

Microfiltração de vinho por cartuchos

Quando falamos em filtração, seja qual for o tipo, podemos defini-la como um processo mecânico ou físico através do qual se faz a remoção de sólidos e/ou microrganismos em fluidos, sejam eles líquidos ou gasosos, pela interposição de um meio filtrante. Entende-se como a separação entre uma fase sólida em suspensão e a fase líquida em que esta se encontra.

O objeto da filtração pode ser a fase sólida ou, como é o caso dos vinhos, a fase líquida.

Quando falamos em filtração, seja qual for o tipo, podemos defini-la como um processo mecânico ou físico através do qual se faz a remoção de sólidos e/ou microrganismos em fluidos, sejam eles líquidos ou gasosos, pela interposição de um meio filtrante. Entende-se como a separação entre uma fase sólida em suspensão e a fase líquida em que esta se encontra. O objeto da filtração pode ser a fase sólida ou, como é o caso dos vinhos, a fase líquida.

Nas diferentes técnicas de filtração utilizadas em vinhos e mostos, há sempre a retenção da fase sólida suspensa no vinho ou mosto. Essa fase sólida pode ser constituída por impurezas orgânicas resultantes da prensa (mostos) ou vinificação como sejam as frações proteicas e de polissacarídeos (pectinas e glucanas), coloides, microrganismos e ainda as impurezas minerais resultantes das interações químicas que ocorrem durante o processo de vinificação (ex. bitartaratos).

Embora vários métodos sejam utilizados na clarificação do vinho, desde a filtração por terras, filtração por placas, centrifugação, filtração tangencial entre outras, a filtração por cartuchos é a filtração de referência a utilizar na fase final, imediatamente antes do enchimento.

A filtração do vinho faz-se essencialmente por dois motivos:

- **Clarificação** – É o processo de filtração para a obtenção de limpidez do vinho. O consumidor desvaloriza o vinho com qualquer grau de turvação, mesmo que inócuo. A turvação é

percecionada como uma falha da qualidade e da conservação do vinho, salvo em vinhos de estágio.

- **Estabilização** – É o processo de filtração para garantir a conservação da limpidez ao longo do tempo. Os precipitados que se encontram muitas vezes em vinhos estão associados a instabilidade química e/ou microbiológica.

A clarificação do vinho é um processo que decorre em diversas etapas e utilizando-se diferentes metodologias: sedimentação, centrifugação, colagem e filtração pré-engarrafamento. Os vinhos jovens têm uma maior carga em suspensão pelo que é sempre conveniente um período de sedimentação/estabilização antes da colagem e filtração. Os vinhos de estágio (ex: barrica), por outro lado, já sofreram a sedimentação possível, apresentando-se normalmente mais límpidos, dispensando assim uma filtração muito apertada.

O meio filtrante não é mais do que a barreira que é interposta na passagem do vinho. No caso dos cartuchos de filtração, pode ser constituído por uma membrana de material poroso ou por uma camada de fibras de diferentes materiais cuja constituição e disposição afetam diretamente a sua capacidade filtrante. Os meios filtrantes mais utilizados são, dependendo dos objetivos pretendidos e do filtrado: aço inox, fibra de vidro, nylon, poliéster, polipropileno, polietersulfona (PES), politetrafluoretileno (PTFE) e fluoreto de polivinilideno (PVDF).

A construção dos cartuchos de filtração varia em função do tipo de cartucho, do tipo de filtrado em que vai ser empregue e dos encaixes utilizados no *housing*. Quando falamos de cartuchos de filtração, podemos fazer simplisticamente uma grande divisão entre cartuchos de filtração em profundidade e cartuchos de membrana (filtração superficial). Enquanto os primeiros se destinam a uma pré-filtração ou proteção dos cartuchos de membrana, estes últimos são normalmente utilizados para a filtração final, ou seja, são a última linha de defesa para a proteção do vinho engarrafado.

Os filtros de profundidade (Fig. 1) podem ser constituídos por uma camada única ou por várias camadas sobrepostas. Estas podem ser homogêneas ou heterogêneas sendo normalmente as camadas interiores de menor porosidade relativa que as exteriores. Este tipo de filtro não pode ser testado quanto à sua integridade já que não existe uma barreira a transpor. A sua eficiência é normalmente determinada com base na retenção de partículas. Embora tenham uma ação significativa na redução da carga microbiana em suspensão, não são esterilizantes.

A retenção de partículas e microrganismos é feita à superfície e em profundidade ao longo da sua matriz (Fig. 2). A sua área de filtração é baixa e corresponde à superfície externa do cartucho, pelo que o caudal de vinho é também mais reduzido.

Já os filtros de membrana são utilizados para a redução da carga microbiana dos fluidos ou mesmo para a sua eliminação. As partículas são igualmente retidas, desde que o diâmetro destas seja superior à sua porosidade, mas colmatam rapidamente pelo que se recomenda sempre a utilização sequencial de pré-filtros para a sua proteção. Dado que o meio filtrante é uma membrana, podem ser testados quanto à sua integridade. Por outro lado, a sua eficiência é determinada normalmente com base na retenção microbiana,



Figura 1.

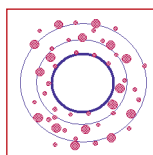


Figura 2.



Figura 3.

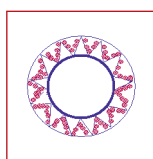


Figura 4.

usando microrganismos de referência (ex.: *Pseudomonas diminuta*).

A retenção de partículas e microrganismos é feita unicamente à superfície da membrana (Fig. 4). A sua área de filtração é mais elevada, pelo que o caudal é também mais elevado. Para o conseguir, utilizam-se técnicas de montagem das membranas em pregas, majorando a área útil de filtração. Essas pregas podem ser isotrópicas (Fig. 3 A) ou assimétricas (Fig. 3 B). Neste último caso, é otimizado o espaço disponível para o pregueado, aumentando-se assim a área de superfície de filtração em relação a A.

Uma das questões que normalmente levanta muitas dúvidas quando se fala de cartuchos de filtração é a sua eficiência. A classificação dos cartuchos de filtração tem normalmente associada à sua porosidade uma determinada eficiência. Infelizmente a metodologia empregue pelos diferentes fabricantes para determinar essa eficiência não estão estandardizados, pelo que a mesma eficiência dada pelos diferentes fabricantes representa por vezes coisas muito diferentes. Em termos gerais, e dependendo do fabricante, a classificação de eficiência como Nominal ou Absoluta tem diferentes especificações podendo a Nominal referir uma retenção de 90% a 98% e a Absoluta uma retenção de 98% a 99,99%. Um outro ponto a considerar quando falamos da eficiência é que a mesma é determinada pelo fabricante em condições laboratoriais. Estas, muitas vezes não têm tradução na prática, já que não é considerada a forma das partículas, a pressão diferencial nas condições de operação (ex.: caudal pulsante) ou mesmo a existência de colóides que têm uma elevada ação colmatante.

Para a determinação dessas eficiências, os diferentes fabricantes recorrem a diversos índices como seja o Índice Beta (β_x). Este é uma medida da seletividade de um filtro em relação a partículas de uma dada dimensão e é definido pela razão entre

Tabela 1 – Comparação entre cartuchos de profundidade e membrana

Parâmetro	Filtro de profundidade	Filtro de membrana
Eficiência	Absoluta ou Nominal	Absoluta ou Nominal
Partículas deformáveis	Recomendado	Não (perigo de colmatção)
Partículas não deformáveis	Sim (partículas > dimensão)	Sim (partículas < dimensão)
Caudal	Baixo	Alto
Custo unitário	Menor	Maior
Substituição do conjunto	Maior	Menor
Custo <i> housings</i>	Maior (> n.º de cartuchos)	Menor (< n.º de cartuchos)
Teste de integridade	Não testável	Testável

o número de partículas de uma dada dimensão, a montante e a jusante do filtro:

$$\beta_x = \frac{Nm}{Nj}$$

Sendo x a dimensão das partículas a considerar, Nm o n.º de partículas > x µm a montante do filtro por unidade de volume e Nj o n.º de partículas > x µm a jusante do filtro por unidade de volume. Assim, a Eficiência (%) de um filtro (normalmente de profundidade) está relacionada com o Índice Beta através da fórmula:

$$E(\%) = \frac{\beta_x - 1}{\beta_x} \times 100$$

Um outro índice utilizado como indicador da performance de um filtro (normalmente de redução da carga microbiana ou de esterilização) para um dado microrganismo (ex.: *Oenococcus oeni*), é o Título de Redução (TR). Este, relaciona a concentração do microrganismo a montante e a jusante do filtro pela seguinte fórmula:

$$TR = \frac{\text{Log } C_m}{\text{Log } C_j}$$

Sendo Cm a concentração do microrganismo a montante do filtro e Cj a concentração a jusante do filtro, ambas expressas em logaritmos decimais.

Uma questão de interesse para produtores tem a ver com o caudal e o volume máximo de vinho possível de filtrar com um conjunto de cartuchos de filtração. Claro que quanto maior o volume de vinho filtrado com um conjunto de cartuchos, menor o seu custo. Há vários fatores que influenciam diretamente quer o caudal quer o volume máximo de vinho filtrado.

O caudal, ou seja, a quantidade de vinho que passa por um dado sistema por unidade de tempo, é uma função de vários fatores que se podem relacionar pela fórmula:

$$C = \frac{(S * \Delta P * M)}{\gamma * E}$$

Sendo S a superfície filtrante, P a pressão exercida sobre a superfície filtrante, M a permeabilidade da superfície filtrante, γ a viscosidade do fluido a filtrar e E a espessura da camada filtrante. Sob o ponto de vista operacional, é de todo desejável evitar paragens desnecessárias, por exemplo para a regeneração ou substituição dos cartuchos de filtração devido a colmatagem, ou tendo-se de interromper a operação para realizar uma filtração adicional através da utilização, por exemplo de outros métodos de filtração (ex.: filtração com terras diatomáceas). Todas estas situações geram custos de produção e contribuem para a contaminação do sistema.

A turvação do vinho que vai ser filtrado, por exemplo, é um fator primordial a ter em conta. Quanto maior a turbidez, entendida como uma medida da suspensão de sólidos a remover durante a filtração, menor será o volume de vinho filtrado com um conjunto de cartuchos até haver colmatagem. Note-se contudo que dois vinhos com a mesma turbidez podem ter valores de índice de colmatagem muito diferentes, pelo que um não substitui o outro. Assim, podemos estimar a filtrabilidade do vinho através do Índice de Colmatagem. O mesmo é determinado com base num ensaio muito simples efetuado em laboratório, recorrendo a um equipamento onde se procura duplicar as condições de operação da palete de filtração, nomeadamente na porosidade da membrana e tipo de material que se pretende utilizar. Com este ensaio pode-se avaliar a ação colmatante que o vinho vai ter sobre os filtros, otimizando-se assim a operação e salvaguardando a possibilidade de colmatagem dos cartuchos com todos os fatores negativos daí resultantes. Este índice é dado pela fórmula:

$$IC = T_{400} - 2T_{200}$$

Sendo T_{400} o tempo em segundos que demora a passar no filtro um volume de 400 mL do vinho e T_{200} o tempo em segundos que demoram a passar no filtro os primeiros 200 mL. Quanto mais baixo o valor, mais fácil a filtração do vinho. Normalmente considera-se para uma filtração esterilizante o $IC < 20$. Se $IC > 20$ há perigo de colmatagem rápida pelo que pode ser necessária uma filtração prévia. O IC deverá ser sempre realizado nas mesmas condições (pressão constante a 2 bar). É normal usar uma membrana de 0,65 µm, com 25 mm diâmetro, mas mais importante é manter um registo histórico dos ensaios realizados e, com base neste, estimar a possibilidade de colmatagem.

Ao longo da vida útil dos cartuchos (Fig. 5: A – B), o diferencial de pressão de trabalho tem tendência para aumentar, sendo esse aumento muito brusco na sua fase final, ocorrendo então a colmatagem. A colmatagem dos filtros depende diretamente do tipo e quantidade relativa dos sólidos presentes em suspensão. Podemos encontrar partículas não deformáveis como sejam os precipitados finos e os cristais que têm normalmente um baixo impacto em termos de colmatagem. Já as partículas deformáveis, como é o caso das proteínas, coloides, glucanas (provenientes de *Botrytis cinerea* em anos de mau estado sanitário), gomas e outras têm normalmente um elevado impacto em termos da colmatagem dos filtros. Os

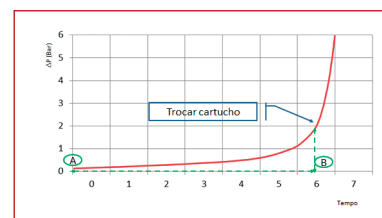


Figura 5.

microrganismos, devido à sua pressão interna elevada, comportam-se como não deformáveis em pressões normais de filtração, podendo contudo em certos casos comportar-se como partículas deformáveis, contribuindo assim para o agravamento da colmatação dos filtros.

Um recurso que o produtor pode utilizar para estimar o volume máximo de vinho que pode filtrar com um conjunto de cartuchos é o volume máximo filtrável (V_{max}). É um índice que é usado em conjunto com o Índice de Colmatação e é dado pela fórmula:

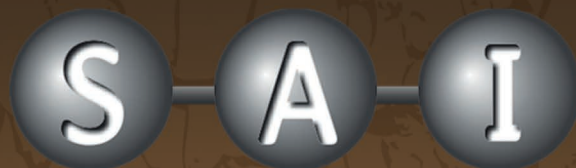
$$V_{max} = \frac{T_2 - T_1}{\frac{T_2}{V_2} - \frac{T_1}{V_1}}$$

Sendo T e V respetivamente o tempo decorrido e o volume de vinho filtrado em dois momentos. Considera-se que para se obter uma boa clarificação com um bom caudal, ou seja, em boas condições de operação, que o $IC < 20$ e o $V_{max} > 5000$.

O dimensionamento do número de cartuchos a utilizar por cada *housing* e o número de *housing*s em linha, deverá garantir o dobro do caudal necessário para a linha de enchimento de modo a assegurar um tempo médio de vida/custo razoável. Embora as membranas possam suportar pressões diferenciais elevadas, é recomendável trabalhar em baixas pressões, não ultrapassando as pressões recomendadas pelo fabricante, otimizando assim o processo de filtração e a vida útil dos cartuchos.

A manipulação dos cartuchos deve obedecer a algumas regras simples, de modo a evitar danificar a estrutura dos cartuchos ou a superfície filtrante. Ao substituir os cartuchos no *housing*, deve-se abrir a embalagem dos cartuchos pelo fundo, segurando verticalmente o cartucho pela manga plástica, evitando tocar a sua superfície com as mãos nuas. Devem-se humedecer os *o'rings* e a sede (encaixe) do *housing* com água limpa de modo a lubrificar a rotação do cartucho (dependendo do tipo de encaixe) e evitar danificar os *o'rings*. A maior parte das falhas reportadas do teste de integridade realizados em cartuchos de membrana são devidas a falhas nos *o'rings* (juntas de vedação) e não a falhas da membrana propriamente dita.

O teste de integridade é um teste simples e rápido que permite ao produtor avaliar o estado do cartuchos e garantir assim que a filtração será efetuada nas melhores condições. Sendo os cartuchos de filtração, particularmente os de membrana, a última linha de defesa que o produtor tem para garantir a ausência de contaminações indesejáveis, é de todo recomendável que o mesmo seja realizado periodicamente. O teste é efetuado ao sistema fechado, ou seja, ao *housing* com os cartuchos montados, independentemente do seu número. Só é aplicável em cartuchos de membrana ou em



Qualidade & Inovação em Enologia



GrandChêne



MAIS QUE MADEIRA...GOSTO EM
PRODUZIR GRANDES VINHOS...

BARRICAS GRANDCHÊNE
ROYALE (FRANCÊS GRÃO EXTRA - FINO)
PRESTIGE (FRANCÊS GRÃO FINO)
GENESYS (AMERICANO)

Oenological Sensitivity
www.saienology.com

cartuchos cujo meio filtrante se comporte como uma membrana. Existem várias metodologias para avaliar a integridade das membranas, como sejam o ponto de borbulha, o teste de difusão ou o teste de queda de pressão, devendo o produtor utilizar a metodologia que preferir ou preferencialmente utilizar a metodologia recomendada pelo fabricante. Normalmente, as fichas técnicas do fabricante indicam os valores de referência a usar nos testes de integridade. O teste mais usado é o da queda de pressão. Neste, após a expulsão de todo o ar existente nos cartuchos (membranas totalmente humedecidas), o sistema é fechado e determina-se o diferencial de pressão do sistema ao fim de cinco minutos. O sistema é considerado íntegro se o valor determinado para a queda de pressão for inferior ao valor de referência do fabricante. Este, é um valor máximo admissível determinado com base no caudal do sistema, do tempo de retenção (normalmente 5 minutos), a pressão atmosférica e o volume morto (volume do *housing* não preenchido pelos cartuchos instalados).

A vida útil dos cartuchos pode ser substancialmente prolongada através de um bom plano de regeneração e higienização. Esses procedimentos devem sempre ter em consideração as recomendações do fabricante quanto à sua compatibilidade química, tempos de contacto e temperaturas possíveis de utilizar. A regeneração dos cartuchos pode reduzir substancialmente a quantidade de substâncias orgânicas (taninos, coloides, proteínas, etc.) retidas pelos cartuchos. O processo deve ser feito diariamente após a filtração do vinho e, de preferência, sempre que a pressão diferencial atinja os 0,4 a 0,5 bar, dependendo do tipo de cartucho e do fabricante. A regeneração pode ser feita em contracorrente, respeitando sempre os limites recomendados pelo fabricante, mediante a utilização de água quente, previamente filtrada com uma porosidade nunca superior à dos cartuchos a regenerar, e/ou detergente alcalino não espumante. Note-se que a não utilização de água filtrada durante todo o processo, implica que há partículas existentes na água que vão ficar retidas nos cartuchos e assim contribuir para a sua colmatação.

A desinfeção é um processo destinado à redução do número de microrganismos ainda presentes, a um nível que não coloque em risco a operação futura com os cartuchos. É executada após a regeneração e pode ser efetuada por via física ou química. Por via física, o método normalmente utilizado é o do vapor. Este deve ser aplicado em condições de pressão/temperatura que respeitem os limites impostos pelos materiais usados na construção dos cartuchos. Devem ser evitados o aquecimento e arrefecimento bruscos, já que estes poderão fragilizar os materiais quer dos cartuchos quer da própria linha de enchimento, contribuindo para a redução do seu tempo de vida útil.

No caso da desinfeção por via química, método de aplicação mais fácil e de menor riscos para materiais e operadores, vários princípios ativos estão disponíveis no mercado. Dentre eles salienta-se o ácido peracético a uma concentração igual ou superior a 0,5%, já que pela sua eficácia, largo espectro de ação e baixa toxicidade, mais garantias oferece. Tal como na desinfeção por vapor, há que garantir que a solução desinfetante atinge todos os pontos do sistema, pelo que todas as válvulas devem ser abertas ligeiramente de modo a que não existam pontos mortos onde se possam desenvolver os microrganismos. Após o enxaguamento do sistema, sempre com água filtrada, é fundamental fazer um controlo do mesmo de modo a garantir que não há resíduos da solução desinfetante usada. Em caso de paragens prolongadas, da linha de enchimento, pode-se manter o sistema em carga com uma solução de ácido peracético a 0,5% e renovar a solução de duas em duas semanas. É sempre recomendável a validação do processo através da realização de ensaios laboratoriais.

Aos cartuchos de filtração está hoje em dia subjacente uma elevada tecnologia e daí o seu elevado custo relativo. Por outro lado, há que ter em conta os elevados custos, quer diretos quer indiretos (ex.: imagem da marca) resultantes da alteração do vinho engarrafado em resultado de uma filtração insuficiente ou deficiente. Compete pois ao produtor garantir o adequado dimensionamento da sua paleta de filtração face às suas necessidades e que a sua utilização é feita de acordo com as indicações do fabricante, garantindo a maior longevidade dos cartuchos de filtração e minimizando, assim, os custos. 🍷

João Bártolo – Responsável de Filtração, SAI

Bibliografia:

- Jackson, Ronal S. "Wine Science – Principles and Applications", Elsevier, 2014.
- Meyer, Jackson "The Book of Wine", Adams Media, 2015.
- Morgan, Brian "Processes of winemaking: Filtration", Penn State extension, April 5, 2013.
- O'Hara, Conor "Final filtration with microporous membrane filter cartridges", 3M Purification Inc.
- Zoecklein, B. Filtration. Wine/Enology and grape Chemistry Group, Virginia Tech. 2014.
- http://www.drapc.min-agricultura.pt/base/geral/files/filtracao_vinhos.pdf
- <https://winemakermag.com/204-choosing-a-filtering-system-techniques>
- <http://www.foodsci.purdue.edu/research/labs/enology/INFiltration-WS2010.pdf>
- <http://www.mon-viti.com/videos/%C5%93nologie/filtration-sur-cartouches-de-multiples-avantages>