrapresiones y a contaminaciones debido a su difícil limpieza como ya se ha dicho (Figura 5).

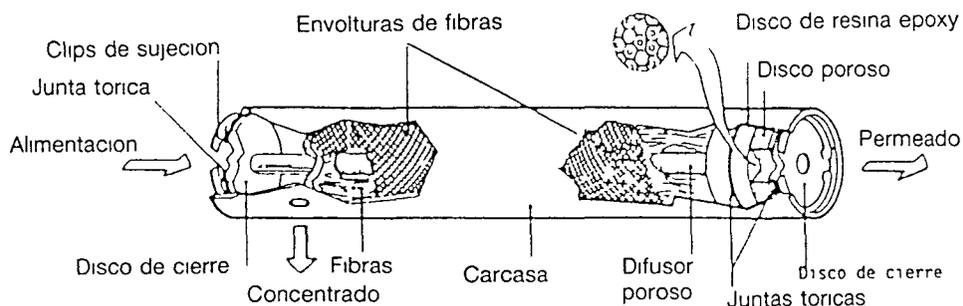


Figura n°5. Modelo de módulo de fibra hueca

*** Cartuchos espirales**

Están formados por varias capas envolventes, compuestas por una membrana de UF sellada a un soporte drenante cuyo extremo abierto va adosado a un tubo central colector y el resto enrollado formando un cilindro compacto (Figura 6).

El líquido que fluye a lo largo del cartucho atraviesa la membrana de ultrafiltración y se recoge el filtrado en el tubo colector interior. Este tipo de cartucho es el más utilizado en ultrafiltración tangencial.

Poco volumen muerto, bajo costo de fabricación. Muy sensible a la colmatación y difícil de limpiar, con los inconvenientes de contaminación citados en el módulo de fibra hueca.

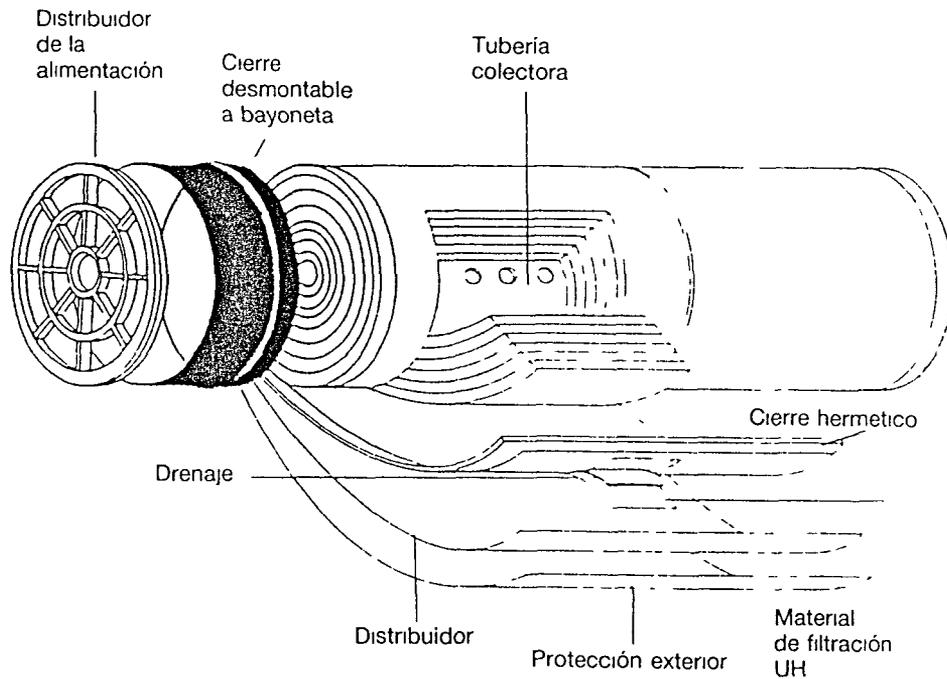


Figura n°6. Modelo de módulo en espiral

*** Módulos tubulares**

Están fabricados con membranas tubulares de 4 a 20 mm de diámetro. La cara activa de la membrana está en el interior. El líquido circula a gran velocidad por el interior del tubo.

Los tubos se pueden montar en serie o en paralelo. El flujo es turbulento. alta resistencia mecánica, formando un haz de canales de $\varnothing 4$ mm, de porosidad 0,2 a 1,5 μm (Figura 7).

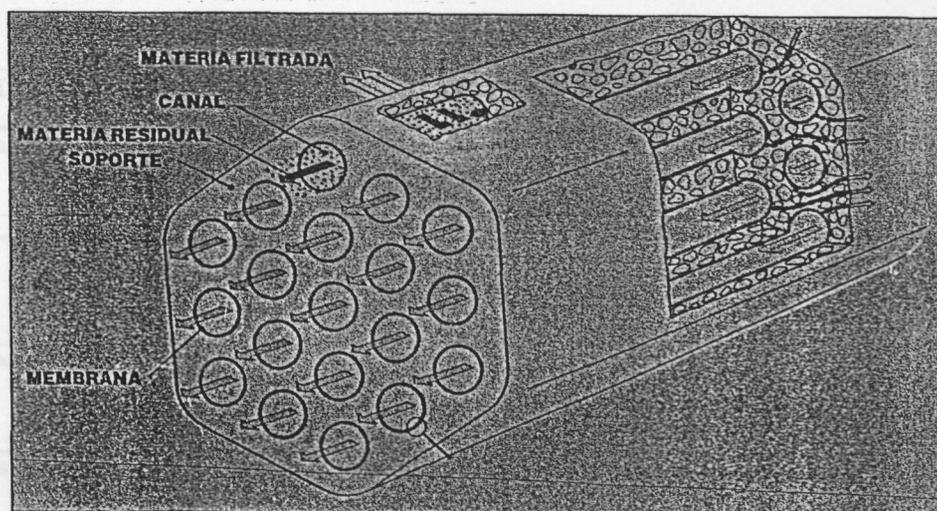
Hay dos tipos:

- Módulo tubular no capilar: con buenas condiciones hidrodinámicas, fácil limpieza como ventajas y, gran consumo de energía, volumen muerto, poco compacto, costo elevado como desventajas.

- Módulo tubular capilar: buenas condiciones hidrodinámicas, fácil limpieza, sistema compacto (Gaillard,1985).

* Módulos cerámicos alizar la limpieza por medio de NH_3 , HNO_3 , ó NaOH en caliente (temperatura máxima en servicio = 100° C).

Cuadro n°11. Configuración de los módulos de microfiltración tangencial.



Fuente: López Bonillo, 1992

Figura n°7. Modelo de módulo cerámico

Están constituidos por una estructura microporosa de óxido de aluminio de alta resistencia mecánica, formando un haz de canales de \varnothing 4 mm, de porosidad 0,2 a 1,5 μ m (Figura 7).

El líquido circula por el interior de los canales, longitudinalmente, y el filtrado se recoge en la parte exterior de los módulos.

Este tipo de módulos cerámico se utiliza preferentemente cuando se desea trabajar a presiones muy elevadas (100 bar máx.), se requiera una alta estabilidad química del medio filtrado por las características del producto a filtrar o bien sea preciso realizar la limpieza por medio de NH_3 , HNO_3 , ó NaOH en caliente (temperatura máxima en servicio = 100° C).

Cuadro n°11. Configuración de los módulos de microfiltración tangencial.

CONFIGURACIÓN	VENTAJAS	INCONVENIENTES
Tubular	Facilidad limpieza y recambio. Resistencia mecánica, térmica, química en membranas minerales	Volumen muerto grande.
Plana	Poco volumen muerto	Necesidad prefiltración Limpieza difícil Elevada pérdida carga
Espiral	Precios ajustados Compactas Facilidad recambio	Riesgo colmatado Limpieza difícil Desinfección difícil
Fibras huecas	Precio ajustado Posibilidad de limpieza por inversión del ciclo	Necesidad prefiltración Poco resistente presión Elevada pérdida carga

Fuente: López Bonillo, 1992

En el cuadro n°12 se resume el tipo de material, la configuración del módulo filtrante y los fabricantes que se pueden encontrar en el mercado en la actualidad.

Cuadro n°12. Naturaleza del material y tipo de módulos filtrantes.

Naturaleza del material	Tipo de módulo	Fabricante
Inorgánicas		
Aluminio	Tubular	Ceramfilitre, SCT
Aluminio	Plana	Tami
Aluminio- ZrO ₂	Tubular	SCT, Tami
Aluminio- TiO ₂	Tubular	Tech-Sep
Carbono	Tubular	Le Carbone Lorraine
Carbono- ZrO ₂	Tubular	Tech-Sep
Orgánicas		
Polivinildifluor (PVDF)	Plana	Tech-Sep, Sartorius
Polipropileno	Tubular (capilar)	Memcor, Sartorius
Polisulfona	Tubular- Fibra hueca	Romicon
Polietersulfona	Tubular (capilar)	X Flow

Fuente: Vaslin, 1997.

- **Funcionamiento de las membranas**

Generalmente las membranas de microfiltración se consideran que funcionan como tamiz separando las moléculas según su tamaño. Los solventes y los solutos de tamaño inferior al de los poros de la membrana la atraviesan, en cambio son retenidos los compuestos de tamaño superior al poro.

La tasa de retención se puede definir por:

$$T_2 = 1 - \frac{C_p}{C_o}$$

de donde: C_p es la concentración del compuesto considerado en el permeado y C_o la concentración de este compuesto en la solución inicial.

- Polarización y colmatación

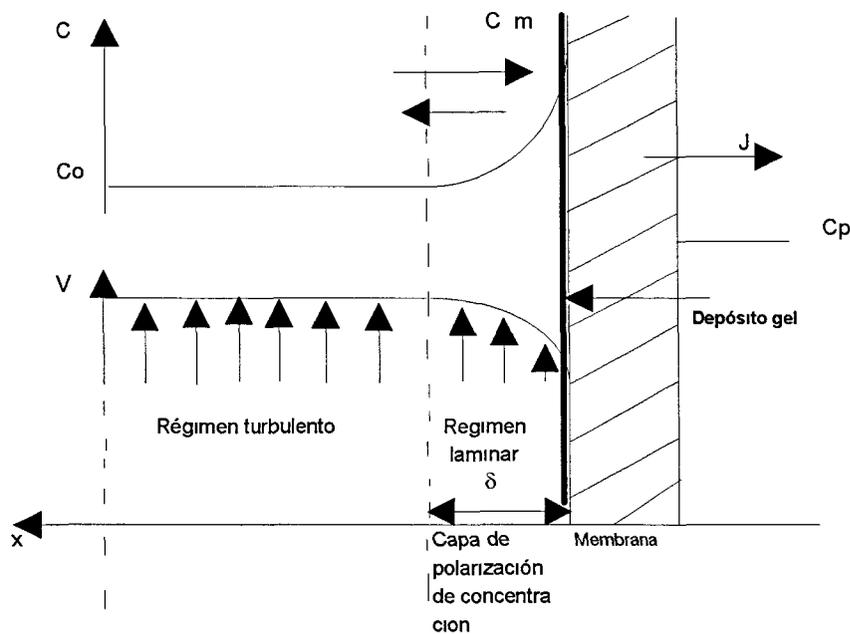
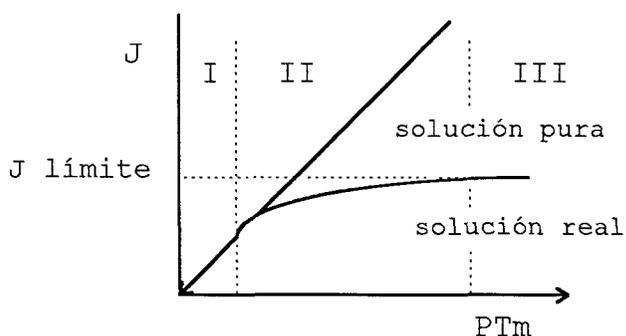


Figura n°8. Capa de Polarización de Concentración

La filtración de líquidos turbios da lugar a una progresiva acumulación de partículas enturbiantes en la superficie de la membrana. El líquido que está en contacto con la membrana experimenta un aumento de concentración de sólidos de tal manera que su concentración C_m siempre será mayor que la concentración media C_o del líquido a filtrar (Molina,1992; Vaslin,1997).

Como consecuencia de las distintas concentraciones, $c_o > c_m$ se origina una presión que se opone al flujo del líquido a filtrar. Este efecto negativo denominado POLARIZACION POR CONCENTRACION, aumenta proporcionalmente con relación al flujo de filtración y a la presión aplicada y cuyo valor, a su vez, está limitado por las características del soluto y de la membrana (Molina,1992; Vaslin,1997) (Figura 8).

En el transcurso de la microfiltración tangencial el efecto de la capa por polarización produce una disminución del caudal de vino filtrado. Esta bajada de caudal no sigue una relación lineal con la presión transmembranar; produciéndose unos comportamientos diferenciados según si las zonas se encuentran más cercanas o lejanas de la membrana, hay una estratificación de la concentración.



Una **primera zona (I)** donde el aumento de la presión transmembranar es lineal y depende de las características de la membrana: número de poros por m^2 , diámetro de poro, espesor de la membrana y de la solución.

Una **segunda zona (II)** donde el aumento de la presión transmembranar favorece el depósito y acumulación de las partículas en la superficie filtrante. Esta colmatación

provoca una resistencia suplementaria a la producción de vino filtrado.

La variación de la resistencia no es lineal. Esta resistencia suplementaria consta de dos partes, una resistencia reversible que se elimina con el lavado con agua caliente o retrofiltraciones y otra irreversible que sólo se elimina con el uso de productos químicos.

El colmatado irreversible se produce en los primeros instantes de la filtración tangencial. Se ve favorecido por la acumulación de turbios en la superficie de la membrana.

El colmatado reversible, sin embargo, aumenta con el transcurso de la filtración, pero al cabo de una a dos horas, se estabiliza.

El fenómeno de la colmatación se produce principalmente en la primera hora de filtración, de ahí que sea importante la adecuación de la presión inicial y el estado de limpieza de la membrana.

Cuando en la **tercera zona (III)** se alcanza una presión determinada el flujo se estabiliza es el momento de la formación de la **capa de polarización de concentración** compuesta por los turbios adheridos a la superficie de la membrana, constituyendo una torta concentrada de material depositado que se opone al aumento del flujo bajo el efecto de la presión.

Aunque la resistencia suplementaria ocasionada como consecuencia de la polarización no puede ser eliminada

totalmente, puede ser controlada mediante una eficaz distribución de la alimentación sobre la superficie de la membrana, aumentando el desplazamiento del retenido a lo largo de la superficie del filtro y reduciendo el espesor de la capa de partículas enturbiantes (Molina,1992).

En la filtración tangencial se establece a lo largo del proceso una capa de régimen, en donde el aporte de sólidos sobre la superficie de la membrana está controlado por la presencia de un flujo de difusión de sólidos, que actúa devolviendo éstos a la corriente principal (Molina,1992).

En general la colmatación de superficie es compleja y se produce por la formación de una capa de polarización, que es una concentración de partículas o moléculas en la superficie de la membrana (polarización por concentración), lo que conduce a la formación de un depósito o gel aumentando, por lo tanto, la resistencia hidrodinámica de la membrana.

La formación de esta capa de polarización y el consiguiente depósito se produce de la siguiente manera:

Cualquiera que sea el régimen de circulación de un fluido en una conducción (laminar o turbulento), existe siempre en la pared una capa de líquido denominada capa límite en la cual el régimen siempre es laminar. En esta capa límite los diferentes estratos se desplazan paralelamente a la pared transfiriendo calor y energía, provocando una resistencia al paso de soluto o solvente.

La separación de los solutos se produce en la superficie de la pared de la membrana pasando unos y siendo retenidos

otros, dependiendo de la permeabilidad de la membrana y del gradiente de presión aplicado lo que produce una variación local de la concentración de la solución en la superficie de la membrana.

El aumento de la concentración en la capa de polarización se debe al movimiento de convección de las moléculas hacia la membrana bajo el efecto del flujo del solvente, y el desplazamiento en sentido inverso por un fenómeno de difusión, de estas mismas moléculas desde la membrana hacia la solución causado por su gradiente de concentración.

Polarización por concentración = convección - difusión

Esta polarización por concentración es la causante de la formación de un depósito (colmatación más o menos reversible) que provoca:

- a) modificaciones de las propiedades físico-químicas de la solución en la zona vecina de la membrana (densidad, viscosidad, difusión de los solutos).
- b) modificaciones en las propiedades de la membrana debido al aumento de las interacciones con los solutos (adsorción de proteínas o de sales, colmatación de los poros). Debido a este fenómeno de colmatación el caudal de filtración se puede modificar notablemente.
- c) un aumento de la presión osmótica a nivel de la membrana, que contrarresta la acción de la diferencia de presión transmembrana aplicada.

Todos estos fenómenos son responsables de variaciones de rendimiento (caudal de filtrado) y de eficacia (tasa de retención).

El fenómeno de ensuciamiento, causado por la adsorción de compuestos por parte de la membrana, es diferente al fenómeno de la polarización por concentración, aunque ambas tengan el mismo efecto, que es el de la reducción del caudal del permeado. Se diferencian en que el caudal, debido al ensuciamiento, no es sensible al aumento del flujo de barrido, al contrario de lo que ocurre con el fenómeno de la polarización por concentración.

El decolmatado en la microfiltración tangencial tiene como objetivo deshacer la capa de material próximo a la membrana y así poder recuperar parcialmente los flujos iniciales.

Las soluciones técnicas más prometedoras que se han probado para efectuar el decolmatado de las membranas se pueden resumir en el siguiente cuadro.

Cuadro n°13. Procedimientos de decolmatación utilizados en la microfiltración tangencial.

Procedimientos de decolmatado	Principio
Parada periódica de la instalación	
Retrofiltración	Inversión del sentido del flujo del permeado (frecuencia de 30 segundos a 2 minutos en sistemas automatizados).
Back-shock	retrofiltración a frecuencia elevada (1 a 3 segundos)
Flujo pulsado	variación automatizada de la velocidad de circulación y de la presión en el circuito del retenido.
Contra presión dinámica	circulación a contra presión del permeado.

Fuente: Vaslin, 1997

La decolmatación por retrofiltración es el más utilizado actualmente en los equipos de última generación. Con este sistema se logra doblar el caudal de producto filtrado, alargar los periodos de filtración (10 a 20 horas) y disminuir significativamente las tasas de retención de coloides.

Para los vinos blancos y rosados se estima que la retrofiltración aumenta la cantidad de vino filtrado en un 116% y una disminución de coloides glucídicos retenidos en un 23%. En cuanto a los vinos tintos, se sigue la misma tendencia y el aumento de volumen de filtrado puede alcanzar hasta un 206% y una reducción del 27% de retención de coloides glucídicos.



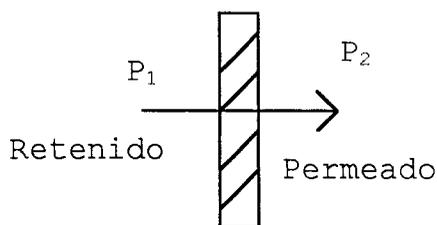
4.3 Ecuaciones modelos de la filtración tangencial.

La ecuación que mejor podría expresar las condiciones de operación, siempre y cuando éstas se consideren idénticas en todo momento y para todos los puntos de la membrana, sería la que expresa básicamente la ley de Darcy y las adaptaciones de ésta según se modifiquen las condiciones en un momento y punto determinado (Tarodo,1992; Warnault,1993).

En esta hipótesis el flujo del solvente puro a través de una membrana, según la ley de Darcy se escribiría:

$$J = \frac{\Delta P}{R_m}$$

donde: ΔP es el operador del incremento, que expresa condiciones finales menos iniciales y R_m la resistencia de la membrana.



$$\Delta P = P_2 - P_1$$

Como existe una caída de presión $P_2 < P_1$, con lo que $P_2 - P_1$ sería negativo, se debe poner el signo menos en ΔP .

$$-\Delta P = -(P_2 - P_1) = P_1 - P_2 > 0$$

La ley de Darcy pasa a la ley de Poiseuille en el caso de un fluido newtoniano en régimen laminar en una conducción cilíndrica si se usa la expresión de la resistencia R_m :

$$J = \frac{d^2}{32.1} \cdot \frac{\Delta P}{\eta}$$

(d, l : diámetro y largo de la conducción (poro); η : viscosidad del permeado).

Considerando la colmatación provocada por la polarización de concentración como un aumento de la resistencia a la filtración y a la vez un aumento de la diferencia de presión osmótica en la membrana, la ley de Darcy se expresaría:

$$J = \frac{(\Delta P - \Delta \Pi)}{R_m + R'}$$

donde $\Delta \Pi$ es el aumento de la presión osmótica y R' la resistencia adicional debida a la colmatación.

En la mayoría de los casos la colmatación se debe a las macromoléculas, especialmente a su concentración y no tanto al efecto sobre la presión osmótica, pero este efecto no se puede menospreciar.

Pero no sólo la capa de polarización, el depósito y la membrana son los causantes de la resistencia a la filtración sino que también se produce una colmatación en profundidad que es el resultante de la penetración y retención mecánica o

físico-química de los materiales en el interior de la red filtrante: depósito y membrana.

Esta colmatación interna constituye otro factor de resistencia a la filtración y está ligada a la disminución de la luz libre del poro. En la práctica se traduce en una lenta disminución del caudal de microfiltración en función del tiempo.

En resumen, la resistencia a la filtración está compuesta por cuatro aspectos:

- capa de polarización
- colmatación debido al depósito externo
- colmatación interna
- membrana

La ecuación global del flujo de solvente se puede expresar por la ecuación de Darcy modificada:

$$J = \frac{(\Delta P - \Delta \Pi)}{R_m + R_c + R_e + R_i}$$

donde: R_m : resistencia de la membrana

R_c : resistencia de la capa de polarización

R_e : resistencia del depósito

R_i : resistencia a la colmatación interior

En la práctica la ley de Darcy no explica completamente todos los factores que intervienen en la filtración, por ejemplo:

- el aumento del flujo de permeado no varía linealmente con la presión aplicada.

- a partir de un determinado ΔP el aumento del flujo depende principalmente de la concentración en solutos de la solución, que influye en la relación convección-difusión.

- además, el efecto de la velocidad tangencial no viene reflejada en las ecuaciones precedentes, siendo este parámetro un factor importante en la microfiltración tangencial.

Para corregir estas omisiones se propone la "Teoría de la película" de Michaels (1968).

Si se denomina J al flujo del solvente a través de la capa límite, la capa de polarización y la membrana y C_s la concentración media en solutos en la capa de polarización, el flujo de soluto hacia la membrana se expresaría:

flujo de soluto = $J \times C_s$, por unidad de superficie.

El flujo de difusión (F) discriminando las moléculas de soluto está dado por la ley de Fick:

$$F = \frac{-D \cdot dC_s}{dx}$$

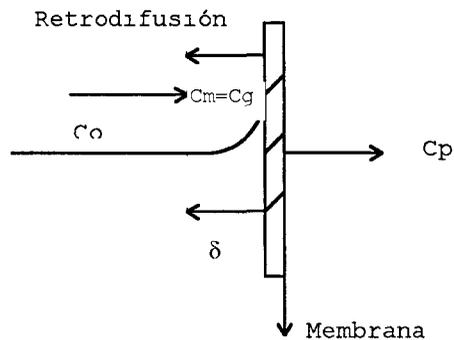
donde: D es la difusión del soluto de la solución, y dx la variación del espesor en la dirección de la filtración.

Si se considera que no todos los solutos son retenidos por la membrana el equilibrio convección-difusión sería:

$$J \cdot C_s - \frac{(-D \cdot dC_s)}{dx} = J \cdot C_p$$

donde C_p es la concentración de la solución en el permeado.

En el caso que se forme una capa de polarización, y la concentración de solutos retenidos en las inmediaciones de la membrana sea lo suficientemente elevada puede llegarse a la formación de una capa gelificada, que provoca una resistencia, no sólo para la transferencia del disolvente, sino también para el soluto, y en muchos casos se puede considerar que la concentración de soluto en el permeado es nula ($C_p = 0$).



Si $C_m = C_g$, la concentración de coloides (pectinas,...) en las inmediaciones de la membrana alcanza el valor de gelificación C_g , la ecuación anterior se puede expresar como

$$J = K \cdot \ln \left(\frac{C_g}{C_0} \right)$$

se dice que controla la capa de gel.

Donde $K = \frac{D}{\delta}$ = coeficiente de transferencia de materia.

δ = espesor de la capa de polarización.

Está claro que esta capa de polarización y el depósito que puede llegar a formar, y que puede ser más o menos espeso, más o menos poroso, más o menos denso, va a ofrecer una resistencia, según sus características juntamente con la que puede provocar la membrana.

Esta ecuación de flujo derivada de la teoría de la película, al igual que la ley de Darcy, dan una explicación incompleta puesto que no consideran factores importantes en la microfiltración tal como la presión transmembrana, la permeabilidad de la membrana o la viscosidad del filtrado.

4.3.1 Factores que afectan el flujo y la tasa de retención

- Diferencia de presión transmembrana

La diferencia de presión (ΔP) no debe ser muy grande ya que aumenta la pérdida de carga y el factor de concentración lo que provoca una diferencia de presión entre aguas arriba y aguas abajo de la membrana que trabaja de forma heterogénea. Es más conveniente mantener constante la diferencia de presión transmembrana a lo largo de toda la membrana con la circulación forzada del permeado. Con esto se logra aumentar considerablemente los rendimientos.

- Concentración del producto tratado

La expresión del flujo

$$J = K \cdot \ln \left(\frac{C_m - C_p}{C_o - C_p} \right)$$

muestra que el aumento de la concentración del producto tratado conlleva una disminución del caudal de filtrado mientras que el coeficiente de transferencia de la materia se mantiene constante.

La variación de la tasa de retención es bastante más compleja puesto que está relacionada con la disposición y la naturaleza de la colmatación, que a la vez depende de la naturaleza y concentración del producto, así como de las interacciones solución-soluto y solución-membrana. También hay que considerar que si la concentración del producto es alta el comportamiento reológico del retenido se puede modificar notablemente y su evolución se debe tomar en cuenta cuando se diseña el aparato.

- Temperatura

El aumento de la temperatura generalmente aumenta el flujo del permeado por disminución de la viscosidad y/o el aumento de la difusividad que comporta. La elección de la modificación de este parámetro está directamente relacionado con el producto a filtrar, ya que se pueden modificar las características nutricionales y organolépticas del producto, así como la formación de precipitados o la aparición de reacciones que modifiquen la colmatación y por tanto el flujo y la tasa de retención.

- Velocidad de circulación

El aumento de la velocidad de circulación del líquido a filtrar es positivo al reducir el espesor de la capa límite y la colmatación.

También se ve influenciada por el diseño de la instalación y el diámetro hidráulico de los conductos por donde circula el líquido.

- Interacciones

Existen interacciones entre solutos, entre soluto-solvente, y con el material de la membrana que están directamente relacionados con la eficacia y los resultados de la microfiltración (Warnault,1993; Tarodo,1992).

5. PRÁCTICAS ENOLÓGICAS PARA LA CLARIFICACIÓN Y ESTABILIZACIÓN DE LOS VINOS.

El propósito de la clarificación y filtración en el proceso de elaboración de vinos es eliminar una parte de algunos componentes del vino que están en exceso, lograr la máxima limpidez y mantenerla frente a cambios físico-químicos.

El término clarificación explica aquellas prácticas enológicas que conllevan la utilización de productos adsorbentes que se agregan al vino para lograr la decantación o precipitación de algunos de los componentes del vino que están en exceso o provocan un enturbiamiento del mismo.

Los agentes clarificantes son de diversa naturaleza y comportamiento, y su utilización no sólo es en función de sus características sino que también se han de considerar los tratamientos realizados previamente al vino.

Algunos ejemplos de clarificaciones serían los que:

- permiten la eliminación de taninos o fenoles polimerizados que dan problemas de color en los vinos blancos especialmente y para lo cual se utilizan clarificantes de la familia de las proteínas: caseína, albúminas, gelatinas, cola de pescado.
- adsorben las proteínas de los vinos, este sería el caso del uso de las bentonitas (arcillas).
- adsorben fenoles de cadena corta, aquí se puede nombrar el PVPP, y el nylon.
- ayudan a la eliminación de olores o sabores desagradables generalmente provocados por un exceso de cobre y/o compuestos

del azufre, el carbón enológico podría ser el clarificante más indicado.

- permiten la eliminación de partículas coloidales o precipitados presentes en el vino, o causados por otros agentes clarificantes.

La filtración es en muchos casos el último paso para lograr que la limpidez sea estable. Algunas veces se realiza después de la clarificación y otras veces ambas se realizan en una operación única (Boulton,1996; Ribéreau-Gayon,1977).

6. REPERCUSIONES DE LA MICROFILTRACIÓN TANGENCIAL EN EL PROCESO DE ELABORACIÓN DE VINOS Y OTROS PRODUCTOS CON BASE DE UVA.

Las referencias sobre este tema se expondrán en orden cronológico ya que a medida que se ha ido experimentando, tanto el diseño de los equipos como las características de las membranas han sufrido modificaciones en función de los resultados de las pruebas de perfeccionamiento.

Así, en cuanto al diseño de los equipos, en los primeros modelos de equipos de microfiltración tangencial la disposición de los módulos era horizontal, lo que se ha ido modificando hacia disposiciones verticales de la actualidad.

Las membranas se han perfeccionado, las tasas de retención de coloides y materia colorante han bajado notablemente, y en cuanto al tamaño de corte de la membrana todos los equipos diseñados para filtración de vinos son de microfiltración tangencial y de diámetro de poro de $0,2\mu\text{m}$.

Se ha pasado de equipos que trabajaban con una sola bomba, que actuaba como bomba de alimentación y circulación, a equipos que trabajan con dos bombas una de alimentación y otra de circulación del producto a filtrar por los módulos.

En unas jornadas sobre ultrafiltración y filtración tangencial en vinos, Feuillat y Bernard (1985), presentaron un trabajo sobre la influencia en la composición coloidal de la filtración tangencial en mostos y vinos.

La filtración tangencial de los mostos o vinos conlleva una disminución del contenido en coloides glucídicos y proteínicos de alto peso molecular. Este efecto se hace más notorio cuanto más bajo es el tamaño de corte de la membrana.

Los vinos de mostos microfiltrados y los vinos testigos sufren una variación del contenido de coloides glucídicos debido a las levaduras de la fermentación alcohólica, aumentando una vez ha acabado ésta, tanto en uno como en otro vino.

Otro aspecto a considerar en los mostos microfiltrados es la modificación de nutrientes del mosto, disminuyendo el contenido en nitrógeno asimilable y aromas primarios, o sus precursores.

Feuillat (1987) realiza un estudio de la influencia de la microfiltración tangencial sobre la composición físico-química en vinos tintos. Los análisis se centraron en polifenoles, coloides glicoproteicos y en las características sensoriales.

Hay una pérdida de color, taninos y coloides. Esto es consecuencia, no sólo de las condiciones experimentales (temperatura, naturaleza de la membrana, caudal), sino también de la edad del vino a tratar y su origen. En el análisis sensorial la microfiltración tangencial afecta más a los vinos de Borgoña que a los vinos de Beaujolais, que serían más jóvenes y con menos cuerpo.

Vinos de Beaujolais 1985.

Las pruebas se realizaron con membranas de porosidad 0,14 μm y 0,06 μm esta última en el límite de la ultrafiltración.

Las densidades de flujo han sido 100 l/(h.m²) para la membrana de 0,14 μm y 83 l/(h.m²) con la membrana 0,06 μm .

Los análisis generales de los lotes de vino indican: -una leve disminución de la intensidad colorante durante la filtración y que se produce tanto en la filtración frontal de tierras como en la microfiltración tangencial. -La concentración de taninos totales tiene la misma evolución. -El nivel de taninos y compuestos fenólicos totales son bajos. - No hay diferencias significativas entre los tratamientos. - Los coloides disminuyen sensiblemente y esta disminución es tanto más intensa cuanto más cerrada es la membrana.

En el análisis sensorial de los vinos filtrados en la experiencia, el vino filtrado tangencial por la membrana M6 fué el mejor puntuado tanto por sus características como por guardar la tipicidad y persistencia respecto al vino en rama que fué el segundo en puntuación. El vino filtrado tangencial por membrana M14 y el vino testigo (vino filtrado por tierras) tuvieron una puntuación similar y la más baja de todos los vinos catados.

El empobrecimiento en coloides totales que provoca la microfiltración tangencial interfiere en la estabilización tartárica provocando una mayor precipitación de cristales de bitartrato que en el vino testigo (Feuillat et al.,1987; Wucherpfenning,1989).

Vinos de Borgoña

El tamaño de poro de la membrana utilizada es de $0,2\mu\text{m}$, en este caso la filtración tangencial no se adapta muy bien a estos vinos ya que hay una disminución del grado alcohólico debido a que el equipo provoca un contacto con el aire, un aumento de la temperatura que son factores que afectan el grado alcohólico y la oxidación.

La intensidad colorante baja al inicio de la filtración y después se estabiliza, pero sin volver a los valores iniciales. Los taninos condensados varían en el curso de la microfiltración, esto podría ser causado por la polimerización provocada por la membrana y más concretamente en el momento de la formación de la capa de polarización en los 20 primeros minutos de la filtración.

La pérdida de coloides es más acentuada en un vino joven que en un vino de crianza debido a que en este último la estabilización coloidal es mejor.

Sobre la incidencia de la microfiltración tangencial en los caracteres sensoriales del vino se concluye que los vinos de crianza más ricos en compuestos fenólicos, como es el caso de los vinos de Borgoña, modifican en mayor medida sus características que los vinos jóvenes como el Baeujolais. La causa puede ser que un vino de crianza ha sufrido una evolución y los compuestos analizados están en equilibrio, más que por una extracción de compuestos.

Peri (1987) encuentra que las diferencias fundamentales entre la UF y la MFT se refieren a la retención de macromoléculas

del vino, especialmente proteínas, compuestos fenólicos y coloides.

La optimización del proceso depende principalmente de la selectividad de las membranas frente a la estabilización de los vinos y de las características organolépticas de los mismos.

Las curvas de permeabilidad muestran una disminución muy rápida en los primeros 30 a 60 minutos y luego se estabilizan. Este fenómeno es típico de los tratamientos por membrana, y está ligado a la cinética de colmatación que sigue una ley exponencial. Además, hay un fenómeno de adsorción selectiva por parte de la membrana en los primeros minutos de la filtración, principalmente compuestos fenólicos.

La permeabilidad aumenta con la velocidad de circulación, pero tampoco se puede elevar demasiado porque provocaría turbulencias. En general se utilizan velocidades de circulación de 2 a 3 m/s. La temperatura favorece la permeabilidad pero puede afectar a la calidad del vino. La permeabilidad aumenta con la presión. Las presiones de alimentación utilizadas van de 3 a 5 bares.

En 1987 los problemas que planteaba la microfiltración tangencial eran: la elección del tamaño de poro de la membrana, evitar la oxidación por la cantidad de veces de recirculación que sufría el vino y tener los sistemas con depósito abierto de alimentación, disminuir la velocidad de circulación (4 a 6 m/s) porque provocaba aumento de temperatura, aunque mejoraba la permeabilidad, mejorar los

sistemas de lavado de las membranas para lograr mantener la permeabilidad a niveles constantes. Todavía estaban en fase experimental y se habían filtrado muy pocos litros y menos a escala industrial.

Lüdemann (1987) en filtración de vinos con microfiltración tangencial recalca el efecto positivo de "buck flushing" para limpiar la membrana. La colmatación de la membrana no la causan las partículas groseras, sino más bien los coloides, como por ejemplo betaglucanas o polisacáridos.

Recomienda el uso de productos químicos para limpiar las membranas cada cierto número de horas, por ejemplo cada 20 horas aproximadamente.

Los factores que influyen en la calidad del filtrado en microfiltración tangencial son: la naturaleza del material de la membrana, tamaño de poro, condiciones de monitorización del proceso (velocidad circulación, bombas, no participación del oxígeno).

Serrano et al.(1988) en los primeros estudios de ultrafiltración, indican que los caudales son bajos, hay retención de polisacáridos y materia colorante con efecto sobre el color de los vinos tintos, hay pérdida de grado alcohólico, de compuestos fenólicos totales y esta pérdida es mayor cuanto más rico y evolucionado es el vino.

Con la ultrafiltración se mejora la estabilidad tartárica, pero en vinos blancos la estabilidad proteica no se asegura.

Se recomienda la microfiltración tangencial para evitar variaciones importantes en los parámetros químicos de la composición del vino. En resumen un tratamiento de filtración tangencial no debe modificar la composición macromolecular de los vinos ni sus características organolépticas.

Jünge (1988) en un estudio sobre el efecto de la ultrafiltración y microfiltración tangencial en vinos, concluye que no hay diferencias en los parámetros convencionales entre un vino microfiltrado y la filtración convencional por tierras. Hay pérdidas de coloides y hay una estabilización del color. La estabilización tartárica se realiza más rápidamente que en los vinos filtrados por tierra.

Peri et al.(1988a) probaron tres tipos de corte de membranas. En vinos blancos, y para los parámetros convencionales no se encuentran diferencias. Las diferencias significativas se producen en el contenido de coloides, la turbidez y la DO a 420nm , respecto al tratamiento por tierras, pero no afecta a las características organolépticas del vino.

En vinos tintos la retención de los compuestos fenólicos no es selectiva y depende de la naturaleza de las membranas y es mucho mayor (70-80%) en la ultrafiltración 100 que en la microfiltración de 0,2 μm . Los coloides no sufren una variación importante posiblemente porque la gran proporción de coloides en los vinos tintos tienen un peso molecular mayor de 10^5 Daltons. Sí se considera que hay una retención de coloides en el interior de las membranas provocando una colmatación.

Como conclusión, Peri et al. (1988a) recomienda no utilizar la ultrafiltración en vinos. La membrana de microfiltración de 0,2 μm parece tener mejores prestaciones, pero con problemas de limpidez en vinos tintos; propone membrana con tamaño de corte de 0,1 μm .

Peri et al. (1988b) estudian la incidencia de la microfiltración tangencial sobre los coloides del vino y dicen que las membranas de microfiltración retienen poco los coloides y compuestos fenólicos. El efecto sobre la turbidez es variable, algunas veces da vinos límpidos y a veces velados.

Con membranas de corte medio entre micro y ultrafiltración, la retención de coloides es elevada pero limitada de los compuestos fenólicos. Los filtrados son perfectos en cuanto a limpidez.

Con las membranas de ultrafiltración la retención de coloides es total y además los vinos tintos se presentan decolorados por la retención de antocianos.

Brillouet et al. (1989a,b) trabajan sobre la estructura de los polisacáridos de la uva y de la levadura. Los coloides glucídicos en enología, son los polisacáridos provenientes de la baya y de la levadura. Los polisacáridos solubles son un conjunto complejo de polímeros pécticos.

Los coloides glucídicos del vino (sustancias pécticas de la uva y mananas de la levadura) son retenidos parcialmente por la membrana, por lo tanto, el vino microfiltrado es pobre en polisacáridos solubles.

Los polisacáridos tienen una gran importancia en enología por sus propiedades físico-químicas: colmatado de superficies filtrantes, impedimento de la sedimentación de lías, acción de coloides protectores en la precipitación tartárica, etc..

Vilavella et al. (1990) estudian el comportamiento de un equipo de microfiltración tangencial con membrana orgánica de tamaño de poro de 0,2 μm dispuesta en un módulo horizontal, haciendo un seguimiento de todo el proceso de filtración. Los parámetros convencionales no sufren variación.

En este estudio se concluye que es imprescindible mejorar el tipo de bomba, el diseño y la disposición horizontal de los módulos. El sistema de retrofiltrado por impulsos se presenta esperanzador para obtener mejores rendimientos de las membranas.

Zironi et al. (1990) realiza pruebas con un equipo con membrana de polipropileno de 0,2 μm de tamaño de poro. Los vinos presentan una velocidad de precipitación del tartrato de potasio más alta que los vinos filtrados por sistemas convencionales, debido a la reducción de coloides que provoca la microfiltración tangencial.

La disminución de la catequina se debe más a un fenómeno de oxidación por efecto del oxígeno disuelto que por una retención directa de la membrana. En el caso de los polifenoles, la macromolécula coloidal quedaría adsorbida en la membrana.

Ferrarini et al. (1991) trata el tema de la filtración de los mostos con un sistema de microfiltración tangencial. Desde el punto de vista de la limpidez los mostos filtrados por microfiltración tangencial son mejores que los obtenidos por flotación. Pero para poder filtrar estos mostos, previamente deben haber estado tratados para así obtener mejores caudales de filtración.

La microfiltración tangencial con cartuchos de fibra hueca permiten obtener unos mostos más estables, reduciendo el contenido de sustancias fenólicas y nitrogenadas polimerizadas. La retención de coloides y pectinas modifica las características futuras del producto permitiendo la filtración estéril. De esta manera se puede obtener mosto dulce, zumo de uva estéril o semifermentados.

Berger (1991) realiza pruebas con un equipo Romicon de 4 módulos de 6 m² cada uno, cartucho de fibra hueca asimétrica de polisulfona de diámetro de poro inferior a 0,2 µm. Indica las ventajas de la microfiltración tangencial: automatización del proceso, fácil funcionamiento, estabilización del vino tan pronto ha acabado la fermentación alcohólica y/o la fermentación maloláctica; pero también los inconvenientes principalmente debido a la escasa densidad de flujo volumétrico 30 l/h.m² para vinos tintos en rama; la retención de macromoléculas y acción sobre el color, depreciando a veces el producto. En vinos blancos en rama la densidad de flujo fue de 45 l/h.m².

Según el tipo de vino a tratar el efecto de la microfiltración tangencial sobre los vinos jóvenes es menor en comparación con los vinos filtrados por tierras. En cambio

cuando los vinos a tratar son vinos de crianza hay diferencias importantes en el color, pérdida de intensidad colorante, se cree que la causa de este efecto es el diámetro de poro.

En el aspecto microbiológico, la microfiltración tangencial reduce la población bacteriana de 2 a 3 veces en tintos y total en blancos, la levadura desaparece totalmente tanto en blancos como en tintos.

El impacto de esta técnica sobre las características organolépticas del vino es pequeña, sólo destacable en cuanto al color en vinos tintos de crianza y pérdida de estructura en boca en algunos casos.

En el tema de los polifenoles hay muy pocas diferencias, sólo que el vino microfiltrado tiene menos antocianos totales y libres que el vino testigo, pero por otra parte tiene más antocianos combinados.

La microfiltración tangencial provoca desplazamientos de equilibrios, pero no retención de antocianos por parte de la membrana. Es decir, que esta técnica produce una rápida evolución del color por polimerización durante la filtración pero este color es más estable.

En estudios realizados por Will et al. (1991) con vinos de Riesling y membranas de ultrafiltración con adición de coloides, los resultados de la cata de preferencia no fueron significativos debido a que la compleja estructura coloidal tiene mayor influencia tecnológica que sensorial.

Irrmann (1992) resume las ventajas del uso de la microfiltración tangencial en la enología:

MOSTOS:

La clarificación obtenida en mostos microfiltrados es excelente se puede lograr una lectura de turbidez de 0,5 a 1 NTU, la eliminación de levaduras y bacterias lácticas es total.

La composición nitrogenada cambia porque las proteínas disminuyen, pero el nitrógeno asimilable no sufre variaciones perceptibles. Los que sí acusan el tratamiento de microfiltración tangencial son los coloides glucídicos, las pectinas disminuyen alrededor de un 60% y los polisacáridos un 70%.

Debido a la falta de población de levaduras hay una ralentización del inicio de la fermentación en estos mostos por lo que necesitan de la adición de levaduras seleccionadas para realizar una fermentación alcohólica correcta. Al ser más lento el inicio de las fermentaciones hay un aumento de la acidez volátil en los vinos elaborados a partir de estos mostos.

El color de los vinos provenientes de mostos microfiltrados presenta menos capa que el de los vinos provenientes de mostos defangados.

Organolépticamente los vinos provenientes de mostos microfiltrados se consideran más finos, más ligeros con menos estructura, faltos de tipicidad, francos.

Por las modificaciones provocadas en los vinos provenientes de mostos microfiltrados no es una técnica recomendable para este nivel del proceso, además que no se justifica económicamente, existiendo otras técnicas (filtro rotativo al vacío) para clarificar mostos. Se justificaría en caso de mostos alterados por podredumbre, variedades poco finas, elaboración de nuevos tipos de vinos, etc.

ZUMOS Y MOSTO ESPUMOSO:

El mosto obtenido se trata de la misma manera que si fuera para desfangar y posterior fermentación, pero se conserva en tinas estériles ya que están desprovistos de levaduras y bacterias lácticas, pero son inestables ante las proteínas y el bitartrato de potasio.

El tratamiento con bentonita y el frío estabiliza los zumos y no es necesario recurrir a la pasteurización, con lo cual la calidad organoléptica del producto mejora sensiblemente.

Los mostos una vez microfiltrados pueden ser tratados con dióxido de carbono para obtener mosto espumoso.

PRODUCTOS PARCIALMENTE FERMENTADOS:

La microfiltración tangencial en unión a la centrifugación permite parar la fermentación alcohólica en un nivel interesado de azúcar o alcohol sin tener que recurrir a dosis excesivas de dióxido de azufre.

También se puede utilizar para controlar la fermentación maloláctica principalmente en vinos blancos para mantener el equilibrio ácido sin necesidad de agregar cantidades altas de dióxido de azufre o acidificar.

VINOS:

Los primeros ensayos con filtración tangencial tenían como objetivo obtener la clarificación y estabilización de los vinos con una sola filtración, de ahí que se utilizaran la micro y ultra filtración asociadas.

Las pruebas con ultrafiltración dieron como resultado una degradación de la calidad del producto por lo que se abandonó este proceso.

Se siguieron los estudios sólo con la microfiltración con el objetivo de estabilizar el vino frente a los microorganismos y proteínas. Se observó que no se soluciona el problema de la estabilidad proteica y de la estabilidad tartárica de los vinos, por lo que hay que efectuar otro tratamiento para eliminar las proteínas y favorecer la precipitación de cristales de tartrato en el tratamiento de frío.

VINOS BLANCOS:

La microfiltración se utiliza en vinos blancos porque presenta mejores caudales de filtración que en los vinos tintos. Generalmente se procede a una clarificación con bentonita después del final de la fermentación alcohólica y posteriormente se realiza la microfiltración para estabilizarlo microbiológicamente y se pasa a la estabilización tartárica y se realiza otra microfiltración justo antes de embotellar.

Según las membranas utilizadas se ha observado una disminución de coloides glucídicos y proteicos de alto peso molecular. En cambio en el resto de parámetros

físico-químicos no se constatan variaciones significativas. Organolépticamente no hay diferencias significativas en la calidad con respecto a vinos tratados con la tecnología tradicional.

VINOS TINTOS:

Presentan más problemas que los blancos y los caudales de filtración son menores. En este tipo de vinos es importante considerar las características del vino y el estado de elaboración en que se encuentra.

La microfiltración tangencial acelera los fenómenos de condensación taninos-antocianos, disminuye la cantidad de coloides que son soporte de los aromas, provoca una disminución de la intensidad colorante pero a la vez la estabiliza.

Dependiendo del tipo de vino, la microfiltración tangencial se puede incorporar al proceso de elaboración de vinos tintos: -en el caso de los vinos tintos jóvenes después de una clarificación para estabilizarlo microbiológicamente, después del tratamiento por frío, en la filtración fina y antes del embotellado.

En vinos de crianza y reserva antes del embotellado, después de la clarificación y antes del tratamiento por frío si es necesario.

Otro uso de esta técnica de filtración sería la filtración de lías de centrífuga y de los tratamientos de clarificación para recuperar el máximo de volumen de vino de calidad. En



experiencias realizadas en Francia se ha logrado recuperar del 94 al 95% del volumen filtrado.

Ferrarini (1992) dice que las proteínas responsables de la inestabilidad del vino se caracterizan por tener un peso molecular menor a 50.000 Daltons. Cuando se utiliza filtración tangencial la membrana debe realizar el corte a 30.000 Daltons lo que provoca una caída en el caudal de filtración que resulta del todo antieconómico el sistema por lo cual se debe recurrir a la bentonita para tratar el vino y dejarlo estable proteícamente.

En cuanto a la retención de polifenoles, ésta se produce principalmente sobre los de poco peso molecular, y debido a la selectividad de la capa de polarización y no al tamaño de poro de la membrana.

En pruebas de microfiltración tangencial realizadas con un equipo Romicon en vino blanco joven y vino tinto de crianza los parámetros analíticos convencionales: alcohol, azúcar, dióxido de azufre, acidez volátil, pH, ácido málico, ácido láctico, aloholes superiores no sufrieron ninguna variación.

El efecto de la microfiltración en la intensidad de color del vino tinto se debe a que actúa sobre los polifenoles inestables y responsables de la tonalidad amarilla.

La única modificación importante se realiza sobre los sólidos en suspensión, la pectina y los coloides glucídicos. Los turbios se eliminan totalmente, en cambio la pectina y los coloides glucídicos tienen una sensible disminución.

Otro dato importante es la retención de polifenoloxidasas que efectúa la microfiltración tangencial, con lo cual se logra una resistencia de los vinos a la oxidación enzimática.

El análisis organoléptico no indica diferencias significativas entre las técnicas convencionales y la microfiltración tangencial, pero las catas deben efectuarse una vez el vino microfiltrado haya tenido un tiempo de reposo.

Los caudales obtenidos con un equipo de 16 cartuchos y una superficie aproximada de 100 m² es en vinos blancos de 2,5 hl/h por cartucho y en vino tinto de 2 hl/h, trabajando el equipo unas 20 horas. Estos datos son relativos porque depende en gran medida de la cantidad de sólidos en suspensión, pectinas, coloides y polifenoles que tiene el vino a filtrar. Al cabo de 3 a 4 horas de filtración la permeabilidad de la membrana se estabiliza.

Para recuperar la permeabilidad inicial se ha recurrido a lavados con agua y cada 60 horas de trabajo del equipo con agua, sosa y cloro, logrando una velocidad de filtración cercana a la inicial.

Se reduce el tiempo de la estabilización tartárica respecto a la filtración convencional y también el nivel de potasio es más bajo que en vinos filtrados por tierras.

Moutounet (1992) hace las siguientes consideraciones:

1. No se debe usar la ultrafiltración en vinos, y el límite de tamaño de corte de las membranas de microfiltración es 0,1 μm .

2. Se debe buscar dentro del proceso de elaboración de vinos el punto más idóneo para su aplicación, tanto para vinos blancos como tintos.

3. Él cree que la microfiltración tangencial debe ir enfocada más a nuevos productos que a vinos de calidad.

4. La microfiltración tangencial a 0,1 μm no estabiliza a los vinos blancos frente a la quiebra proteica y que éste es un gran problema en Francia, que hasta el momento usan el tratamiento con bentonita, y últimamente las dosis han subido bastante con la consiguiente pérdida de aromas.

5. De las partículas en suspensión en el vino, las de alto peso molecular no están en gran cantidad en el vino y son las que se eliminan en la microfiltración. En Francia, Feuillat dice que no hay que eliminarlas, porque favorece la estabilidad de la espuma en los vinos espumosos. En cambio, en Alemania son partidarios de eliminarlas porque provocan problemas de clarificación.

Serrano et al. (1992) en un estudio de comparación realizado con diferentes membranas de microfiltración tangencial y la filtración frontal con tierras de diatomeas indican que: tanto la filtración por tierras como la tangencial con membranas minerales respetan el color amarillo y los polifenoles totales, en cambio las membranas orgánicas provocan una disminución importante del color y de los polifenoles totales. En compuestos volátiles las membranas minerales son las que más retienen este tipo de compuestos pero en un sistema de decolmatación por inversión del flujo se recupera una parte de compuestos volátiles.

Repiten las mismas consideraciones hechas en otros artículos para los polifenoles totales en vinos tintos. La filtración

por tierras no retiene polifenoles pero sí que conlleva una reorganización del equilibrio entre antocianos libres y combinados con taninos. Las membranas orgánicas retienen más macromoléculas coloidales que las minerales y que la filtración por tierras.

Las pérdidas de vino residual son pequeñas y mejoran las obtenidas en las filtraciones por filtro rotativo de vacío.

Zironi et al. (1992) trabajan con un equipo Romicon de fibra hueca de 1,1 mm de diámetro, cartucho tubular de polisulfona y membrana asimétrica. Equipo de 2 cartuchos con 12 m² de superficie filtrante.

Hay diferencias de flujo entre vino blanco y tinto, por la diferente carga coloidal de cada uno de ellos. En el caso del vino blanco hay una caída brusca del flujo y luego se mantiene constante o la disminución es muy lenta. En cambio, en los vinos tintos el flujo inicial es menor pero se mantiene durante más tiempo. La capa de polarización se forma más rápidamente en la filtración de un vino blanco a un vino tinto. El factor principal que influye en el flujo es el contenido coloidal del vino.

También resalta que la limpidez que confiere la microfiltración tangencial es máxima.

López-Bonillo (1992) en una recopilación de artículos publicados sobre filtración tangencial habla de los conceptos básicos de la filtración tangencial, de las membranas: características, disposición. De las condiciones de operación

en enología. Efectos sobre las características de los vinos filtrados en vinos blancos, tintos y en mostos.

En vinos blancos y tintos la microfiltración tangencial presenta mejores resultados en la clarificación y estabilización de los vinos, los parámetros analíticos tradicionales como grado alcohólico, azúcar, acidez total y volátil, pH, análisis organoléptico y componentes volátiles no sufren variaciones respecto a la filtración tradicional frontal. En cambio cuando se utiliza la ultrafiltración 10000-50000 A° se observa que hay algunos parámetros que se modifican, especialmente los que se consideran de estructura por lo que no se recomienda esta técnica para los vinos.

Bonmatí et al. (1993) en estudios realizados con vinos rosados y tintos de Cataluña sobre el efecto de la filtración en profundidad utilizando filtros de placas abrillantadoras se ha destacado que se produce una retención de proteínas que va del 16 al 21%, cuando se pasa a nivel de placa esterilizante la retención oscila entre el 28 y el 32%.

En cuanto a los fenoles totales la retención es del 10% aproximadamente en placas abrillantadoras y del 17% en placas esterilizantes. Esta retención se observa en la intensidad colorante principalmente y por lectura a 420nm, lo que indica que actúa más intensamente sobre los taninos amarillos.

De los coloides glucídicos la placa abrillantadora retiene entre el 10 y 20% de las pectinas iniciales, en cambio la placa esterilizante oscila entre el 38 y 45%. Esto indica que el poder colmatante de estos compuestos es muy importante a

considerar si se quiere filtrar un vino por este tipo de placas sin pasar previamente por otro tipo de filtración.

Los componentes minerales analizados que tienen participación en precipitaciones de tipo coloidal o cristalinas no se vieron afectados por la filtración de placas tanto abrillantadoras como esterilizantes.

Dornier et al. (1993) en trabajos realizados en vinos de palma utilizando membranas minerales de 0,1 μm y 0,2 μm los resultados de la filtración tangencial son esperanzadores en referencia tanto a la límpidez como a la esterilización del producto. En cuanto a las características organolépticas del producto el panel de degustadores los prefirió puesto que presentan aromas y gustos más francos y agradables.

Moutounet et al. (1993) estudia el colmatado de las membranas de microfiltración tangencial y dice que: la microfiltración tangencial se puede utilizar directamente sobre los vinos turbios sin necesidad de tratamientos previos. Esto permite la simplificación del proceso de elaboración de vinos, evitando etapas de clarificación y filtración frontal sucesivas. Es una técnica que permite el trabajo continuado y automatizado.

No es una técnica muy empleada en el sector enológico debido a su alto costo y que no se conoce bien su efecto sobre algunos compuestos del vino directamente relacionados con los fenómenos de colmatación poco conocidos.

En este trabajo se estudian los problemas de colmatación de la membrana provocados por las macromoléculas del vino.

Define la colmatación como el conjunto de fenómenos que provocan una reducción del flujo transmembranar en un periodo de tiempo. Aquí se incluye la polarización molecular, el sedimento en la superficie y la incrustación interna en la membrana.

El colmatado de las membranas de microfiltración tangencial no está directamente relacionado con la concentración de turbios en el vino sino de su naturaleza.

La colmatación producida es principalmente una colmatación de superficie. Macromoléculas y bacterias son retenidas por la acción de tamizado y se acumulan en la membrana, formando una segunda membrana o "membrana dinámica" con tamaño de poro menores al de la capa filtrante. Esto explica que sean retenidas moléculas de tamaño inferior al tamaño de poro nominal de la membrana. Se ha podido constatar que mientras mayor es la colmatación por retención de macromoléculas mayor es la reducción del flujo transmembranar.

Las macromoléculas retenidas son de naturaleza polisacárida y proteínica de alto peso molecular y que están en pequeñas cantidades en los vinos en rama. Su acumulación progresiva con el tiempo en la superficie de la membrana explica en parte la no estabilización inicial del caudal. Otro tipo de macromoléculas que se encuentran en el depósito son las de naturaleza polisacárida ácida (ramnogalacturonas) que aún cuando no tienen un peso molecular alto se retienen por interacción con el material de la membrana. Se encuentran principalmente adsorbidas en la superficie o dentro de la membrana y también en la capa de gel de la membrana.

Serrano et al. (1993) hace una comparación entre la microfiltración tangencial y el filtro de vacío para filtrar bajes de clarificación y trasiegos.

La calidad del filtrado, la retención microbiana es mejor en la filtración tangencial que en el del filtro de vacío.

El filtro de vacío provoca una mayor pérdida de gas carbónico y compuestos volátiles, y respecto a los polifenoles totales tiene la misma incidencia que la microfiltración tangencial. En cambio, los polisacáridos sufren una reducción más importante con el tratamiento de microfiltración tangencial que con el filtro de vacío.

En cuanto a rendimiento, el filtro de vacío es mejor en este aspecto que la microfiltración tangencial para este tipo de productos: bajes de clarificación y lías.

Vogt (1993) trabaja con un equipo Filtrox con membrana capilar de polisulfona de 0,2 μm , a 3 m/s, con estructura de poro asimétrica para facilitar el decolmatado.

Da resultados de flujos medios para vinos en rama blancos y tintos:

1. Vinos recién acabada la fermentación maloláctica

tintos: 40 - 60 l/h.m²

blancos: 50 - 70 l/h.m²

2. Prueba industrial

tintos 90 l/h.m² sobre 350 hl de vino filtrado

rosados 130 l/h.m² sobre 470 hl de vino filtrado

blancos 150 l/h.m² sobre 590 hl de vino filtrado

3. Después de 2000 horas de funcionamiento

tintos 56 l/h.m²

rosados 88 l/h.m²

blancos 91 l/h.m²

Will et al. (1993) comparando efectos sobre la filtración en profundidad y tangencial, en vinos tintos tratados por pasteurización súbita y por maceración, se observó que las sustancias de alto peso molecular afectan más a la filtración en profundidad que a la filtración tangencial.

René y Maingonnat (1993) han estudiado la aplicación de la técnica de microfiltración tangencial en la cerveza, para obtener la limpidez del producto, y simultáneamente la esterilización del mismo para evitar la pasteurización súbita.

Los primeros resultados son esperanzadores, pero existe el mismo problema que en el vino, los caudales de filtración aún son bajos y el coste de los sistemas de filtración tangencial son elevados. Se recomienda especialmente el perfeccionamiento de las membranas y el rendimiento del aparato.

En principio en cuanto a la calidad organoléptica del producto no se presentan grandes problemas.

Serrano (1994) en Burdeos, en los ensayos realizados con vinos blancos comparando filtración con tierras y microfiltración tangencial con membranas orgánicas y minerales indican que es posible obtener vinos brillantes, pobres en microorganismos a partir de vinos muy turbios,

presentando los problemas de caudales muy pequeños, rápida colmatación y retención más o menos importante de macromoléculas, que pueden afectar las características químicas y organolépticas del vino.

En términos generales todas las filtraciones tienen una incidencia de mayor o menor grado sobre la composición química de los vinos. Algunas tienen una débil influencia, en otras es más acusada su incidencia, esto está en función de la calidad de la clarificación obtenida.

La filtración con precapa de tierras y escasa permeabilidad, puede modificar de forma notable la estructura macromolecular del vino, si bien la acción de la filtración tangencial es aún más drástica. Los filtros de prensa y los rotativos al vacío provocan pérdida de gas carbónico.

La filtración por placas permite una perfecta estabilización microbiológica de los vinos embotellados sin afectar demasiado la composición química del vino.

El análisis organoléptico realizado por separado de cada una de las filtraciones no indican diferencias importantes, por lo tanto las modificaciones de composición química son las que realmente se aprecian.

La utilización de la filtración tangencial en vinos después del tratamiento con clarificantes permite obtener vinos con una buena calidad de limpidez, mejor que con una filtración con precapa de tierras. Las nuevas membranas presentan una menor incidencia sobre la estructura macromolecular del vino, pero sigue el inconveniente de rendimiento de la

filtración, lo que hace que la rentabilidad aún sea antieconómica para las empresas.

Flak (1994) realiza un estudio en vinos tintos de crianza austriacos, no indicando diferencias analíticas básicas en vinos con un año de crianza filtrados por tierras o por microfiltración. La precipitación tartárica fué mayor en el vino filtrado por tierras y el vino microfiltrado tangencialmente presentaba menos coloides.

En catas realizadas en diferentes épocas no se detectaron diferencias entre los vinos, ni preferencias marcadas por uno u otro tipo de técnica de filtración utilizadas.

Delfini (1994) prueba un equipo Romicon de 2 módulos, 300 a 600 l/h, de membrana orgánica polisulfona de 0,2 μm , tipo fibra hueca, 6,6 m^2 por módulo, porosidad nominal 1mm con un mosto de moscatel y un vino tinto.

No hay diferencias en la analítica convencional entre el vino tratado y el vino testigo. La eficacia está en el tratamiento microbiológico, ya que se obtienen productos filtrados casi estériles. No se consigue la total eliminación de microorganismos por las condiciones de uso de la instalación.

Spera (1994) realiza pruebas para obtener mosto estéril con la filtración tangencial. Utiliza un mosto clarificado con bentonita, gel de sílice y gelatina luego filtrado por membranas de retención de PM 50.000, 100.000, 200.000 y de microfiltración de 0,2 μm de tamaño de poro. El producto es de buena calidad pero los rendimientos son muy bajos, por lo que resulta antieconómico a nivel industrial.

Thuleau (1994) reseña el funcionamiento del equipo Vaslin-Bucher de microfiltración tangencial con un nuevo tipo de membrana de 0,2 μm con un débil poder de retención de coloides y macromoléculas. Es apto para vinos blancos, tintos, secos o licorosos.

Wörner (1994) indica que en estudios realizados la caída del flujo se debe más a la colmatación por coloides que por microorganismos. Los factores que influyen en el flujo son: los polisacáridos disueltos, su estructura, carga, peso molecular, tanto sean neutros como ácidos.

Ferreira (1996) estudia el colmatado de las membranas de microfiltración tangencial por la interacción entre los componentes del vino y las membranas poliméricas utilizadas en la microfiltración tangencial y que tienen influencia en la disminución del flujo de permeado. Los análisis se han realizado sobre los capilares de las fibras de las membranas. Concluyendo que el material que se deposita en la membrana es principalmente materia orgánica: polisacáridos, polifenoles y en este caso de taninos condensados, derivados hidroxicinámicos y pigmentos rojos no determinados.

Nioncel (1996) resume las consideraciones de distintos profesionales sobre la microfiltración tangencial. Algunos técnicos son escépticos frente a este sistema de filtración.

Como ventajas destacan el aumento de la productividad, la seguridad, la disminución de residuos, la minimización de pérdidas de producto.

La microfiltración tangencial simplifica el proceso tecnológico al disminuir las etapas de clarificación con productos, decantaciones y filtraciones frontales sucesivas. Con la microfiltración tangencial el proceso se puede automatizar rebajando las pérdidas.

El producto a filtrar circula con una velocidad suficiente para permitir la decolmatación continua de la membrana. Con esto se logra obtener en una sola operación la limpidez y la estabilización microbiológica del vino independientemente de su carga de turbios y/o de microorganismos.

Las membranas pueden ser orgánicas (acetato de celulosa) o minerales (de aluminio en soporte cerámico, de óxido de zirconio en soporte de carbono) utilizadas principalmente en lechería.

Thuleau (1996) expone los resultados sobre un trabajo realizado para observar la incidencia de la concentración de partículas micrónicas.

El estudio está basado en el acoplamiento de la técnica de centrifugación y de la microfiltración tangencial. Para llevarlo a cabo se recurrió a una centrífuga de 12000 g en periferia. Con esto se logra eliminar el 99% de levaduras y el 90% de bacterias y para la microfiltración dos tipos de membranas: una inorgánica de Carbono (mineral), y otra orgánica de polietersulfona, ambas con el mismo tamaño de corte 0,2 μm .

La utilización de estas dos técnicas en régimen continuo tiene un solo consumible, la electricidad.

La centrifugación no tiene efecto sobre la retención de macromoléculas, principalmente polisacáridos; pero sí fuertemente en la cantidad de partículas de un vino. Por ejemplo, la turbidez puede ser reducida de 50 a 13 NTU con centrifugación.

El beneficio que se obtiene en el flujo de permeación con diferentes membranas si el vino ha sido previamente centrifugado es notable. En cuanto a los polisacáridos también existe un beneficio, hay una menor retención por parte de las membranas.

En el cuadro siguiente se presenta un resumen de distintas filtraciones tangenciales efectuadas con un equipo Vaslin Bucher con diferentes tipos de vinos y zonas, trabajando con enjuagados intermedios.

TIPO DE VINO	CANTIDAD FILTRADA (hl)	DENSIDAD DE FLUJO MEDIO ÚTIL l/(h.m ²)
Blanco seco- Vino filtrado después fermentaciones y un trasiego	23 500	de 30 a 75 Media = 55
Rosado seco- Vino filtrado después fermentaciones y un trasiego	26 200	de 30 a 58 Media = 48
Tinto- Vino filtrado después fermentaciones y un trasiego	32 800	de 28 a 50 Media = 40
Espumoso rosado- Vino filtrado después fermentaciones y un trasiego	8 800	de 33 a 45 Media = 40
Espumoso blanco- Vino filtrado después fermentaciones y un trasiego	19 800	de 30 a 50 Media = 38
Espumoso blanco de vendimia alterada- Vino filtrado después fermentaciones, un trasiego, vino difícil de filtrar por tierras	2 300	de 32 a 37 Media = 34
Blanco seco- Vino filtrado después fermentaciones, un trasiego y una filtración por tierras	5 600	de 65 a 90 Media = 80
Rosado seco- Vino filtrado después fermentaciones, un trasiego y una filtración por tierras	11 800	de 75 a 100 Media = 87
Tinto- Vino filtrado después fermentaciones, un trasiego y una filtración por tierras	8 400	de 57 a 117 Media = 80

TIPO DE VINO	CANTIDAD FILTRADA (hl)	DENSIDAD DE FLUJO MEDIO ÚTIL l/(h.m ²)
Espumoso blanco- Vino filtrado después fermentaciones, un trasiego y una filtración por tierras.	1 200	de 37 a 55 Media = 44
Tinto- Vino filtrado después fermentaciones, un trasiego y una filtración con centrífuga.	5 000	Media = 58
Espumoso sobre lías después de toma de espuma (Cuve close) 2 bar presión	55 600	de 58 a 66 Media = 62
Vino aguja de uva sobre lías. 1.5 bar	59 800	de 25 a 33 Media = 29
Sidra seca	2200	de 45 a 55
Sidra dulce	1 000	de 35 a 50

En las catas realizadas en el año 1996 de los vinos filtrados con el equipo Vaslin Bucher se concluye que:

1. Los vinos filtrados siempre son preferidos a los mismos vinos pero en rama.
2. Cuando se compara la filtración por tierras con la filtración tangencial no hay una clasificación jerárquica, a veces son los vinos de filtración tangencial los preferidos y en otros los filtrados por tierras.
3. La técnica de la filtración tangencial no produce ningún empobrecimiento y desestructuración de los vinos tratados; no hay un depreciación cualitativa del producto, lo que es muy positivo.