



Institut  
Européen des  
Membranes



# Les procédés membranaires dans l'industrie agro-alimentaire

*Lait, Vin, Jus de fruits*

**Gérald POURCELLY**

*Professeur Emérite de l'Université de Montpellier*

*UTT, 16 mars 2018*



LabEx  
CheMISyst





# Le marché mondial des procédés membranaires



Aujourd'hui, la croissance du marché des membranes est entraînée par le besoin de produire « plus propre », la nécessité de traiter nos effluents (liquides ou gazeux) , et le besoin des populations à disposer d'eau potable (ou d'eau d'irrigation). Sur ce dernier point, le dessalement d'eaux saumâtres ou d'eau de mer est la technologie la plus répandue à ce jour.

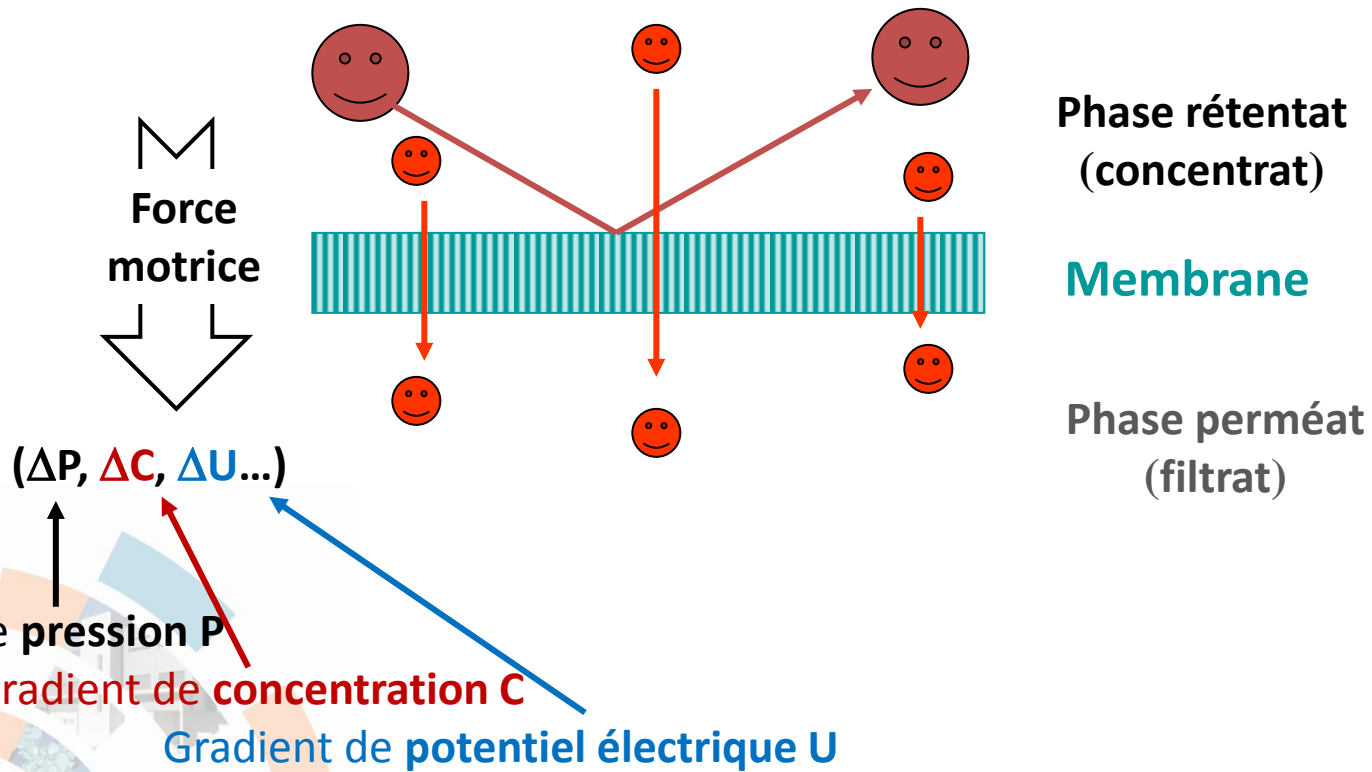
*Dans une moindre mesure, les marchés de l'agro-alimentaire de l'industrie pharmaceutique ou de l'énergie sont aussi des éléments moteurs du développement des procédés membranaires.*

Le marché mondial des procédés membranaires croît de 8-10 % /an depuis 15 ans et atteindra **35 Milliards d'€ en 2019**

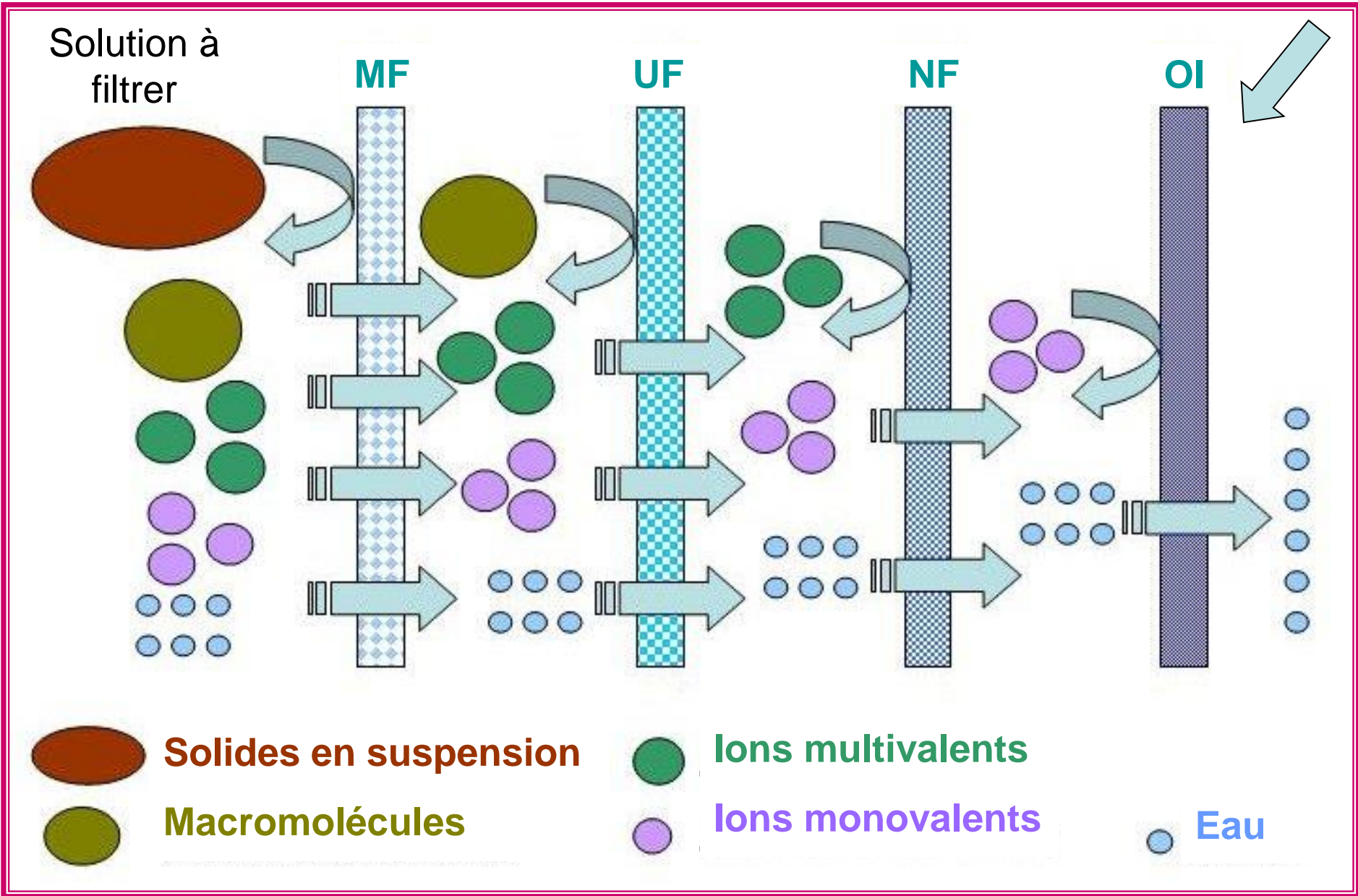
# Principe de la séparation membranaire



## Schéma de principe:

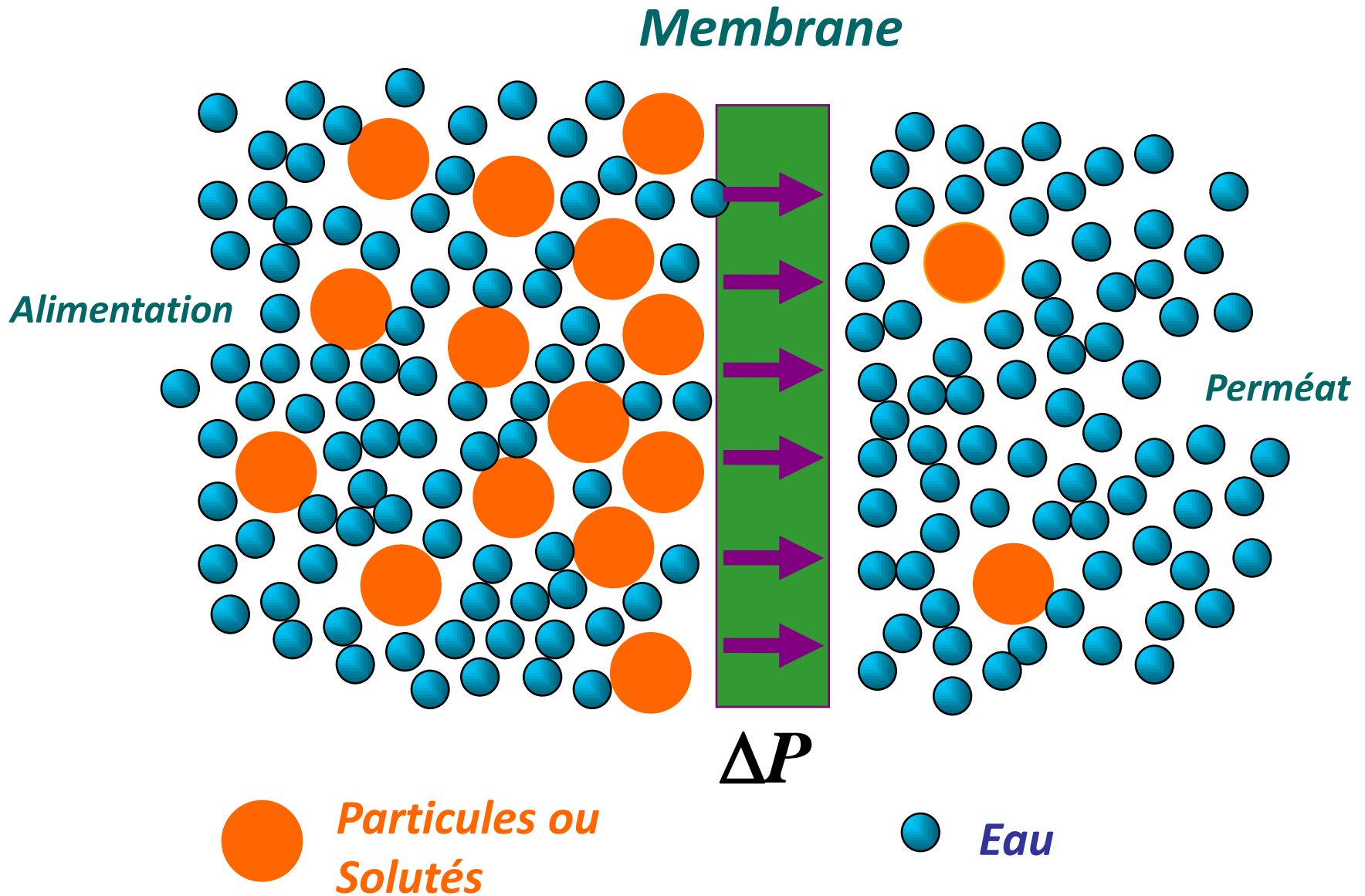


# $\Delta P$ Les Procédés baromembranaires (Force de transfert : Pression)



$\Delta P$

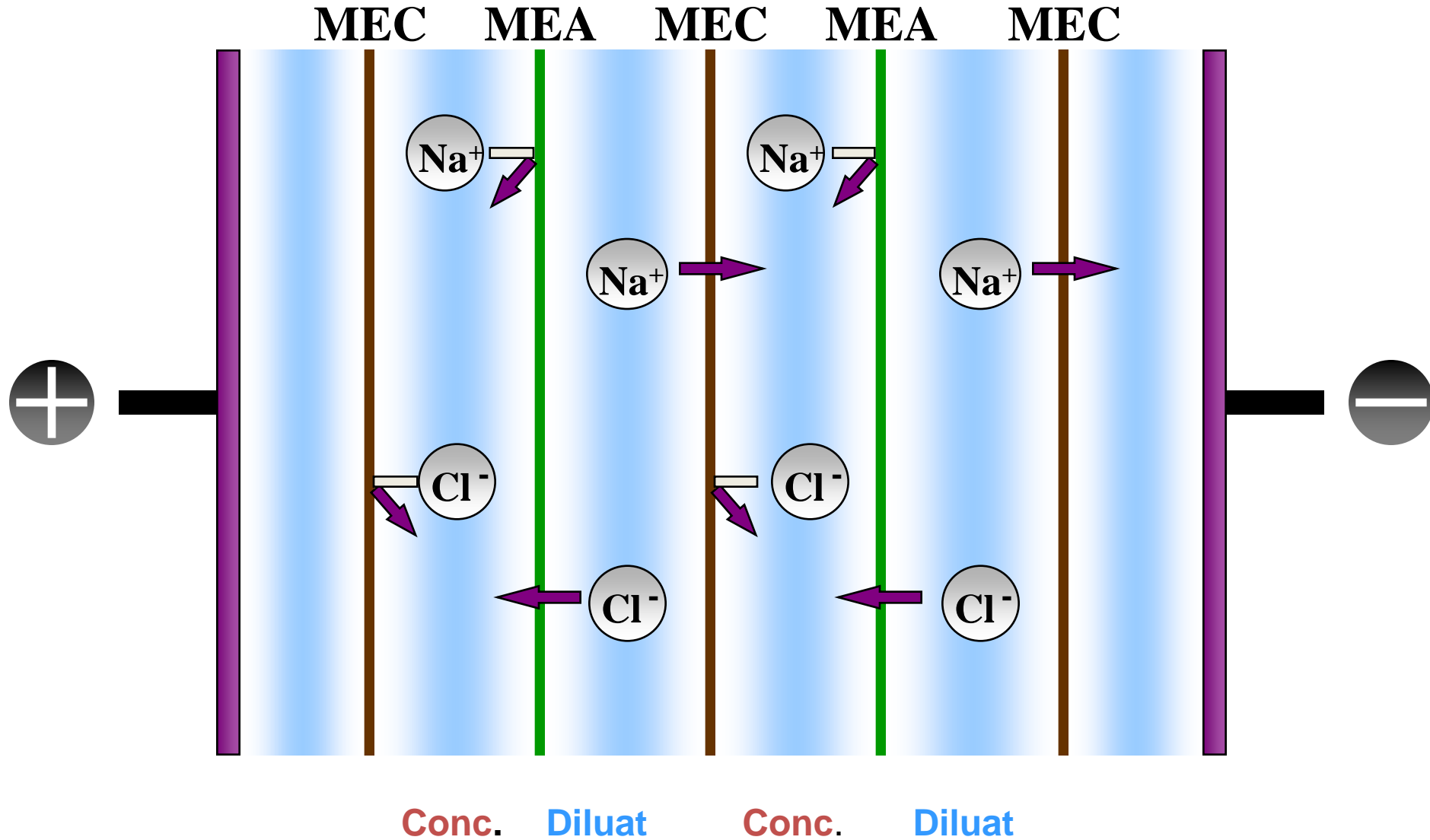
# L'Osmose Inverse: un procédé baromembranaire



$\Delta U$

# L' Electrodialyse : un procédé électromembranaire

Utilise des membranes échangeuses d'ions (cations ou anions)



Applications: dessalement d'eaux saumâtres, déminéralisation, séparation diluat/concentrat.. 6

# Procédés membranaires dans l'industrie agro-alimentaire

1



2



3



# 1-Filière "Lait" en France

## L'UTILISATION DU LAIT POUR LA FABRICATION DE PRODUITS LAITIERS

• 2015 - En équivalent M.S.U.

### Matières Sèches Utiles

### Lait et produits de la filière

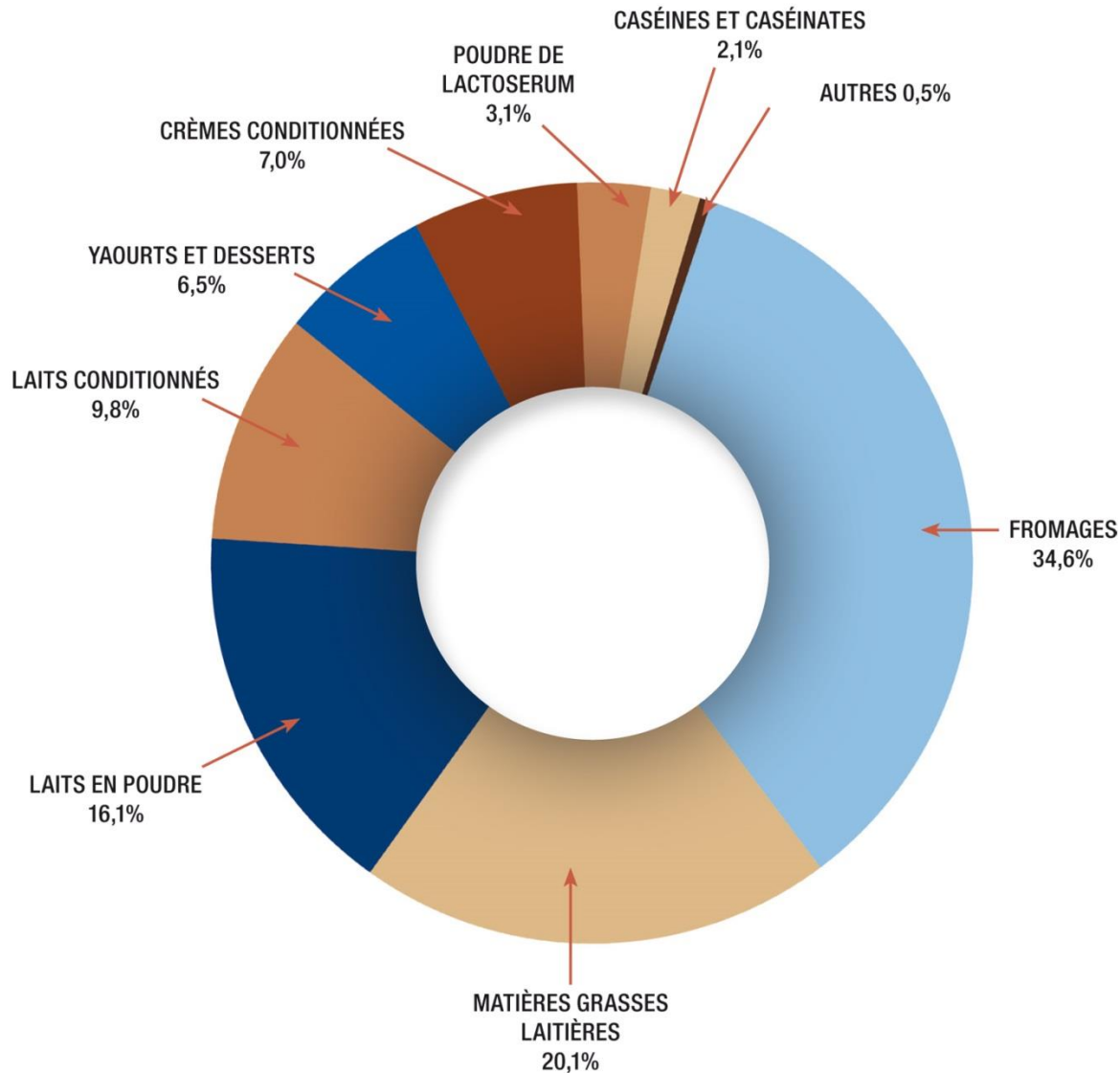
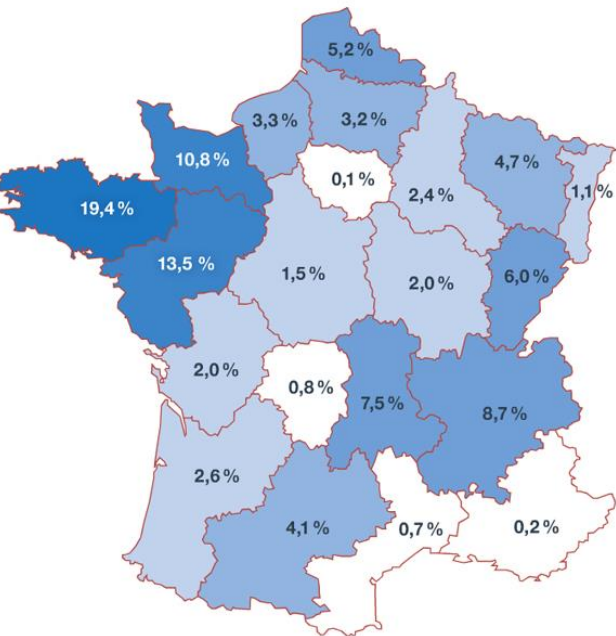
35 Milliards € de CA

25 Milliards de L de lait

[820 Milliards de L (mondial)]

### Zones de production

L'EFFECTIF DES PRODUCTEURS DE LAIT DE VACHE PAR RÉGION - 2013

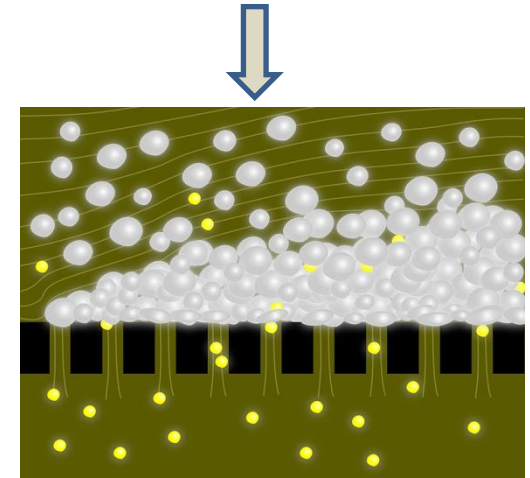


N.B. : Matière Sèche Utile du lait = protéines et matières grasses.



**?? Lait :** Suspension colloïdale potentiellement colmatante

- eau 90%
- globules gras 35 – 45 g.L<sup>-1</sup>
- micelles de caséines } 31 – 38 g.L<sup>-1</sup>
- protéines solubles }
- lactose 48 – 50 g.L<sup>-1</sup>
- sels minéraux 7 – 7,5 g.L<sup>-1</sup> K, Ca, Na, Mg, Phosphates, Citrates...
- micro-organismes, cellules somatiques ( $\Phi$  1-20  $\mu\text{m}$ )





①

MFT

Crème +  $\mu$ org




Traitement thermique

Perméat

Lait entier stabilisé pour consommation directe ou fabrication fromages type "lait cru"

**Procédé « Bactocatch » d'Alpha-Laval**  
Circulation à co-courant du perméat pour limiter le colmatage

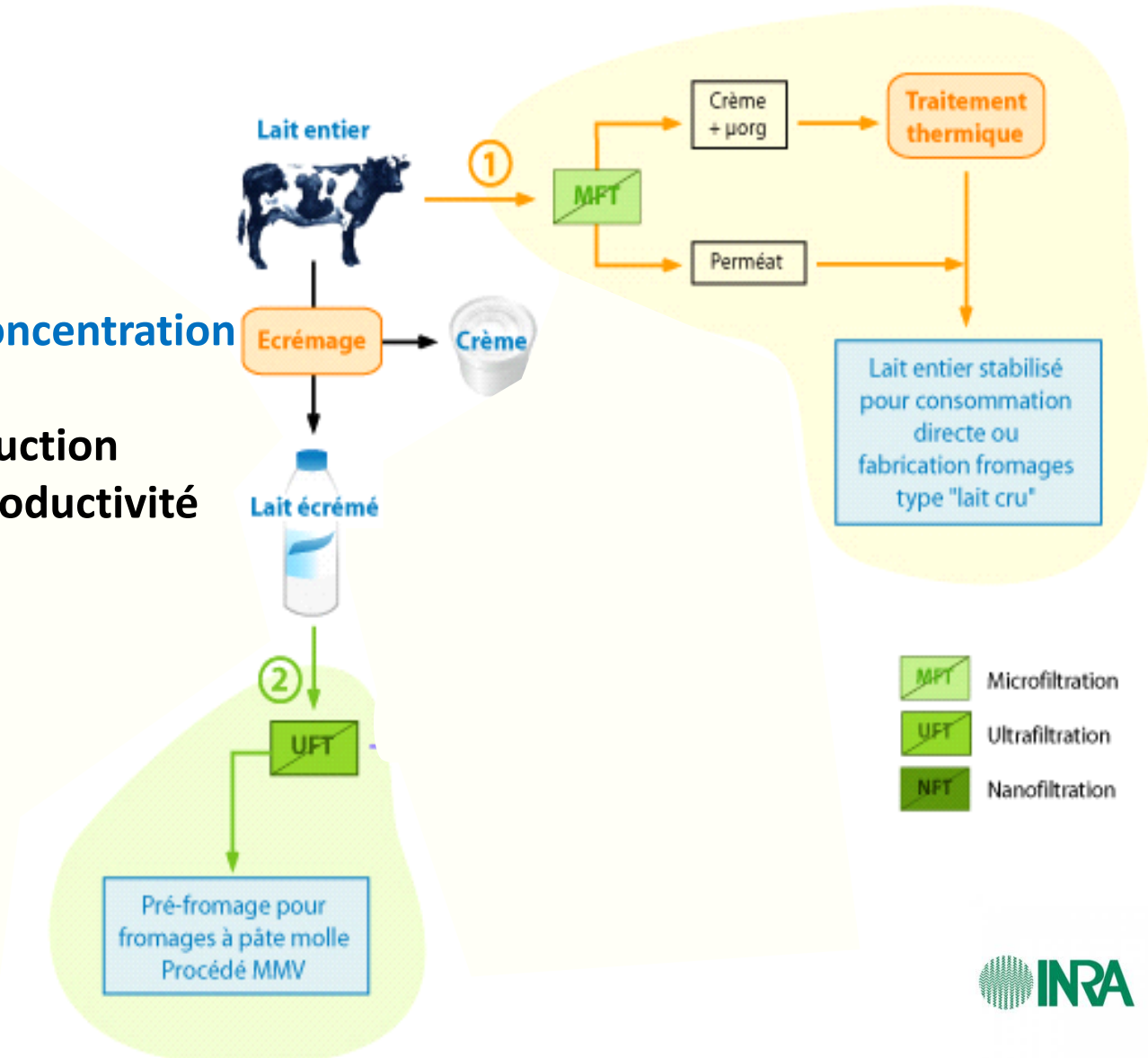
"Lait Marguerite"

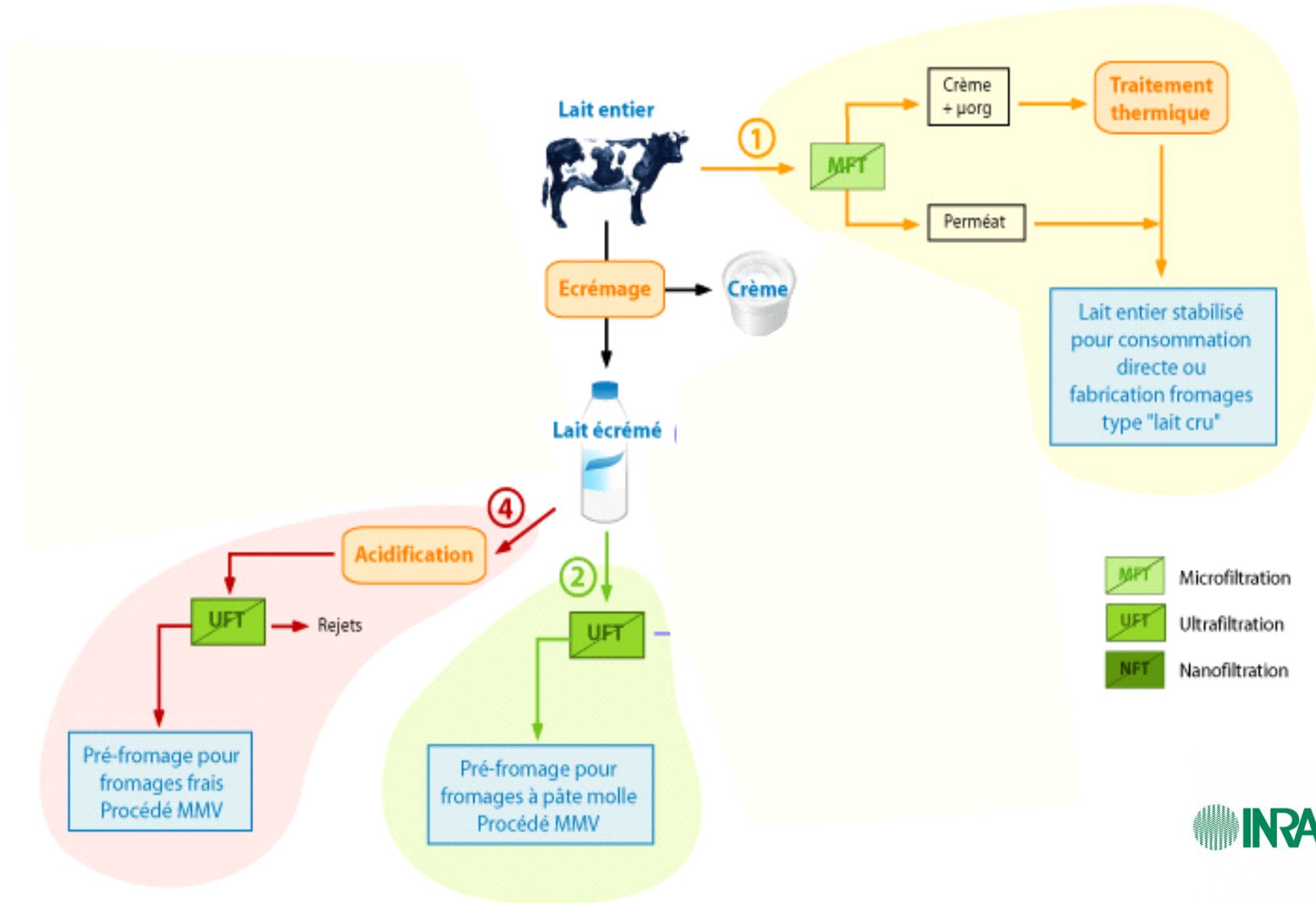
-  Microfiltration
-  Ultrafiltration
-  Nanofiltration

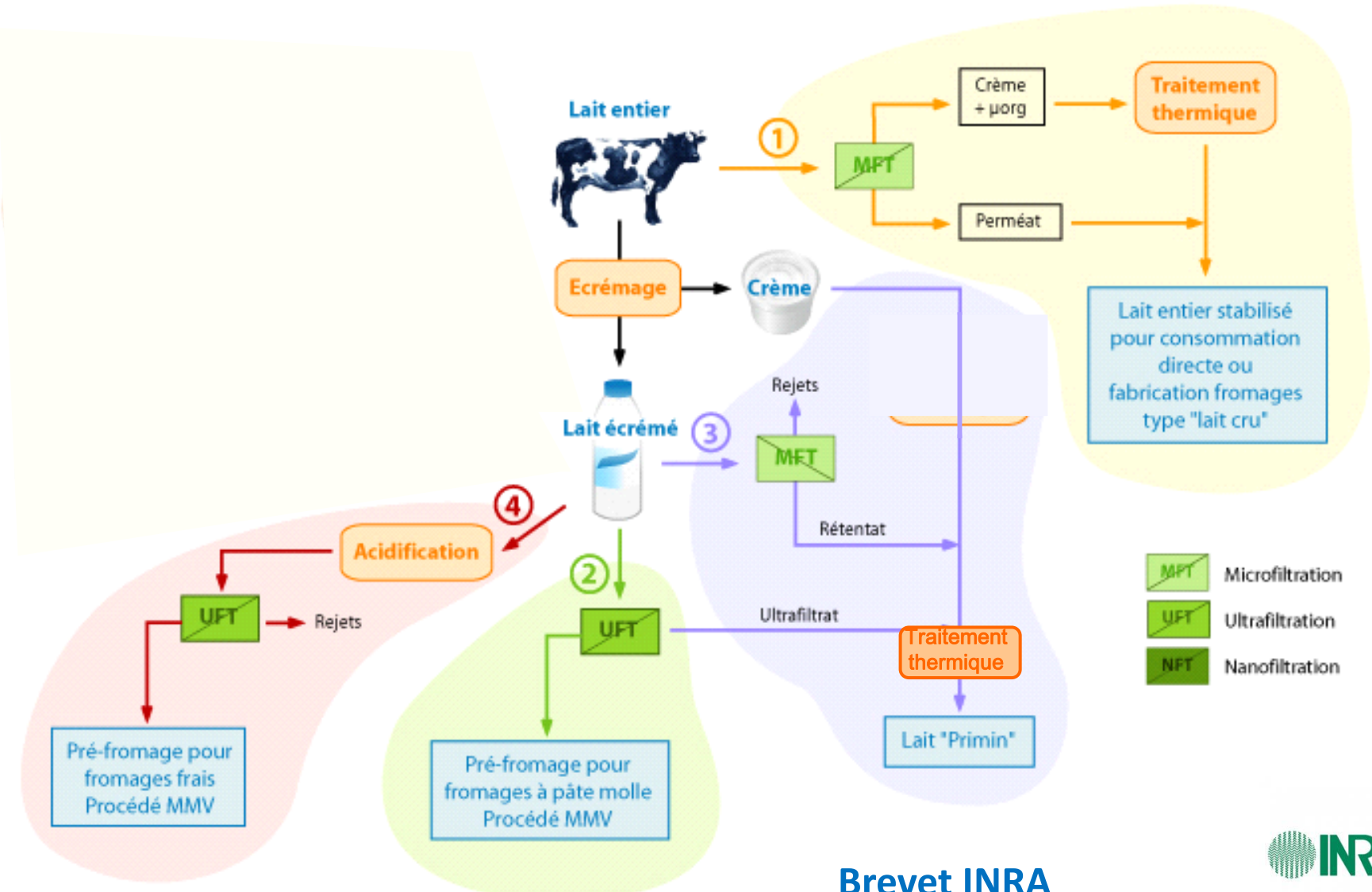


## Standardisation ou concentration + ou- poussée du lait:

- Régularité production
- Amélioration productivité

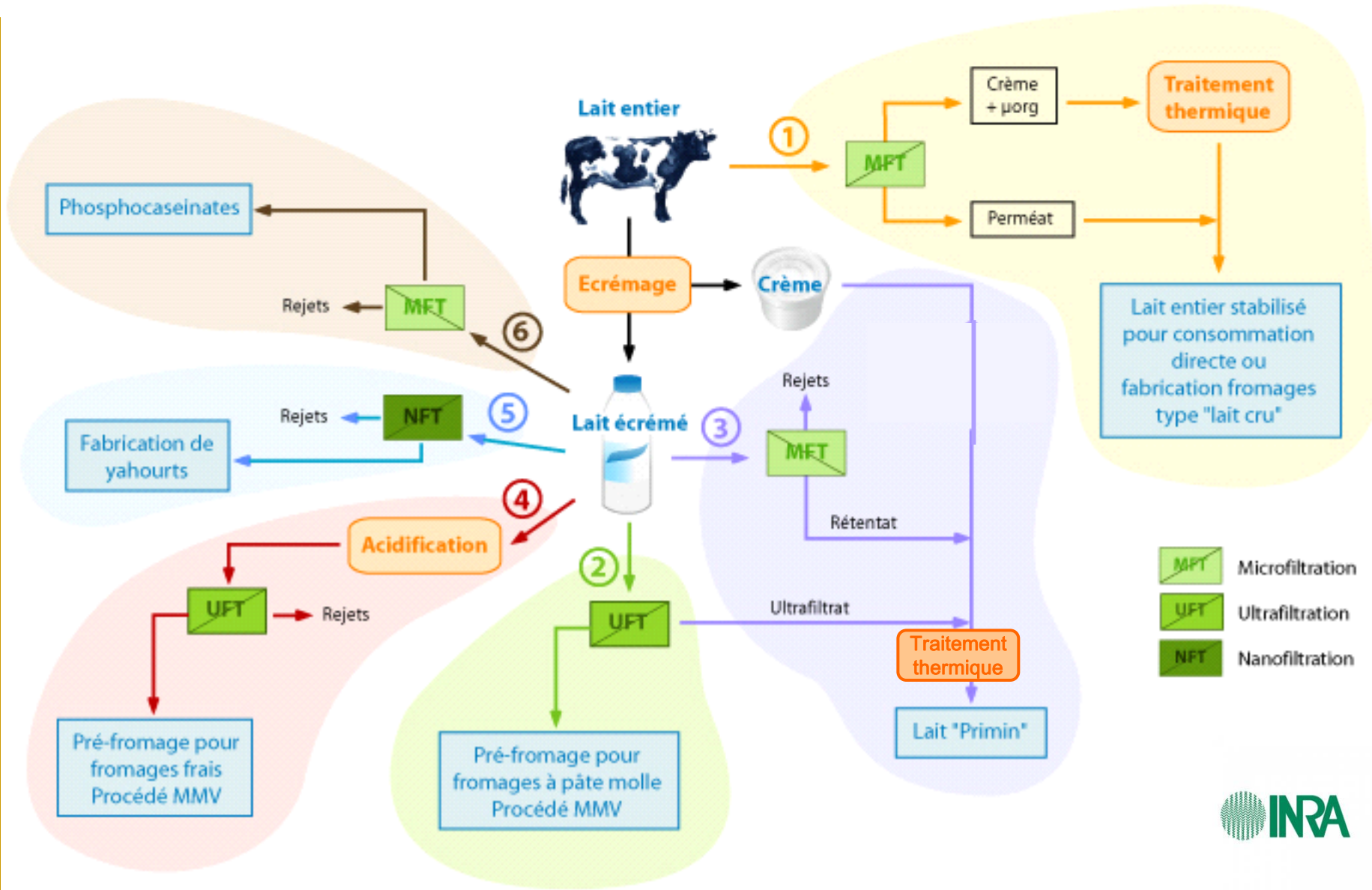






Brevet INRA





## Industries fromagères (Coagulation du lait)



Sous produits

**Lactosérum**

(Lait sans matières grasses ni caséine)

- eau
- matière azotée 7 – 10 g.L<sup>-1</sup>
- lactose 40 – 50 g.L<sup>-1</sup>
- sels minéraux 4 – 8 g.L<sup>-1</sup>

## Industries fromagères



### Lactosérum

Déminéralisation (NF / ED)

Concentration (UF)

Couplage réacteur enzymatique / UF

Production lactosérum doux

Production protéines sériques

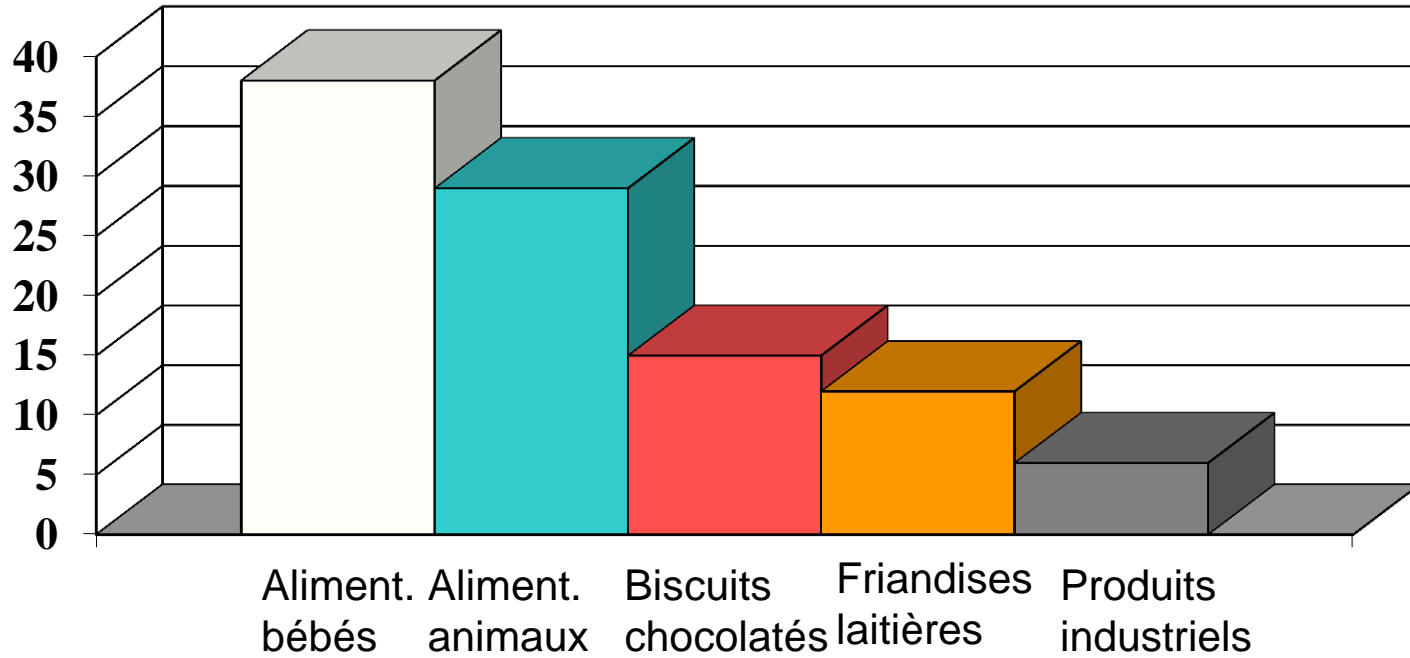
Production peptides actifs

Capacité de dessalement lactosérum: 150,000T/an (niveau mondial)



# Le marché de la poudre de lait

% masse



## Bilan

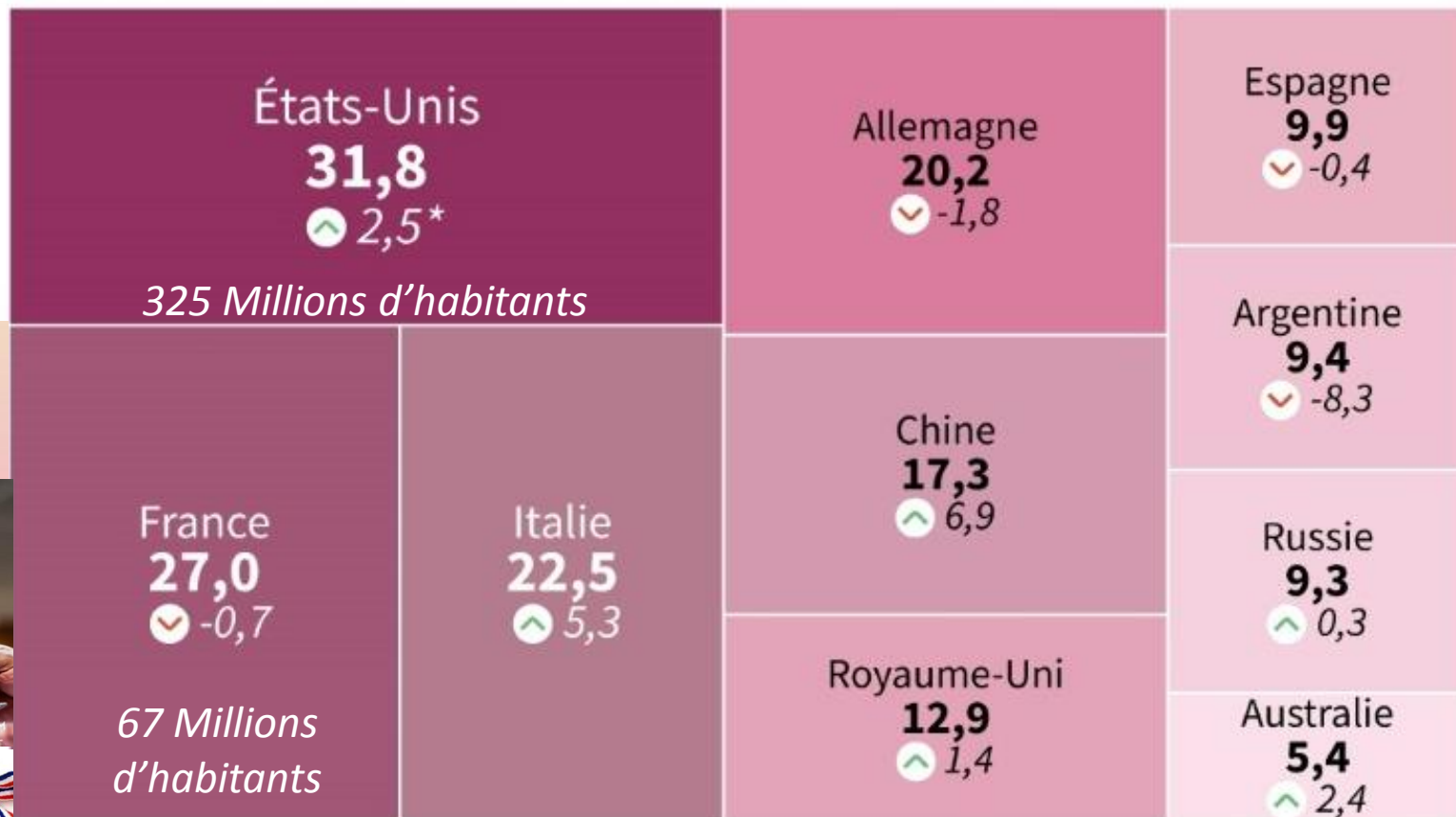
La mise en œuvre des différentes **techniques baromembranaires** mais aussi de l'**électrodialyse** permet:

- Stabilisation et standardisation du lait
  - Elaboration de nouveaux produits
  - Production de composés à haute valeur ajoutée
  - Valorisation de sous-produits
- ⇒ Gain de productivité
  - ⇒ Réduction des rejets polluants

**Précautions: contrôle effectif du colmatage...**

# Vin : les plus gros consommateurs

10 principaux pays, volumes en millions d'hectolitres

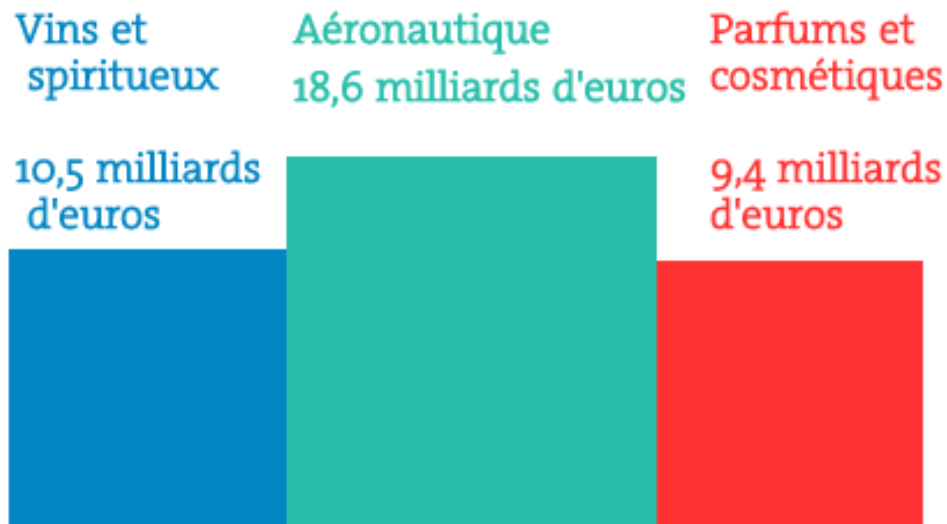


\*Variation en % par rapport à 2015

Source : Organisation internationale de la vigne et du vin

# Le vin à la seconde place des exportations françaises

Excédent de la balance commerciale en 2016



Source : FEVS

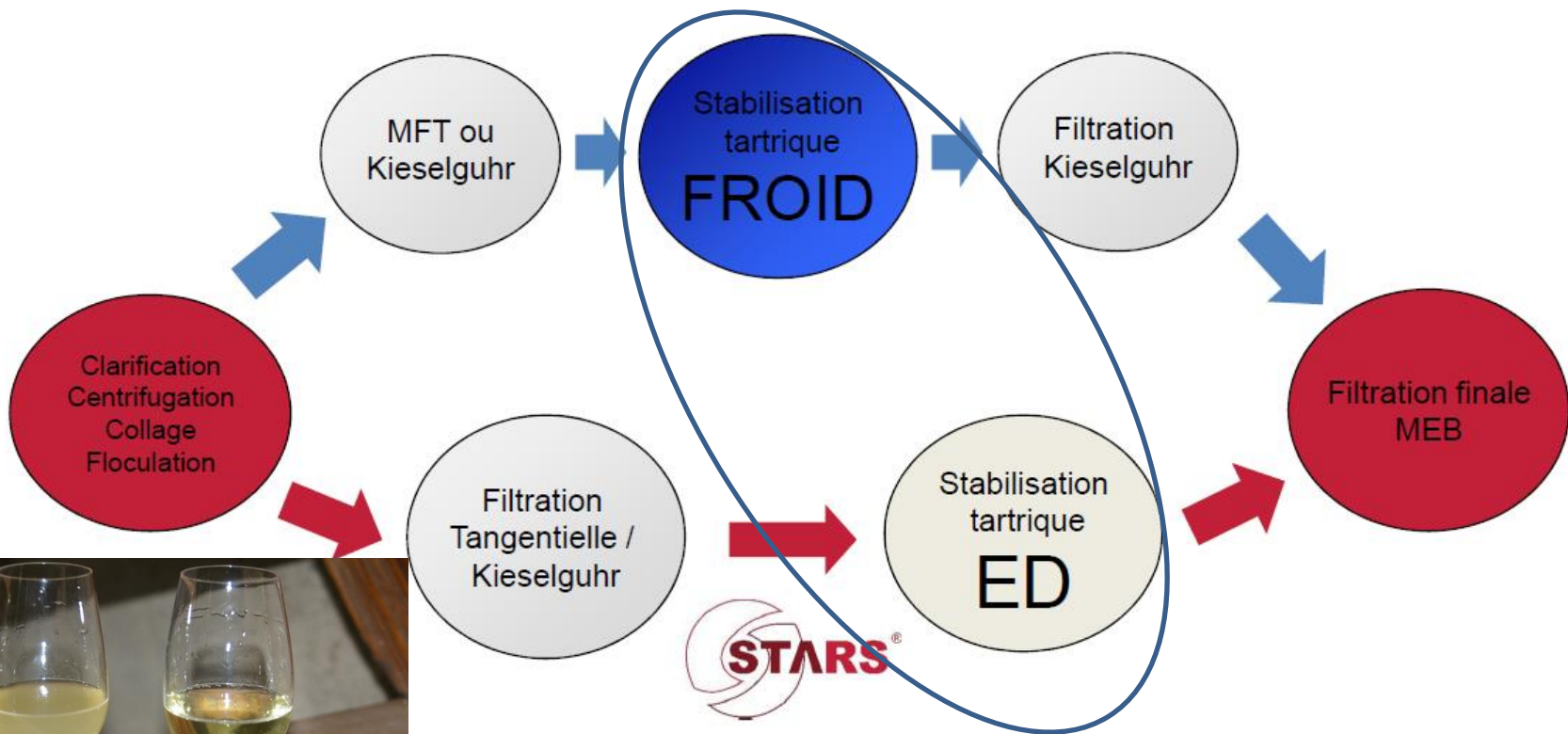
# Les familles de composants du vin

> 1000 substances;		Eau: 80-90 %;		Alcool Ethylique: 7-11% en poids	
<b>Protéines</b>	1 à 2 g/L	<b>Polyphénols</b> Acide phénolique, Flavonoïdes, Anthocyanes, Flavanols (procyanidoles, catéchines), Coumarines, Quinones ...	1,2 à 3 g/L		
<b>Glucides</b>	2 à 3 g/L	<b>Acides minéraux</b> Acides <i>tartrique</i> , malique, citrique, cinnamique, salicylique	0,08 à 0,2 g/L <i>pH autour de 3,6</i>		
<b>Alcools</b> Ethylique, Propylique, Butylique, Amylique ..	75 à 160 g/L				
<b>Sels minéraux</b> <i>Potassium</i> , <i>Calcium</i> , Sodium, Phosphate, Silicium ...	1 à 3 g/L				
<b>Vitamines</b> Thiamine (B1), Riboflavine (B2), Acide nicotinique (B3), Acide panthoténique (B5), Pyroxydine (B6)...	1,5 à 3 g/L				
<b>Oligo-éléments</b> Fer, Cuivre, Zinc, Manganèse, Chrome etc..	3 à 20 mg/L				

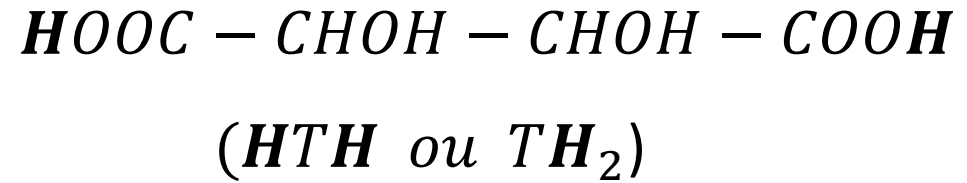




# L'électrodialyse dans la chaîne d'élaboration des vins



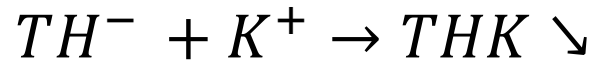
# Stabilisation tartrique du vin par électrodialyse



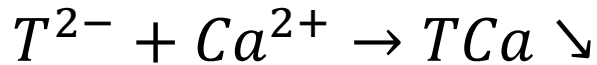
## Acide tartrique

Donne son "caractère" au vin  
Limite le développement bactérien  
Préserve l'intensité aromatique

## Précipitation tartrique ?



Tartrate acide de potassium



Tartrate de calcium

## (In)stabilité tartrique ?

Aptitude d'un vin à former des cristaux de tartre  
(La diminution de T favorise l'instabilité tartrique.  
Vin stable à T°C pendant X jours)



## Co-Brevet EURODIA/INRA

Procédé développé en collaboration avec l'INRA depuis plus de 20 ans  
(M. Moutounet et J.L. Escudier)

## Autorisation de Mise sur le Marché (AMM)

*Stabilisation* OIV 1997 - UE 2001 sur tous les types de vin  
*Ajustement du pH* -UE janvier 2011

## Quelques chiffres

Plus de **200 installations** dans le monde  
Plus de **800 millions de litres** stabilisés par an



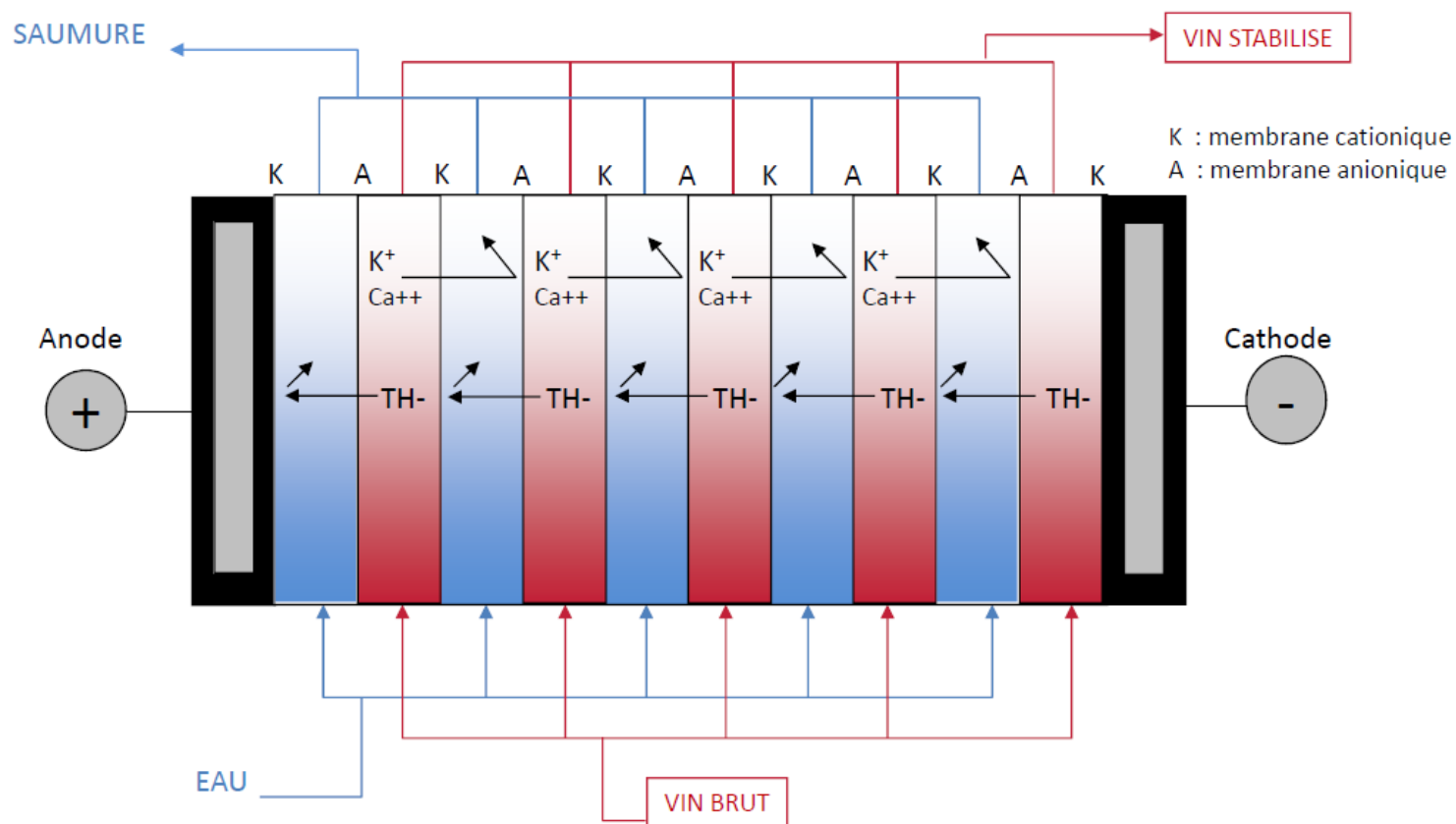




## Principe



### Schéma éclaté d'un réacteur : principe de fonctionnement





## Degré d'Instabilité Tartrique

- Co-brevet INRA / EURODIA
- Notion de **conductivité**
- Test **MINI CONTACT**  
Basé sur une chute de conductivité  
4h à -4°C sur un échantillon de vin  
sursaturé en cristaux de tartre



- Donne pour chaque vin son **Degré d'Instabilité Tartrique** :  
% de chute de conductivité pour un temps infini
- 100% fiable : permet la stabilité absolue **6 jours à - 4°C**

## Evolution de composition du « Merlot Rouge » (Etabl. Jeanjean)

Paramètres	Avant ED	Après ED	Réduction de:
Conductivité	2190 mS	1980 mS	17 %
pH	3,41	3,33	
Total Acidity H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> g/L	3,53	3,51	
Volatil Acidity H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> g/L	0,38	0,37	
K <sup>+</sup> (g/L)	1,10	0,92	16,4 %
Ca <sup>2+</sup> (g/L)	68,7	55,0	20 %
Tartaric acid (g/L)	2,22	1,90	14,4 %
SO <sub>2</sub> libre	19	19	
SO <sub>2</sub> total	80	70	
Alcool % vol	12,43	12,42	

Aucune variation de: polyphénols totaux, anthocyanins et procyanidins

# Impact du traitement par électrodialyse sur les propriétés du vin

## ✓ Impact sur le pH et la couleur

- ✓ Couleur: baisse de pH: augmentation de l'intensité colorante, augmentation de la teinte
- ✓ pH: variation < 0,2 unité de pH selon l'instabilité du vin; chute identique au froid pour un même objectif de stabilité (-4°C et 6 jours)

## ▪ Impact organoleptique

- Dissolution minimale d'oxygène (< 0,2 mg/L)
- Polyphénols: aucune interaction (structure ou potentiel de couleur)

## Respect total du profil organoleptique des vins

® sur les 3 couleurs

® sur tous types de vin ou de moût (y compris VDB, VDN, vendanges tardives, mistelles)

® sur des entrées de gamme comme des vins Icones

# Raisins après fermentation alcoolique

## TECHNOLOGIES CLASSIQUES



## Procédé multi-étapes



Filtres Kieselgur  
(x 2)

Stabilisation au froid  
(0 – 4°)

Filtration Kieselgur  
ou centrifugation

Préfiltration  
membranaire

## TECHNOLOGIES MEMBRANAIRES

## Procédé en continu



Conditionnement

E.D.



**Prestation de service de 30 à 120 hl/h**

*L'électrodialyse pour la stabilisation tartrique et l'ajustement du pH des vins*

# Nécessité de maintenir l'acidité du vin

Depuis une décennie, le pH du vin augmente (son acidité diminue), (conditions climatiques entre autres...)

L'acidité a un rôle essentiel:

- Limite le développement bactérien
- Préserve l'intensité aromatique du vin
- Maintient son intensité colorante.

L'œnologue doit donc abaisser le pH du vin...

Généralement, on ajoute de l'acide tartrique, technique qui peut altérer le goût du vin (amertume, dureté en bouche).

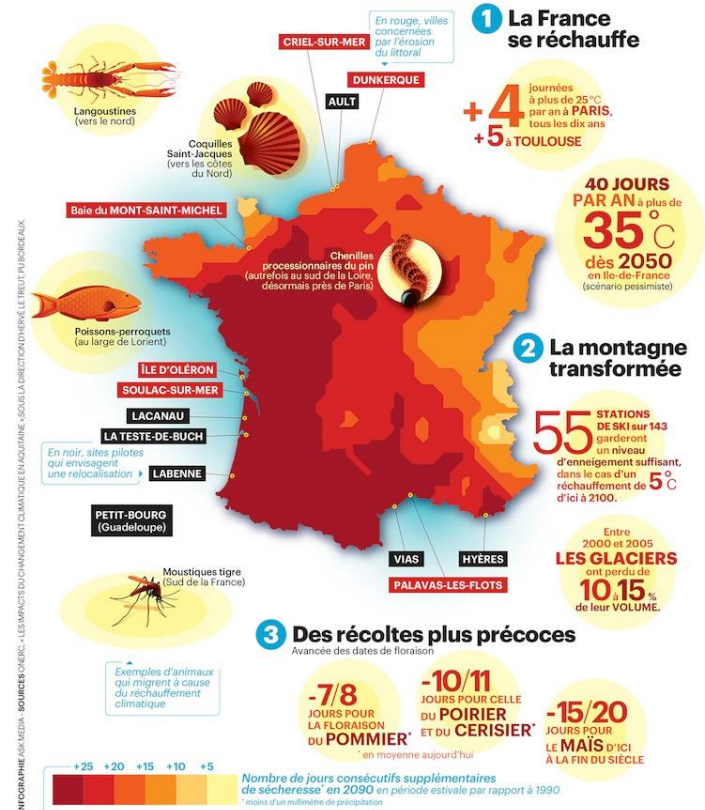


**Procédé d'acidification basé sur l'électrodialyse à membrane bipolaire (Médaille d'Or du salon SITEVI 2007).**

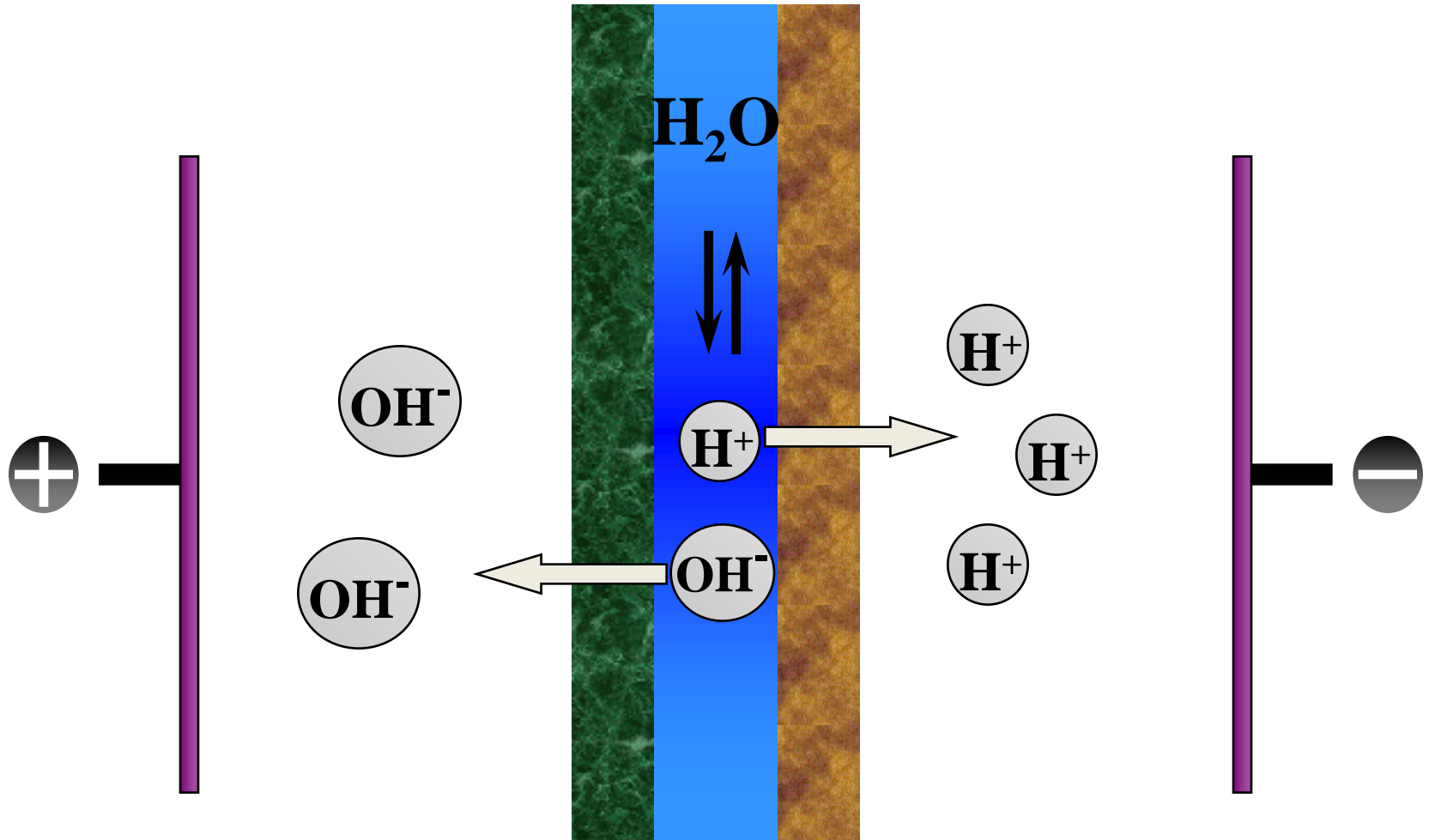
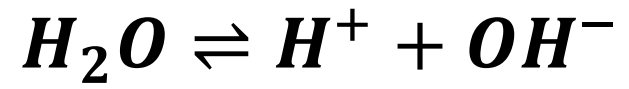
Il permet non pas de rajouter de l'acide mais de retirer exclusivement des cations basiques en excès (potassium  $K^+$ ). C'est comme si la vigne avait exporté moins de  $K^+$  dans la baie de raisin, [notes plus « fraîches »]

## UN CLIMAT PLUS MÉDITERRANÉEN

Entre les signes déjà visibles (fonte des glaciers, migrations de certaines espèces) et les prévisions (chaleur, sécheresse), notre avenir s'annonce très chaud.



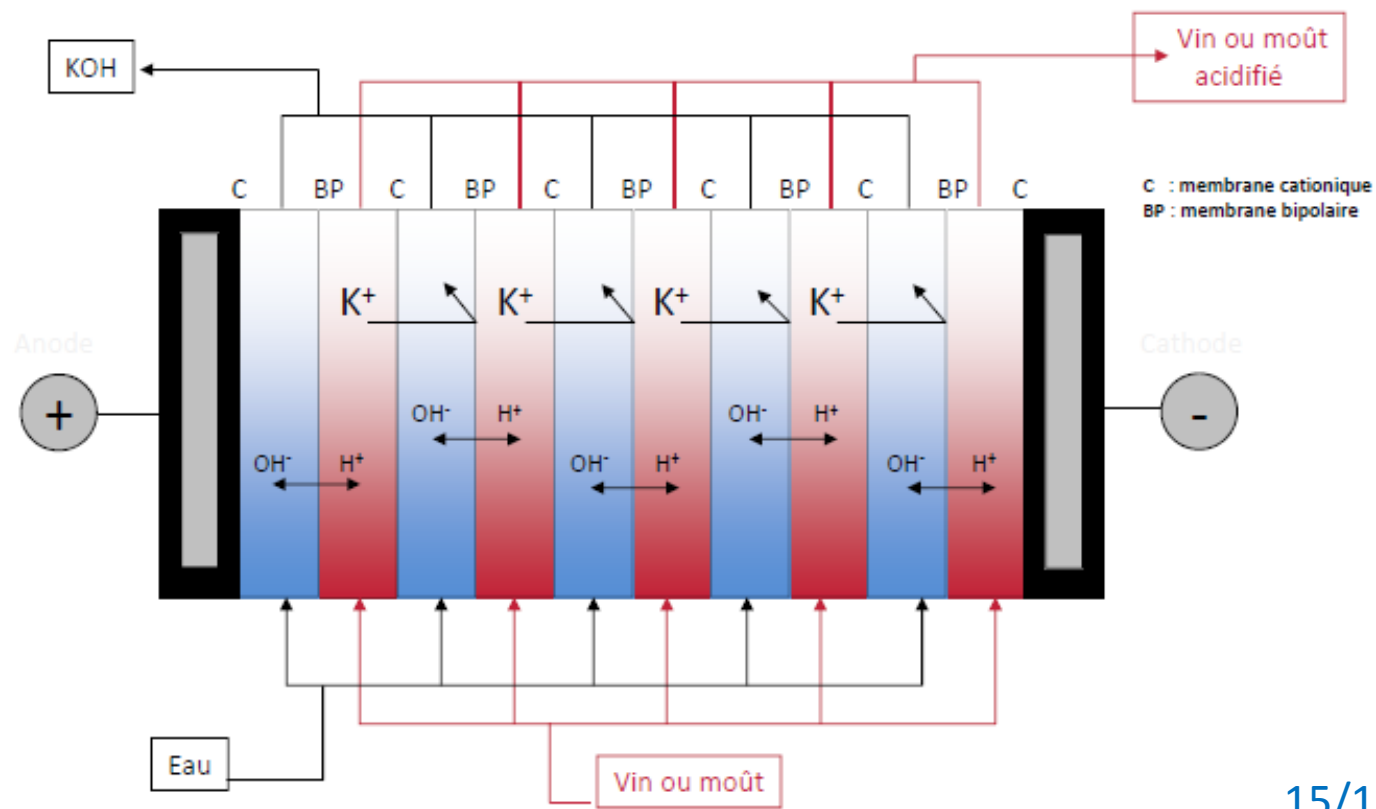
# Electrodialyse à membranes bipolaires







# Schéma de principe



*L'électrodialyse pour la stabilisation tartrique et l'ajustement du pH des vins*

## Procédés baro-membranaires (Micro-Filtration-Tangentielle)

### 1- Après fermentation alcoolique

Clarification, centrifugation,  
floculation, collage



Membranes céramiques  
multi-canaux



Pilote industriel de MFT

## Procédés électro-membranaires dans l'élaboration du vin

### 2- Amélioration de l'aspect et meilleure résistance aux chocs thermiques (froid)

Stabilisation tartrique pour éviter tout dépôt dans les bouteilles

**Electrodialyse  
conventionnelle**

### 3- Amélioration qualitative

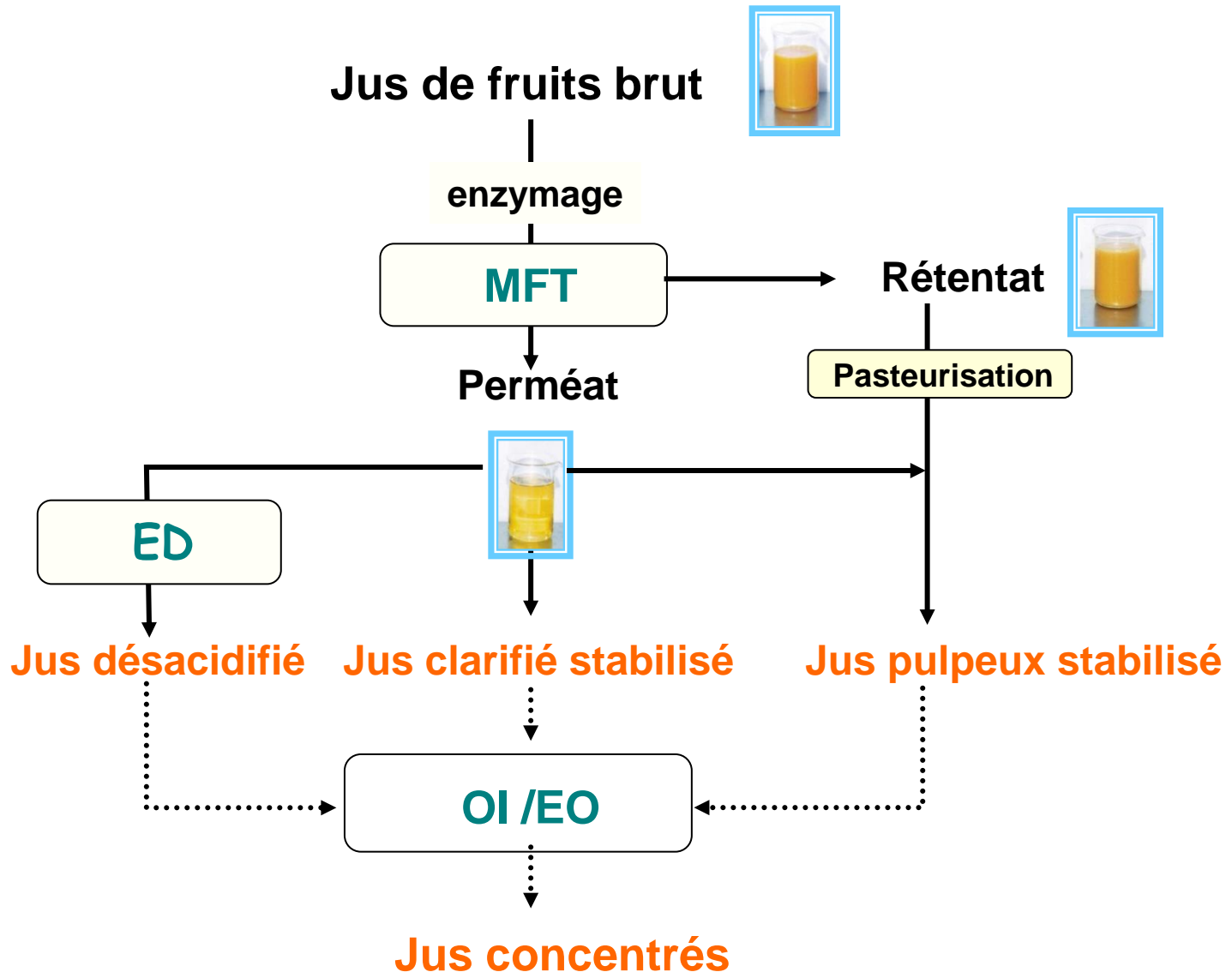
Impact sur la couleur des vins Rouge et Rosé : augmentation de l'IC  
Impact organoleptique : Restaurer l'équilibre gustatif en bouche

**Electrodialyse à  
membrane bipolaire**

### 4- Amélioration de la conservation des vins

Milieu moins propice au développement bactérien  
Favorise l'action du SO<sub>2</sub> actif

## Clarification, stabilisation, desacidification et concentration



## Exemple: Production en Equateur

**Passion fruit**

pH: 2.8



**Castilla Mulberry**

pH: 2.8



**Naranjille**

pH: 3.2



Production → ~250 000 t / an  
(~24 000 t / an à l'exportation)

~ 5 000 t / an

~ 14 000 t / an

**Araza**

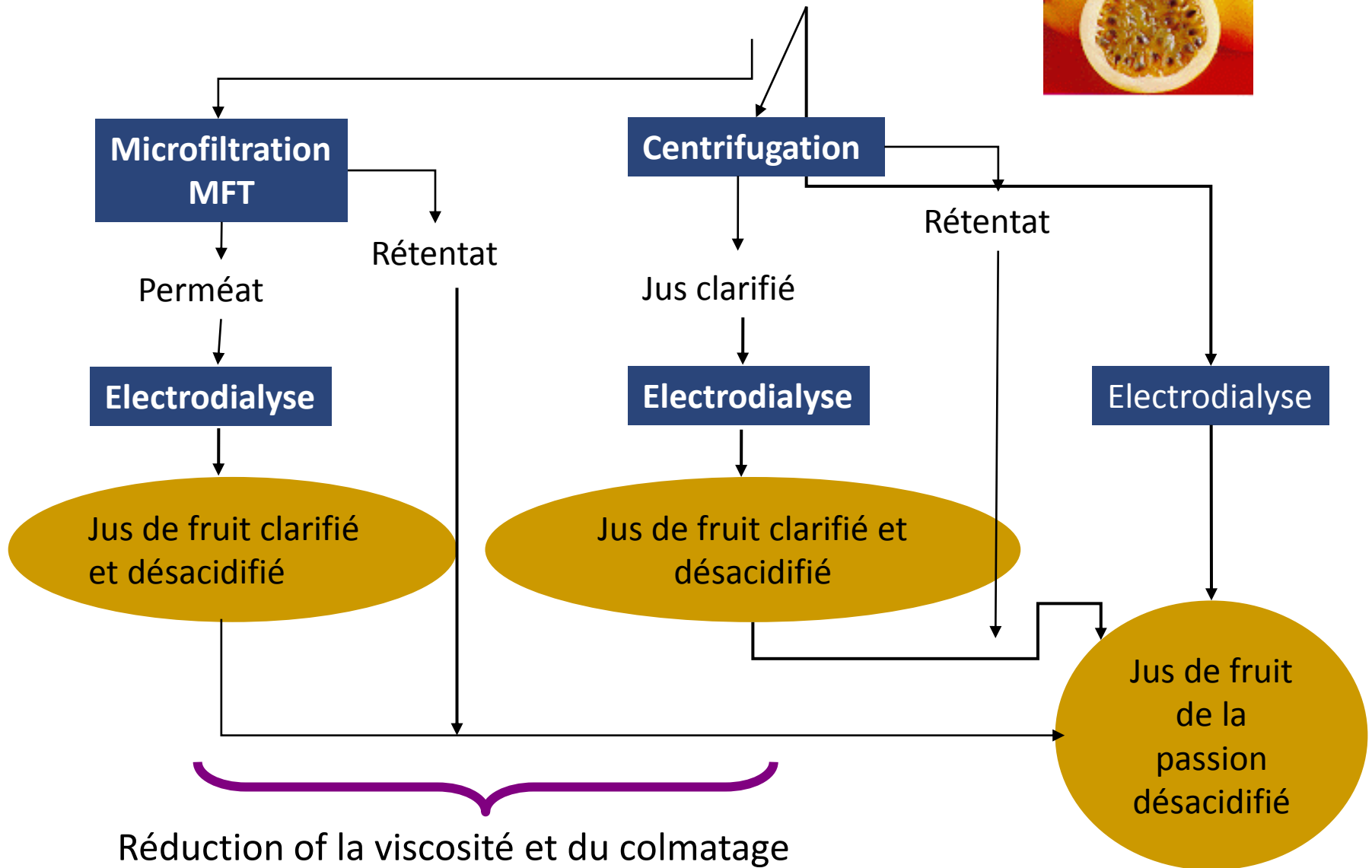
pH: 2.6



### Problème:

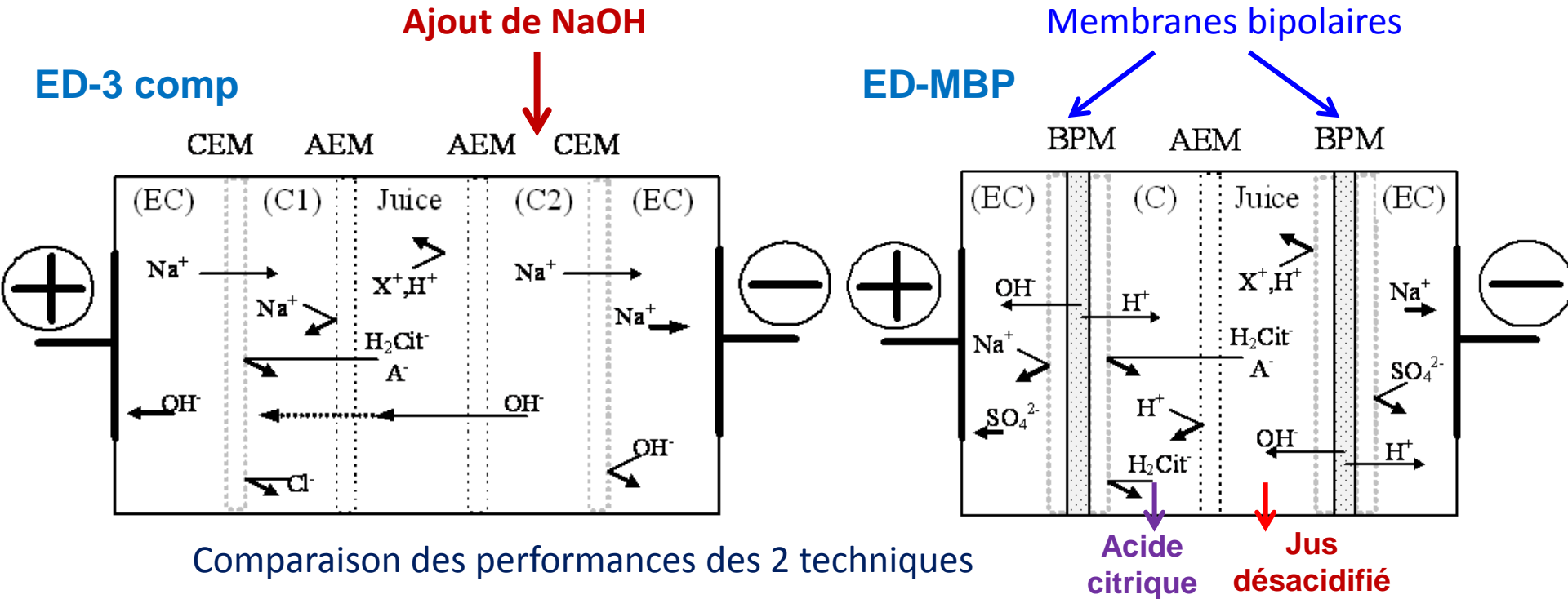
- Acidité désagréable pour une consommation directe
- Acidité trop élevée pour la préparation de boissons lactées aux fruits

# Jus de fruit de la passion



# Désacidification de jus de fruits

Désacidification de jus de fruit de la passion (initial: pH=3)



De pH 2,8 à pH 4	Time to pH 4 (min)	Deacidification rate (eq/h.m <sup>2</sup> )	Current efficiency for citric acid (%)	Energy consumption kWh/L
ED-3 comp	500	4,9	33	0,40
ED-MBP*	550	4,6	31	0,50

\* sans addition produits chimiques (bases), ni modification de goût ou de couleur.

# Applications de Procédés membranaires liées à l'agro-alimentaire

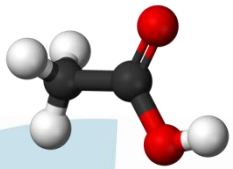


Exemples parmi beaucoup d'autres...

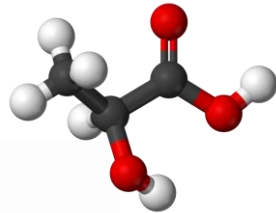


- **Les aliments fonctionnels et les nutraceutiques**  
Compléments alimentaires à visées thérapeutiques diverses

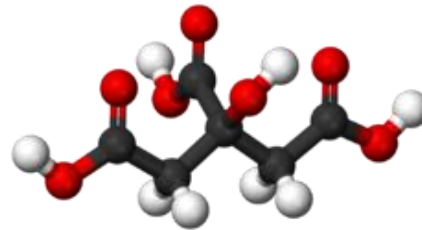
- **Les polymères biodégradables** à partir de monomères issus de la fermentation de sous produits de l'agro-alimentaire



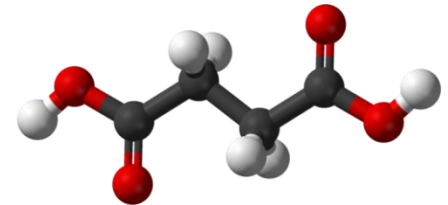
Acide Acétique



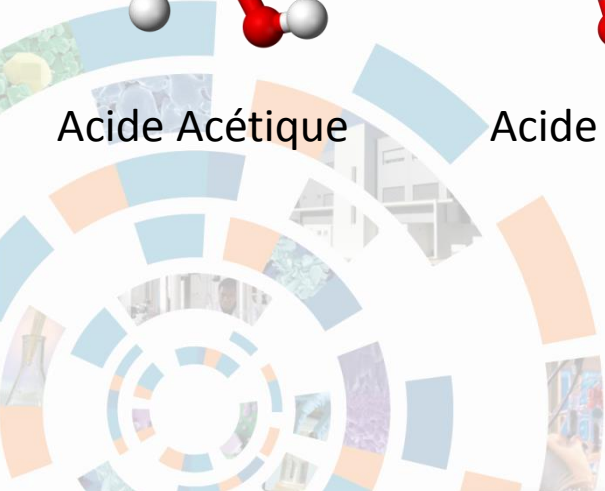
Acide Lactique



Acide Citrique



Acide Succinique





# Procédés électromembranaires pour la production of *nutraceutiques ou d'aliments fonctionnels*

**Aliment fonctionnel:** identique, en apparence aux aliments

**Nutraceutique:** produit isolé ou purifié obtenu à partir des aliments

## Quelques exemples:

- Purification de peptides bioactifs à partir d'hydrolysats d'alfalfa [luzerne] (réducteur d'hypertension) 
- Production de jus de cranberry (canneberge) enrichi en antioxydant (réduction des conséquences des radicaux libres) 
- Séparation des phospholipides du lactosérum (amélioration de la tenue des membranes biologiques, réduction des désordres neurologiques)

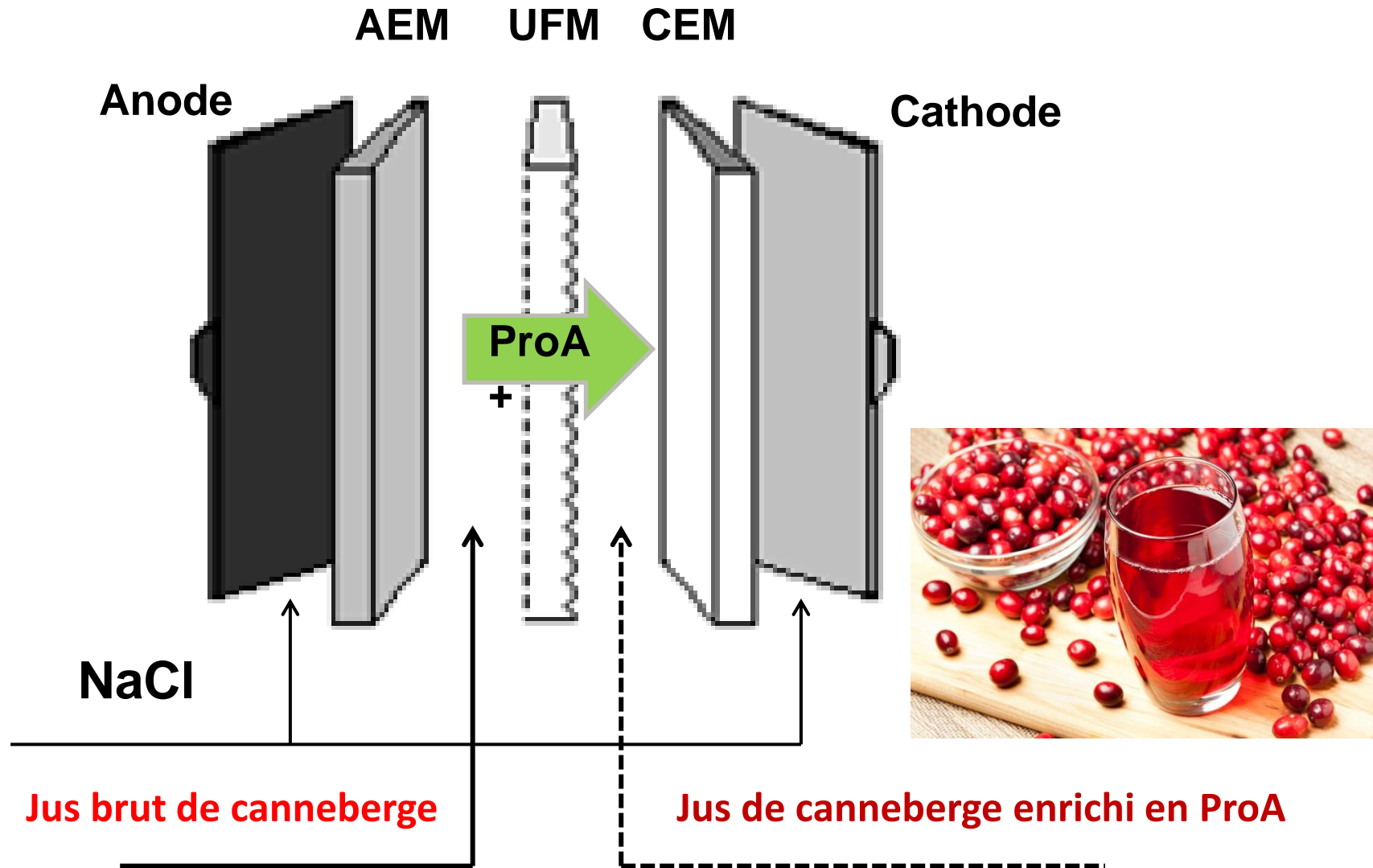


## Techniques électromembranaires utilisées

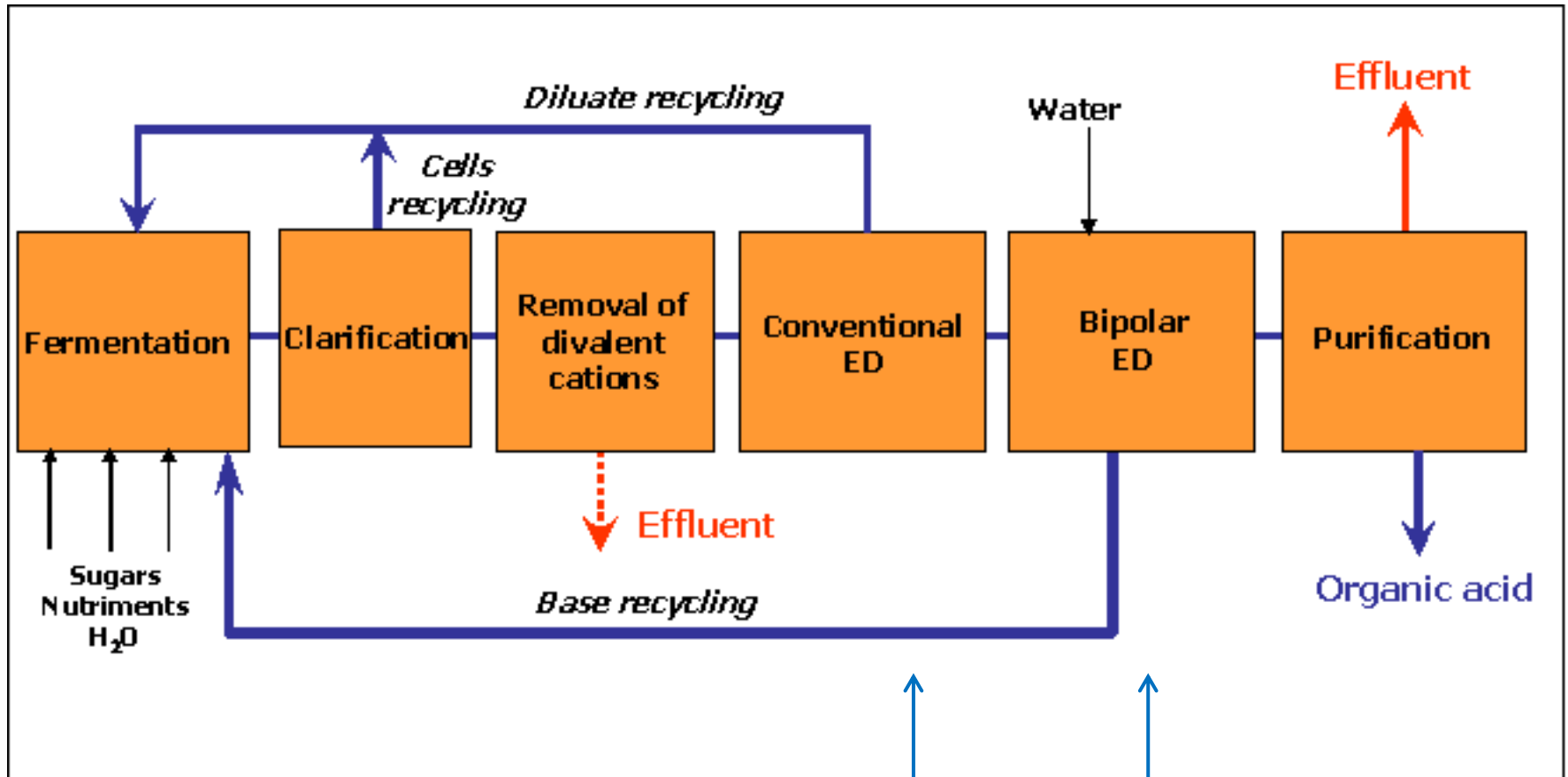
- Electrodialyse conventionnelle
- Electrodialyse à Membrane Bipolaire
- Electrodialyse utilisant des membranes d'ultrafiltration



# Electrodialyse avec membrane d'ultrafiltration : Transfert de ProAnthocyanidins and Anthocyanins



# Production d'acides organiques à partir de jus de fermentation



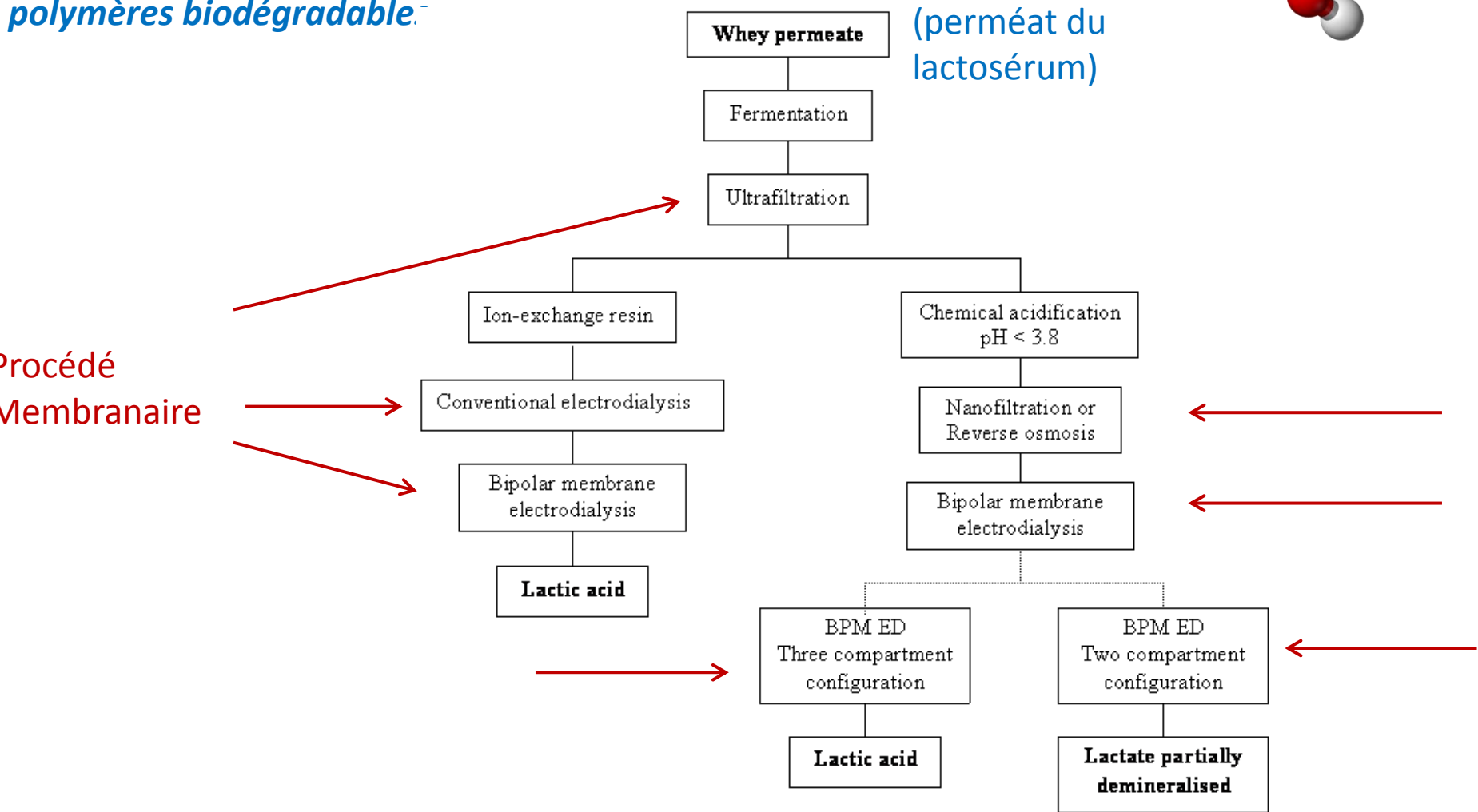
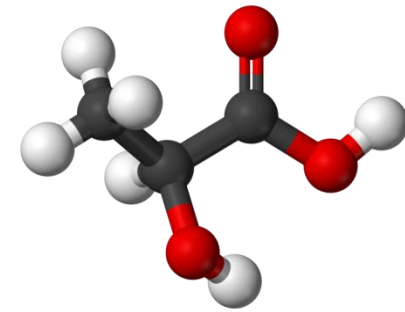
Electrodialyse conventionnelle  
et à membrane bipolaire

# Industrie de la Fermentation : Acide Lactique

Production mondiale : 500 m.T/an (+ 15%/an)

**Additif alimentaire** pour le goût et la conservation.

Polymère polylactique : première application commerciale des **polymères biodégradable**.



Procédé de fermentation et d' isolation de l'acide lactique



### PROCÉDÉS de SÉPARATION ALTERNATIFS répondant à 4 objectifs:

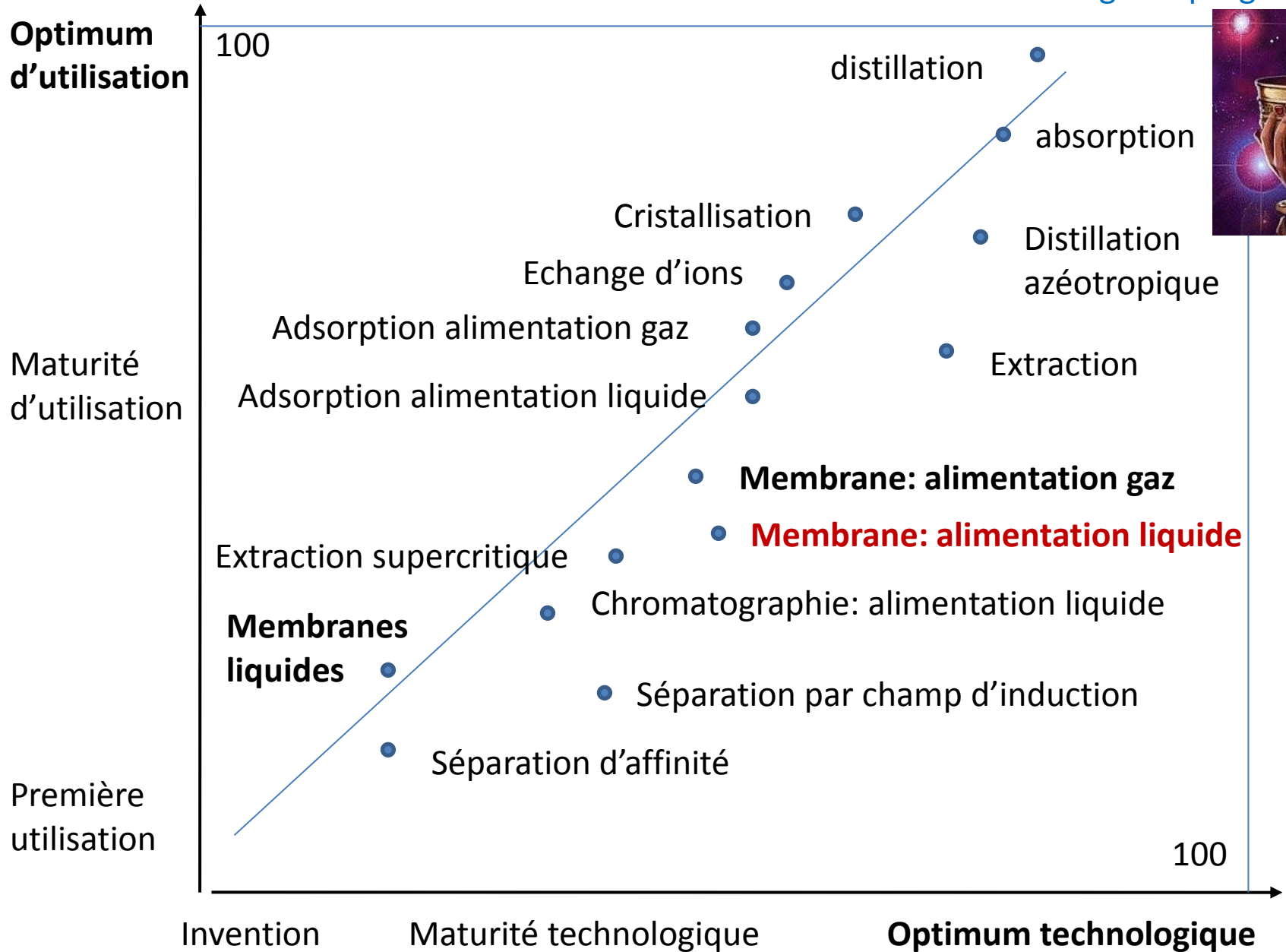
- Clarification (**MF**) *vin, jus de fruits*
- Concentration (**OI**,EO, +**NF,UF**, OD, PV, DM) *lait, jus de fruits*
- Purification (**Diafiltration**) *jus de fruits*
- Extraction/fractionnement (**UF/NF**, ED) *lait*

### PROCÉDÉS de STABILISATION:

- Stérilisation à froid (**MF**) *lait*
- Standardisation (**MF**) *lait*
- Soustraction (**ED**) *vin, jus de fruits*

# Maturité technologique et d'utilisation des différents procédés de séparation

...Encore une bonne marge de progression...





Institut  
Européen des  
Membranes



# Merci pour votre attention

## Les procédés membranaires dans l'industrie agro-alimentaire

*Lait, Vin, Jus de fruits*

**Gérald POURCELLY**

*Professeur Emérite de l'Université de Montpellier*

*UTT, 16 mars 2018*



LabEx  
CheMISyst



