

Tangenciálna filtrácia pri ošetrení vína

663.25 663.257.2

Ing. ROBERT WALTER, Komplexný výskumný ústav vinohradnícky a vinársky, š.p., Bratislava

Klíčová slova: víno, tangenciálna filtrácia, kvalita

Jedným z cieľov výrobcov vína je získať iskrivé a stabilné víno. Zaužívaná metóda na získanie takéhoto vína po prekvasení je čírenie bentonitom, tanínom, želatinou, s nasledovnou kremelinovou filtráciou naplavovacími filtrami, doskovou filtráciou cez azbestocelulózne filtračné dosky, odzárodokujúcou filtráciou (EK) a prípadne membránovou filtráciou pred plnením. Každý stupeň filtrácie prináša okrem zvýšenej spotreby pracovného času i rad problémov. Pri kremelinovej filtrácii je to problém so stratami vína a odpadom použitej kremeliny. Dosková filtrácia prináša problém použitého azbestu, pričom u nás používané EK-filtračné dosky sú výlučne z dovozu. A na koniec membránové sviečkové filtre sa vo vinárstve

v ČSSR používajú zatiaľ veľmi obmedzene, sú pomerne drahé a možno ich použiť len po ostrej EK-filtrácii.

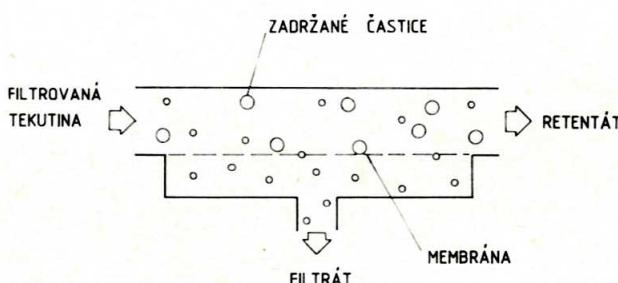
Ponúka sa možnosť všetky tieto stupne filtrácie nahradieť jedinou filtriáciou. Touto filtriáciou je tangenciálna (cross-flow) filtrácia. Cieľom tohto článku je oboznámiť s princípom tejto filtrácie ako i s výsledkami niektorých doterajších laboratórnych a prevádzkových pokusov pri použití tohto druhu filtrácie.

1. PRINCÍP A ROZDELENIE TANGENCIÁLNEJ FILTRÁCIE

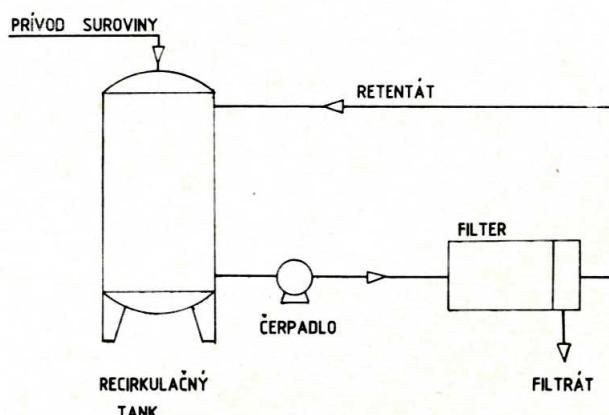
V 80-tych rokoch vystupuje do popredia tangenciálna, nazývaná i cross-flow, filtrácia. Je to filtrácia cez mem-

brány. Podľa prieplustnosti membrán hovoríme o mikrofiltrácii (0,1 až 10 μm), ultrafiltrácii a reverznej osmóze. U posledných dvoch sa prieplustnosť neudáva v jednotkách dĺžky, ale v relatívnej molekulovej hmotnosti zadržaných látok. O ultrafiltrácii hovoríme pri membránach 10^3 — 10^6 .

Cross-flow filtracia znamená filtračiu s príčnym tokom, t.j. filtrát odteká v smere kolmom na smer prúdu filtrovaného média. Prítom filtrovaná tekutina prúdi veľkou rýchlosťou nad povrhom membrány, čím membránu neustále omýva. Veľká rýchlosť prúdenia je dosahnutá veľmi malými prietocnými prierezmi (obr. 1). Takéto usporiadanie, na rozdiel od stacionárnej filtracie, zabraňuje, alebo zmierňuje tvorbu vrstvy kalu na povrchu membrány. Filtrované médium sa po pretečení filtrom zachytáva v recirkulačnom tanku ako retentát, odtaľ pomocou obehového čerpadla znova prúdi cez filter. Filtrát sa zachytáva zbernými kanálmi (obr. 2). Membrány sú uložené do uzavretých jednotky nazývanej modul. Podľa tvaru membrán rozoznávame moduly s dutými vláknenami, kapilárne, rúrkové, špirálové a doskové moduly. Pri použití konkrétnego modulu rozhodujú vlastnosti ako vymeniteľnosť jednotlivých membrán, kompaktnosť, veľkosť plochy na jednotku objemu a ďalšie.



Obr. 1. Princíp tangenciálnej (cross-flow) filtracie.



Obr. 2. Schéma zapojenia filtra pri tangenciálnej filtračii.

Pôvodne sa o tangenciálnej filtračii hovorilo len v súvislosti s ultrafiltráciou. Túto techniku zavedli najmä firmy Abcor, DDS, Millipore, Amicon, Sartorius a u nás Výskumný ústav liehovarov a konzervární. Pri tangenciálnej ultrafiltrácii sa používajú asymetrické membrány z rôznych materiálov odolných proti lúhom, kyselinám a teplotám 40 až 80 °C. Povrch týchto membrán je hladký, pôry sa v smere toku filtrátu rozširujú, čím je zadržaná možnosť zanesenia membrán kalmi. Hrúbka tejto vrstvy je asi 2 μm . Spodnú časť membrány tvorí pôrovinatá nosná vrstva. Použitie ultrafiltrácie je veľmi široké. Zatiaľ uplatnila svoje prednosti v chemickom a potravinárskom priemysle, v lekárstve a vo farmaceutickom priemysle.

V posledných rokoch skúmajú výrobcovia týchto zariadení pri filtrovaní vína spojiť techniku tangenciálnej filtracie s mikrofiltráciou a tým vzniká tangenciálna

mikrofiltrácia. Membrány používané pri tangenciálnej mikrofiltrácii bývajú drsné, zväčša symetrické, t.j. pôrovitost membrány je po celej hrúbke rovnaká. Vzniká určitá možnosť zanesenia a tvorenia vrstvy na povrchu a nasledujúce zmenšenie filtračného výkonu. Pomocou zaraďania spätného toku filtrátu cez membránu v určitých intervaloch počas filtracie možno filtračný výkon zvýšiť a oddaliť zanesenie membrány.

Výsledky aplikácie tangenciálnej mikrofiltrácie v praxi v rôznych vinárskych zväzoch a pivničných hospodárstvach v NSR popisujú skupiny odborníkov od firiem Seitz, Sartorius, Schenk, Millipore vyrábajúcich cross-flow zariadenia [1 až 11].

2. PRAKTICKÉ SKÚSENOSTI S TANGENCIÁLNOU FILTRAČIU VÍNA

Jedna zo sérií pokusov s tangenciálou filtračiou bola vykonaná na zariadení fy Schenck s membránami fy Millipore s celkovým filtračným povrhom $9,2 \text{ m}^2$, stočenými v špirálových moduloch, o pôrovitosti 10^4 — 10^5 . Ďalej boli použité ploché membrány $3 \cdot 10^5$, $0,2 \mu\text{m}$ a $0,45 \mu\text{m}$ [1].

Najskôr bola vyskúšaná tangenciálna ultrafiltrácia s nasledujúcimi poznatkami:

- filtračný výkon stúpol so zvýšením teploty o 1°C o 2 až 3 %,
- konečná koncentrácia kalov v zvyškovom víne bola asi 15% hmot.,
- po 2 až 3 hodinách filtracie sa dosiahol rovnovážny stav medzi koncentráciou kalov a spätnou difúziou na povrchu membrány a počas ďalších 20 až 24 hodín sa filtračné parametre menili len minimálne,
- nebolo poznať podstatné rozdiely vo filtračnom výkone pri filtraции čírených a nečírených vín.

Priekom filtrovaného vína bol od 130 do $680 \text{ l.m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$. So zvyšovaním tohto priekomu sa zvyšoval filtračný výkon a pomer filtrátu k retentátu sa pohyboval od 1:13 po 1:15. Avšak kvôli šetrnému zaobchádzaniu s produkтом je výhodnejší nižší priekom. Najperspektívnejšie sa ukázali membrány $3 \cdot 10^5$.

Priamo po tangenciálnej filtračii boli degustované vína veľmi zmenené („rozbite“). Degustácie po 4 týždňoch ukázali nasledovné výsledky:

Vína filtrované cez membrány 10^4 boli horšie ako východiskové alebo klasickým spôsobom filtrované vína. Vína filtrované membránami nad 10^5 neboli horšie ako východiskové, až pri konci filtracie bolo víno označené ako „zlomené“, zoxidované.

Nasledovali pokusy s tangenciálou mikrofiltráciou vína. Počiatovo filtračný výkon bol vysoký, avšak v priebehu filtracie značne klesol, čo možno pripisať tvorbe vrstvy kalov. Pomer filtrát : retentát bol spočiatku 1:2, po 16 h klesol na 1:13.

Čírenie vína malo značný vplyv na filtrovatelnosť. Napríklad po 6 až 7 h filtrovania bol výkon u číreného vína cez $0,45 \mu\text{m}$ membrány. Zvýšenie výkonu bolo do vína cez $0,45 \mu\text{m}$ membrány. Zvýšenie výkonu bolo dosiahnuté spätným oplachom, čím sa sice nezabránil zánašaniu membrán, ale sa iba oddiali.

Z vína s obsahom 3% hmot. kalov po 15 h filtračie s priemerným výkonom $75 \text{ l.m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ ostali 2% zvyšku vína s obsahom asi 85% kalov. Pri použití čírenia a odstredenia možno dosiahnuť zvýšok vína 0,8 až 0,7% hm. Zlepšenie filtrovatelnosti možno dosiahnuť vyššou teplotou a aplikáciou rôznych enzymových preparátov.

Analytické skúšky neučkávali žiadne rozdiely medzi takto filtrovanými a pôvodnými vínami. U červených vína sa mierne znížil obsah SO_2 a zároveň bol pozorovaný vriazivý vplyv mikrofiltrácie na farbu červených vína. Senzorické hodnotenia ukázali že vína po tangenciálnej mikrofiltrácii boli veľmi podobné pôvodným vínam.

Dalšia séria pokusov bola vykonaná na zariadení fy Seitz-Filter-Werke s kapilárnymi membránami fy Enka-Membrana [2]. Použité Enka Microdyn — kapilárne membrány majú pôrovitost $0,2 \mu\text{m}$ a sú zvlášť odolné pri spätnom oplachu. Vnútorný priemer kapilár je $1,8 \text{ mm}$. Zväzok kapilár uzavretých v plášti tvorí modul

s filtračným povrchem 10 m^2 . V praktických podmienkach, t.j. pri nepretržitých cykloch najmenej 20 hodín dosahoval tento modul priemerný výkon $55 \text{ l} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$. Výrobcom zaručená trvanlivosť je 3 500 prevádzkových hodín. Skúsenosti však ukázali že skutočná trvanlivosť bola podstatne vyššia. Filtrovaných bolo 70 bielych a červených vín z troch rokov v rozličných štadiách zrelosti.

Spočiatku boli tiež pokusy s ultrafiltráciou vína, ktorou možno oddeliť bielkoviny a triesloviny a tým odstrániť čírenie. Ukázalo sa, že mnohé spočiatku bezchybné filtriáty ďalšou oxidáciou fenolov a vyzrážaním sa znova zakalili. K tomu treba dodať, že vína boli silno ochudobnené a stratili na odrodovej skladbe.

Dospelo sa k výsledku, že zabránenie zákalov vo víne a dosiahnutie ich dobré filtrovateľnosti nie je možné bez uvaženého čírenia. I tu sa ako perspektívna ukázala tangenciálna mikrofiltrácia vína bezprostredne po čírení. Boli vyskúšané viaceré postupy:

- Postup odstredenie, čírenie, kremelinová filtračia, mikrofiltrácia, sa neosvedčil. Pri všetkých skúškach vykázali kremelinou filtrované vína s nasledujúcou mikrofiltráciou horšiu filtrovateľnosť ako nefiltrované vína.
- Postup odstredenie, čírenie, mikrofiltrácia sa osvedčil vždy, keď treba rýchle stočiť veľké množstvá vína a filtračný výkon, ktorý je k dispozícii nie je dostačujúci.
- Postupom čírenie, mikrofiltrácia možno s minimálnymi nákladmi v jednom pracovnom cykle isto a efektívne dosiahnuť číre víno.
- Samotnou mikrofiltráciou možno víno hned po kvásení bez problémov filtrovať. Často však takto spracované vína dlhodobo uložené neboli stabilné, nezabránilo sa následnej tvorbe zákalov.

Porovnanie nákladov ukázalo, že mikrofiltrácia nepožaduje v žiadnom prípade vyššie náklady ako doterajšie systémy. Analýzy neukázali negatívne rozdiely s konvenčnými postupmi. Degustácie ukázali vždy, že vína po mikrofiltrácii po čase odleženia mali zreteľné senzorické prednosti oproti viacstupňovo filtrovaným vzorkám.

Odbornici fy Sartorius odskúšali v prevádzke zariadenie Sartoflow s rovnými membránami s pôrovitosťou $0,2 \mu\text{m}$, vrstvenými v doskových moduloch [3]. Dve membrány tvoria úzku štrbinu, ktorou prúdi médium. Membrány sú usporiadane do modulov, blokov a jednotiek, ktorých môže byť 1, 2 alebo 4 s povrhom asi 35 m^2 . Filter sa regeneruje raz týždenne, pri použití zvlášt kálnych vín i častejšie, aby sa dosiahol požadovaný výkon.

Zariadenie Sartoflow sa používalo i pri viac zakaleňých vínach. Tangenciálna mikrofiltrácia sa skúšala vždy asi 2 dni po čírení proti bielkovinovým a kovovým zákalom. Ukázal sa veľký význam mikrofiltrácie v tom, že sa zadržia farbivá v červenom víne, ktoré by sa mohli vyzrážať vo flaši.

Vína po tangenciálnej mikrofiltrácii vykazovali značne lepšiu filtrovateľnosť pri filtreции cez membránové sviečkové filtre. Napriek vysokému podielu koloidov vo vínach r. 1986 sa docielilo pri konečnej filtrácii cez sviečkové membránové filtre značné zvýšenie výkonu [3].

Po mikrofiltrácii neboli rozdiely v čistote vína — všetky boli iskrivé. Ďalší dôkaz pre silné odstránenie koloidov je, že takto filtrované vína vykázali spontánne vypadávanie vínneho kameňa. Vo všetkých prípadoch ukázali organoleptické skúšky, že vína filtrované zariadením Sartoflow boli rovnocenné, alebo lepšie ako vína filtrované klasickým spôsobom.

Ďalšia skupina, ktorá sa zaoberala tangenciálnou mikrofiltráciou vína, opisuje okrem iného aj tvorbu vrstvy kalov na povrchu membrány. Vznik tejto vrstvy závisí od povrchu, materiálu membrány (rozhodujúce sú drsnosť, iónové a hydrofóbne vzájomné pôsobenie), tlakového rozdielu (od určitého tlakového rozdielu sa filtračný výkon nevyzýva), rýchlosťi prúdenia nad membránou, turbulencie, teploty média, spôsobu a periodičnosti čistenia a spätného oplachu počas filtrecie.

Skupina použila zariadenie fy Sartorius-Sartoflow — systém s filtračným povrchem 56 m^2 a pôrovitosťou

membrán $0,2 \mu\text{m}$ [4]. Bolo filtrované $5 \cdot 10^3 \text{ hl}$ tangenciálnou metódou a 10^4 hl konvenčným spôsobom. Filtračný výkon závisel od druhu vína: pri červených vínach $18-62 \text{ l} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ a pri bielych vínach 53 až $90 \text{ l} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$. Kombinovaným ošetroňom muštu pektolytickými enzymami, číriacimi prostriedkami a odstredením hrubých kalov sa dosiahlo zvýšenie filtračného výkonu. Výsledky skúšok ukázali, že po mikrofiltrácii nenastali vo vínach žiadne podstatné zmeny. Mikrofiltrácia ovplynila príaznivo farbu červených vín. Analýzy neukázali žiadne zmeny, mikrobiologické skúšky ukázali, že vína po mikrofiltrácii boli biologicky bezchybné. Degustácie rozlične filtrovaných vín nasledovali po 6 mesiacoch. Z bielych vín boli najvyššie hodnotené nečírené vína, filtrované tangenciálnou mikrofiltráciou; o málo nižšie hodnotenie získali vína čírené, odstredené a filtrované tangenciálnou mikrofiltráciou. Vína odstredené a filtrované cez doskové filtre získali nepriaznivejšie hodnotenie. U červených vín boli rozdiely medzi rôznym spracovaním menšie. Najlepšie boli hodnotené vína odstredené a filtrované tangenciálnou mikrofiltráciou.

Skúšky ukázali, že vo vínach po tangenciálnej mikrofiltrácii rýchlejšie vypadol víny kameň — niekedy už po 24 hodinách.

Všetky uvedené filtračné zariadenia na tangenciálnu filtreciu boli riadené počítačom s pružným programom, s možnosťou automatickej, bezobslužnej 24hodinovej pre-vádzky. Všetky parametre, ako prietok, tlak, periodičnosť a doba trvania spätného oplachu, zmena smeru toku filtrovanej tekutiny, minimálny a maximálny výkon udržiaval počítač podľa nastaveného programu.

Kedže tangenciálna mikrofiltrácia dovoluje filtrovať i nesedimentované kálne vína (so zaradením odstredívky), ponúka sa možnosť kontinuálneho čírenia vína.

Všetky skúšky, s malými rozdielmi, ukázali, že tangenciálnou mikrofiltráciou filtrované vína boli kvalitnejšie, alebo aspoň rovnocenné s vínami filtrovanými klasickým spôsobom. Straty vína boli menšie, ako pri použití kremelinovej a doskovej filtrecie. Pri použití kálosov alebo rotačných vákuových filtrov na filtreciu zvyškov vína, možno tieto straty ešte znižiť. Nezanedbatelné je to, že pri mikrofiltrácii odpadá odstraňovanie filtračných prostriedkov.

Ďalšia výhoda tangenciálnej mikrofiltrácie je, že možno takto filtrovať vína hned po prekvásení, čím sa dosiahne sterilný produkt a zamedzí sa nežiadúcemu odbúravaniu kyselín v málo kyslých vínach.

Z uvedených výsledkov vidno, že tangenciálnu filtračnú techniku možno výhodne použiť na mikrofiltráciu vína, avšak pri dodržaní určitých potrebných podmienok a technologických postupov. Zavedenie do praxe je podmienené vykonaním radu skúšok, čo je vlastne úloha výskumu.

Lektoroval doc. Ing. Fedor Malík, CSc.

Literatúra

- [1] KOHLER, H. J., OECHSLE, D., MINOTH, W.: Deutsche Weinbau, **40**, 1985, s. 518
- [2] BINNIG, R., LÜDEMANN, A.: Deutsche Weinbau, **42**, 1987, s. 1122
- [3] WILDE, W., BERRES, H. L., BECK, H.: Weinwirtschaft Technik, 1987, s. 19
- [4] KARBACHSCH, M., POTOTSCHNIGG, F., BAUER, R.: Deutsche Weinbau, **42**, 1987, s. 1114
- [5] BROKEŠ, P., HLAVAČKA, V.: Technické noviny, **31**, 1983, č. 34, s. 3
- [6] ACKERMANN, P.: Neue Filtermedien zur Weinfiltration. Innovationen in der Kellerwirtschaft. Stuttgart-Killesberg, 1986. Internationales Symposium O. I. V.
- [7] Prospektový materiál fy DDS Filtration, Nakskov, Dánsko, Moderné Membran Technologie, 1987
- [8] Prospektový materiál fy DDS Filtration, Nakskov, Dánsko, Mikrofiltration, Ultrafiltration and Reverse Osmosis, 1988
- [9] Prospektový materiál fy Sartorius, Göttingen, NSR, Prozessfiltration, 1988
- [10] Prospektový materiál fy Abcor, Wilmington, USA, Klärung von Fruchtsaft mittels Ultrafiltration, 1986
- [11] Prospektový materiál fy Abcor, Wilmington, USA, Ultrafiltration — der Unterschied, 1986

Walter, R.: Tangenciálna filtrácia pri ošetrení vína.
Kvas. prům., 35, 1989, č. 3, s. 71—74.

Článok oboznamuje s princípom tangenciálnej filtrácie ako i s výsledkami niektorých doterajších laboratórnych a prevádzkových pokusov pri použití tohto druhu filtriace. Všetky skúšky ukázali, že tangenciálnou mikrofiltráciou filtrované vína boli kvalitnejšie, alebo aspoň rovnocenné s vínami filtrovanými klasickým spôsobom. Straty vína boli menšie, ako pri kremelinovej a doskovej filtriaci. Taktô filtrovať vína je možno hned po prekvarení, čím sa dosiahne sterilný produkt a zamedzi sa nežiadúcemu odbúravaniu kyselín v málo kyslých vínoch. Zavedenie do praxe je podmienené vykonaním radu skúšok.

Вальтер, Р.: Тангенциальное фильтрование при обработке вина. Квас. прум. 35, 1989, № 3, стр. 71—74.

Статья знакомит с принципом тангенциального фильтрования и с результатами некоторых проведенных лабораторных и эксплуатационных опытов с применением этого типа фильтрования. Все испытания доказали, что при помощи тангенциального микрофильтрования фильтрованные вина были более качественные или по качеству равные винам, фильтрованным классическим способом. Потери вина оказались меньше чем при применении пластинчатого и кремнеземного фильтров. Таким образом можно фильтровать вина сразу после сбраживания, чем достигается стерильный продукт и исключается не-требуемое расщепление кислот в мало кислых винах. Внедрение в практику обусловлено проведением ряда испытаний.

Walter, R.: Tangential Flow Filtration of Wine. Kvas. prům., 35, 1989, No. 3, pp. 71—74.

The principle of the tangential flow filtration as well as the results of some experiments performed on a laboratory and large scale are described. Wines filtered by microfiltration using the tangential flow apparatus were better or of the same quality than those filtered by classical procedure. Also wine losses were lower in comparison to the filtration with kieselgur. The microfiltration can be applied immediately after the fermentation that avoid further acid dissimilation in wines with a low acidity. This wine treatment can be applied on the large scale after more detailed experiments.

Walter, R.: Tangentiale Filtration bei der Weinbehandlung. Kvas. prům., 35, 1989, Nr. 3, S. 71—74.

Der Artikel erörtert das Prinzip der tangentialem Filtration und informiert über die Ergebnisse der bisherigen Labor- und Betriebsversuche bei Anwendung dieses Filtrationsprinzips. In allen durchgeföhrten Versuchen zeigte sich, daß die tangential mikrofiltrierten Weine von besserer Qualität oder wenigstens qualitätsgleichwertig den klassisch filtrierten Weinen waren. Die Weinverluste waren geringer als bei der Kieselgur- oder Plattenfiltration. Die tangentiale Mikrofiltration kann unmittelbar nach der Vergärung appliziert werden, wodurch ein steriles Produkt gewonnen und der unerwünschte Abbau der Säuren in wenig saueren Weinen vermieden wird. Vor der Einführung der Mikrofiltration in die Praxis ist die Durchführung mehrerer Versuche unerlässlich.