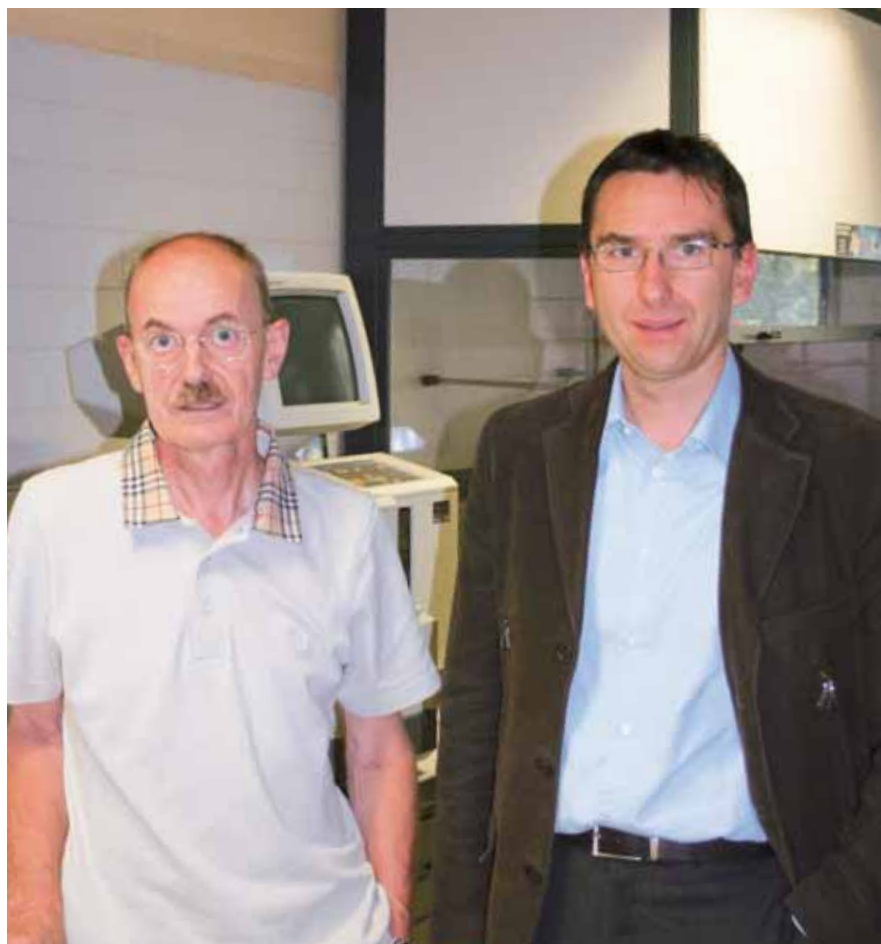


DOCUMENTO
TECNICO**Elio Novello**
Christian Scrinzi*Coordinamento Enologico
Gruppo Italiano Vini S.p.a.**Da sinistra:
E. Novello,
C. Scrinzi*

VMAX: MATERIALI, MICROMETRIE E DIMENSIONAMENTO DI UN IMPIANTO DI MICROFILTRAZIONE

In qualsiasi tipo di soluzione vengono identificate due tipi di particelle: *deformabili ed indeformabili*. Sulla base della diversa natura dei contaminanti esistono diversi modi di interpretazione dell'intasamento di una membrana microporosa. È necessario pertanto adottare un modello matematico più rigoroso, in modo da dedurre i parametri di un sistema, sulla base di dati attendibili.

Introduzione

Nella filiera di produzione del vino, la filtrazione è ampiamente utilizzata per eliminare i solidi sospesi indesiderati e migliorare la qualità del prodotto; i contaminanti vengono intercettati e rimossi in relazione alle loro dimensioni e/o alla loro forma. La forza motrice è data dalla differenza di pressione.

Molte sono le tecnologie di filtrazione disponibili ma alcune (farina fossile e perlite, a cartoni, osmosi inversa,

nanofiltrazione, ultrafiltrazione) determinano un impoverimento più o meno accentuato delle proprietà organolettiche e chimico fisiche del prodotto; farine e perliti sono anche causa di cessioni di metalli e cationi.

La microfiltrazione consente invece di eliminare i contaminanti indesiderati (microrganismi, mucillagini, cristalli, particelle inorganiche) senza alterare le qualità organolettiche del prodotto e nella maggior parte dei casi migliorandone la gradevo-

lezza e allungandone la durata nel tempo.

La microfiltrazione si applica nel campo dimensionale generalmente compreso tra 0,45 e 20 μm ed utilizza matrici filtranti di diverso materiale. Per l'impiego industriale le matrici filtranti vengono assemblate nella caratteristica struttura (gabbia esterna, canotto e terminali con O-ring) conosciuta come cartuccia filtrante.

La cartuccia alloggiata nel suo apposito contenitore costituisce un sistema a tenuta

che garantisce igiene e pulizia; ripara infatti da potenziali fonti di inquinamenti microbiologici diretti o indiretti ed impedisce perdite e gocciolamenti tipici di altri sistemi di filtrazione.

La microfiltrazione a cartucce migliora e semplifica alcune fasi di processo, ne permette l'esecuzione in condizioni controllate, impiega minore energia rispetto ad altre pratiche (es. pastorizzazione).

La vasta gamma di cartucce di microfiltrazione disponibili in commercio e la loro versatilità offre numerose soluzioni per affrontare le diverse applicazioni in funzione dell'obiettivo prefissato.

L'applicazione più diffusa della microfiltrazione a cartucce è la stabilizzazione biologica del vino con membrane microporose eseguita prima dell'imbottigliamento per eliminare microrganismi (lieviti e batteri) potenzialmente in grado di determinare problemi organolettici o rifermentazioni in bottiglia; derivata da applicazioni farmaceutiche è stata introdotta in enologia agli inizi degli anni '70 e si è rapidamente diffusa come alternativa alla pastorizzazione e all'uso di additivi e/o conservanti non sempre ben accetti dai consumatori o vietati dalle normative internazionali.

La microfiltrazione all'imbottigliamento è ritenuto il "punto critico per eccellenza" dell'intero processo produttivo del vino e la resistenza a cambiare e provare nuove soluzioni e prodotti è forte quando i filtri in uso hanno prestazioni di autonomia e "sicurezza microbiologica" soddisfacenti. Viene quindi sottovalutata l'evoluzione delle matrici filtranti e il continuo miglioramento della tecnologia di costruzione delle cartucce.

Valutare e selezionare i nuovi materiali di filtrazione è invece di fondamentale importanza, specialmente nell'attuale momento economico.

L'obiettivo di ottenere vino microbiologicamente sta-

bile con filtri finali a membrana deve essere accompagnato da indispensabili condizioni:

- massima protezione delle qualità organolettiche del prodotto;
- minimo numero di passaggi di filtrazione;
- adeguato dimensionamento delle stazioni di filtrazione;
- costante ripetibilità del processo;
- massima economia.

Metodo rigoroso e scientifico

Per una valutazione oggettiva è necessario utilizzare un metodo rigoroso e scientifico che fornisca indicazioni ripetibili, accurate e riproducibili nella realtà operativa di imbottigliamento.

Spesso la valutazione dell'economicità si basa sul volume totale filtrato per una carica di cartucce, talvolta limitandosi al solo stadio intasato in modo irreversibile. L'esaurimento di un singolo stadio di filtrazione indica normalmente un inadeguato dimensionamento della superficie filtrante dell'impianto o la errata micrometria dei filtri. Altri parametri importanti per la scelta sono il tipo di vino, le chiarifiche eseguite, le altre filtrazioni di cantina, ecc.

Pur con le dovute eccezioni legate ad inevitabili incidenti di percorso, in un impianto di microfiltrazione correttamente dimensionato, i diversi stadi, opportunamente rigenerati, avranno autonomie simili o comparabili.

Il difficile accesso a software specifici, ad attrezzature dedicate e la scarsa praticità di esecuzione dei test, hanno costituito un limite ad approcciare scientificamente la valutazione oggettiva degli effettivi costi/benefici dell'utilizzo di determinate matrici filtranti.

La maggior parte dei lavori scientifici di riferimento sono sperimentazioni da-

tate e sono quindi di relativa utilità perché non aggiornati all'evoluzione delle matrici filtranti ed alle correnti pratiche di preparazione più rispettose dei vini.

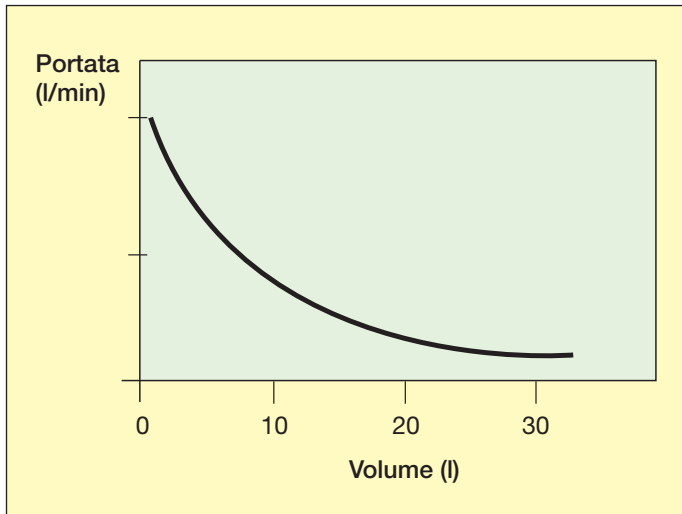
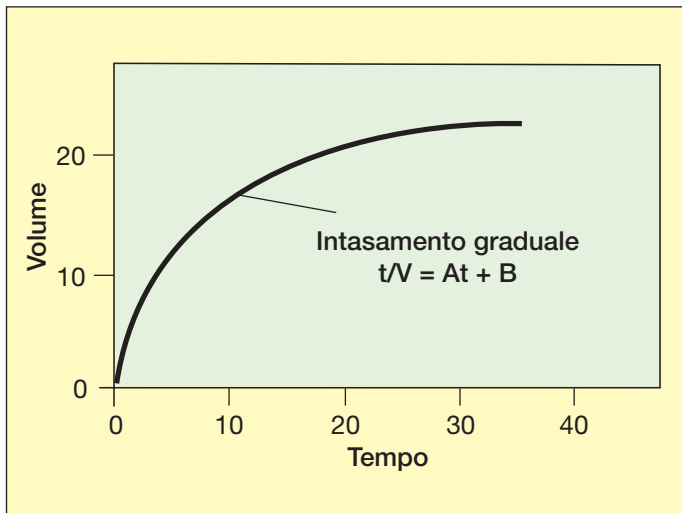
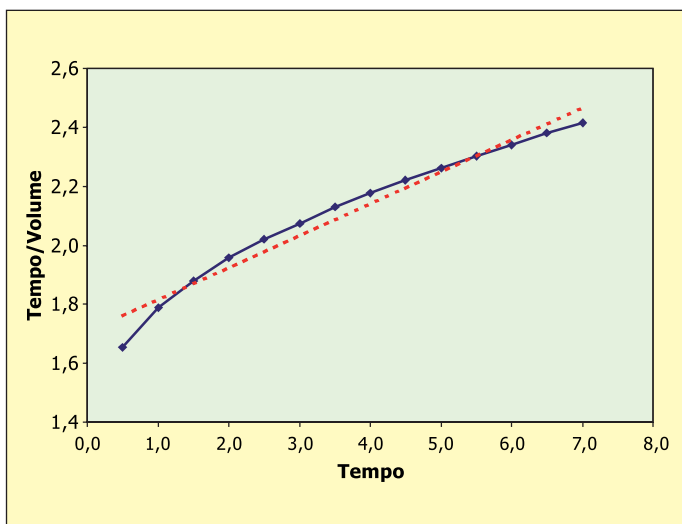
Due sono le tecniche che hanno contribuito in maniera significativa al corretto approccio alla microfiltrazione: l'Indice di Filtrazione Modificato ed il calcolo della V_{max} .

I primi lavori basati sull'indice di colmataggio (I.C.) delle membrane sono stati condotti e proposti da J. Laurenty ed altri (1). La lunga esperienza nella pratica industriale di Laurenty che si contrapponeva all'approccio accademico-matematico di molti altri autori ha dato un contributo davvero importante; Laurenty semplificò il calcolo introducendo una formula "empirica", che poi diverrà la base dell'Indice di Filtrabilità (I.F.) e dell'Indice di Filtrabilità Modificato (I.F.M.) e di cui altri autori si sono occupati (2) (3).

I.F.M. aumenta la significatività della misura evidenziando infatti l'eventuale presenza di intasamenti che decrescono con il progredire della filtrazione stessa, probabilmente determinati da contaminanti capaci di formare il cosiddetto "cake".

Gli "Indici di Filtrabilità" sono utili per valutare quotidianamente la fattibilità del processo nelle condizioni standard di una linea di filtrazione, ma non sono impiegabili per misurare il volume filtrabile del sistema né il suo dimensionamento.

Il calcolo della V_{max} , presentato nel 1993 da P. Meier e R. Wilking (4) e che in embrione era stato pubblicato nel 1990 sul periodico "Lifetime", misura su dischi da 47 mm il volume teoricamente filtrabile per unità di superficie di una matrice filtrante con una certa micrometria. Valutando diverse matrici e diverse micrometrie consente di individuare la più efficace "catena" di filtrazione ed

Fig. 1 - Rappresentazione grafica della portata rispetto al volume**Fig. 2 - Rappresentazione grafica del volume filtrato rispetto al tempo****Fig. 3 - Vmax**

Spiegazioni nel testo

indicativamente calcolarne il dimensionamento. È indispensabile che le matrici filtranti da 47 mm siano esattamente dello stesso materiale usato nei filtri a cartuccia che andranno impiegati in processo.

La trattazione matematica della "Vmax: System Sizing" è trattata di seguito per introdurre i suoi aspetti applicativi e pratici.

La metodica utilizzata impiega un software di acquisizione dati e di calcolo delle curve.

I tempi di esecuzione di 3-4 ore ripagano ampiamente per la rilevanza economica dei dati ottenuti, anche quando confermassero la correttezza del dimensionamento dell'impianto di microfiltrazione e/o della catena di matrici filtranti/micrometrie utilizzate.

In qualsiasi tipo di soluzione, vino compreso, l'intasamento di una matrice filtrante è determinato dalla presenza di solidi sospesi *deformabili* e *non deformabili*. La rappresentazione grafica del volume filtrato nel tempo di una sospensione delle une o delle altre origina curve molto diverse: per i solidi deformabili curva asintotica ad un valore di volume massimo, per solidi non deformabili semiretta lineare con pendenza dipendente dal deposito progressivo di strati di materiale ("cake").

In caso di distribuzione uniforme sulla superficie del filtro dei solidi non deformabili, il "cake" comincia a formarsi quando le particelle tra 0.5 e 1 μ depositate sono intorno a 10⁹ per cm².

Nella realtà il vino contiene entrambi i tipi di solidi sospesi e la matrice filtrante si intasa progressivamente.

Nel vino, come in molti altri liquidi, si ha presenza di particelle spesso inferiori al micron che vengono trattene dalla matrice filtrante per dimensione, per meccanismi di adsorbimento (forze di Van Der Waals e carica elettrica).

Intasamento graduale

Intasamento graduale a pressione costante (Fig. 1 e 2). La formula che esprime l'intasamento graduale è la seguente:

$$t/V = At + B$$

dove t= tempo e V= volume filtrato

Svolgendo si ottiene:

$$1/V = A+B/t.$$

Il volume massimo si ottiene a tempo infinito e B/t diventa = 0,

$$\text{quindi } 1/V_{\text{max}}=A$$

Ovvero il coefficiente angolare della retta è l'inverso della Vmax.

Analisi del grafico (Fig. 3). Nel calcolo sperimentale della Vmax le misure vengono espresse come tempo/volume (inverso della portata) rispetto al tempo:

- il coefficiente angolare della retta (A) è interpolabile (vedi linea tratteggiata) da un numero sufficiente di misure coerenti;

- l'inverso della coordinata all'origine (B) della retta è l'estrapolazione teorica della portata iniziale al tempo zero.

L'inverso del coefficiente angolare della retta ottenuta con le misure sperimentali è la Vmax, ovvero il volume totale potenzialmente filtrabile su di una superficie nota dopo un tempo infinito e con una portata tendente allo zero.

Per un corretto dimensionamento, il filtro è da considerarsi sfruttato quando ha raggiunto l'80% di intasamento ovvero la portata residua è il 20% di quella iniziale. È quindi necessario stabilire una relazione tra portata e Vmax. I passaggi matematici portano alla seguente correlazione:

$$V_{\text{intasamento } 80\%} = 0,55 V_{\text{max}}$$

Il volume all'80% di intasamento rapportato alla superficie impiegata nella sperimentazione consente di stabilire il volume filtrabile per mq di superficie in processo con portata residua del 20%:

$$V_{\text{intasamento } 80\%} / \text{superficie filtrante.}$$

Foto 1 - Impianto automatico di microfiltrazione a tre stadi indipendenti



Foto 2 - Porta membrane da 25 mm riutilizzabili e/o monouso



Fattori di sicurezza

Il metodo della V_{max} è accurato se il calcolo del coefficiente angolare valuta la regressione lineare di un numero sufficientemente grande di misure (>10 durante il test). Il metodo prevede una pressione differenziale costante di 800 mbar, ma le diverse prove sperimentali è bene siano condotte a pressione simile a quella che si avrà nella pratica di cantina.

Per fluidi come il vino che seguono il modello dell'intasamento graduale da solidi deformabili il metodo della V_{max} è affidabile ed indiscutibilmente consente

di valutare le diverse soluzioni per ottimizzare la sequenza di filtrazione. In sintesi questo metodo ci permette di definire:

- la scelta delle matrici filtranti;
- la scelta della sequenza delle matrici;
- la superficie necessaria al processo.

Considerando la variabilità caratteristica della pratica quotidiana del processo rispetto al dato sperimentale è opportuno per sicurezza dividere il dato *quantitativo* ottenuto per 1,5.

Le esperienze condotte nelle diverse realtà degli impianti produttivi del Gruppo Italiano Vini hanno dimostrato come la V_{max} consente di trasportare con buona approssimazione i dati di laboratorio alla realtà produttiva.

Metodologie utilizzate

Per un approccio eticamente corretto, evitare malintesi e/o errate interpretazioni dei risultati di prova, sono stati coinvolti "singolarmente" diversi produttori, testando le combinazioni di matrici filtranti e micrometrie suggerite o particolari soluzioni già collaudate e validate per una certa tipologia di prodotto.

Indice di Filtrabilità. Gli I.F./I.F.M. sono stati eseguiti con membrane di \varnothing 25 mm impiegando uno strumento automatico dotato di montaliquidi da 1 litro che esegue la misura in peso delle frazioni filtrate; la pressione di misura 2,0 bar - temperatura di 20°C. Per uniformità di confronto delle diverse misure abbiamo utilizzato membrane in esteri misti di cellulosa da 0,45 μ m.

Nel lavoro citato in bibliografia (2), oltre all'Indice di Filtrabilità Modificato ≤ 10 , viene data una deviazione standard < 10% (I.F.M. = 10 ± 1). È nota una certa "variabilità" del valore dell'indice misurato, la cui ragione è insita in alcune caratteristi-

che delle membrane microporose e nelle scelte dell'operatore.

La metodologia di produzione delle membrane polimeriche determina una certa variabilità nelle prestazioni di permeabilità tra lotto e lotto; inoltre la distribuzione dei pori delle membrane non è omogenea e la piccola superficie del 25 mm aumenta la possibilità di avere singoli dischi con permeabilità diversa. Meglioli et al. (3) indicano una deviazione standard < 8% tra i diversi lotti di acetato di cellulosa da 0,45 μ m.

Ogni produttore fissa i propri limiti di accettabilità della membrana finita e la variabilità delle prestazioni è più o meno accentuata.

Per avere misure degli IF affidabili e ripetibili è necessario:

1. polimero, micrometria (0,45 o 0,65 μ m) e produttore devono essere sempre gli stessi; un criterio è usare polimero, micrometria e produttore delle cartucce finali impiegate all'imbottigliamento;
2. il portafiltro da 25 mm deve essere sempre lo stesso; la superficie effettiva libera del filtro può essere diversa e la retinatura su cui poggia la membrana ne influenza la prestazione.

Le V_{max} sono state eseguite con matrici filtranti di \varnothing 47 mm misurando il peso delle frazioni filtrate con bilance analitiche da 10 e 30 Kg a 4 cifre decimali collegate a PC via RS 232 (DB9) per l'acquisizione dei dati sullo specifico software. Filtrazione del campione pressurizzando montaliquidi da 10 e 20 litri dotati di manometro, valvola di sfianto/sicurezza e valvole di intercettazione (Foto 3).

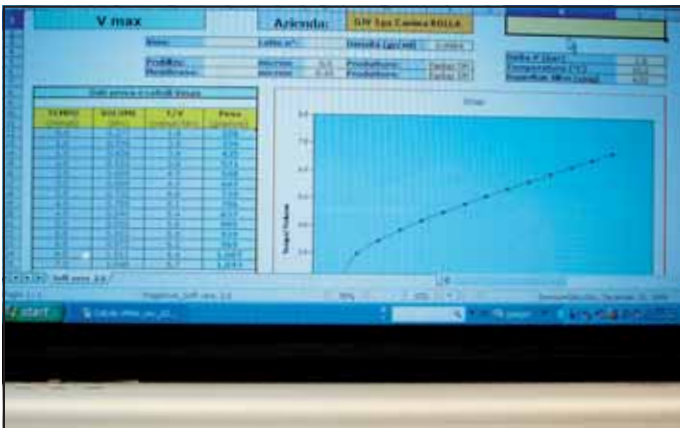
Sono stati utilizzate 3 versioni di software di calcolo basate sulla V_{max} di Meier e Wilking, diverse per l'impostazione grafica; i risultati delle misure ottenute sono sovrapponibili.

L'estrapolazione ai filtri di processo del valore misurato di V_{max} è direttamente proporzionale alla superfi-

Foto 3 - Attrezzatura utilizzata nelle prove di laboratorio



Foto 4 - Andamento a video di un test di Vmax



cie filtrante impiegata nel test. Nel software di calcolo deve essere impostata la superficie filtrante effettiva del disco.

I portafiltri di materiali diversi possono infatti differire notevolmente per superficie effettiva libera di filtrazione che possono variare da 10,0 a 14,0 cm². È opportuno quindi impiegare sempre lo stesso portafiltro.

Le matrici filtranti usate nella nostra sperimentazione sono quelle comunemente in commercio: fibra di vetro, polipropilene, polietersulfone, polivinilidene di fluoruro, con micrometria variabile compresa tra 1,0 µm nominale ed 0,45 µm assoluti.

Numerose matrici filtranti non sono disponibili sul

mercato nella configurazione a disco da 25 e/o Ø 47 mm; per realizzare la combinazione di strati delle cartucce di processo, le matrici mancanti sono state ricavate per fustellatura da cartucce da 10".

Nell'esecuzione dei test è stato utilizzato un serbatoio da 100 litri da cui prelevare campioni omogenei.

L'obiettivo è verificare l'economicità di una catena di filtrazione, con il minor stress qualitativo possibile sul vino, con la finalità inderogabile della stabilità microbiologica del prodotto microfiltrato.

Modalità operativa

La sequenza delle operazioni è la seguente:

1. misura dell'I.F./I.F.M. su un campione prelevato dalla massa omogenea di 100 litri di vino da filtrare, mantenuto a temperatura ambiente ($20 \pm 0,5^\circ \text{C}$);
2. calcolo della Vmax del campione di vino filtrato con la matrice filtrante di maggiore micrometria, installata in un portafiltro da 47 mm;
3. misura dell'I.F./I.F.M. del campione di vino filtrato con la matrice del punto 2;
4. calcolo della Vmax del campione uscito dalla matrice del punto 2 e filtrato con nuova matrice filtrante di micrometria inferiore, installata in un portafiltro da 47 mm;
5. misura dell'I.F./I.F.M. del campione di vino filtrato con la matrice del punto 4;
6. calcolo della Vmax del campione uscito dalla matrice del punto 4 e filtrato con nuova matrice filtrante di micrometria inferiore, installata in un portafiltro da 47 mm.

Il valore Vmax è espresso in litri/m².

Le possibili combinazioni sequenziali di matrici filtranti e relative micrometrie sono numerose; abbiamo quindi limitato la valutazione all'inserimento di una micrometria o di una matrice filtrante diversa in un de-

terminato stadio di filtrazione per il miglioramento degli impianti dei nostri stabilimenti.

Il test della Vmax secondo Meier e Wilking prevede l'intasamento al 90% della matrice filtrante da 47 mm; con gli indici di filtrabilità dei nostri vini pronti per l'imbottigliamento, 20 litri non sono sufficienti a portare ad intasamento le membrane; la Vmax è comunque estrapolabile raccogliendo un numero sufficiente di misure di portata nel tempo.

Abbiamo eseguito le misure con pressione di 1.0 bar, trattandosi di condizioni paragonabili al processo di produzione, e molto vicina agli 0,8 bar consigliati dalla letteratura; le portate del filtro sono normalizzabili in litri/[ora (x) mq (x) bar*].

La misura della Vmax individua la superficie complessiva necessaria di processo e mediante il costo delle equivalenti cartucce è possibile estrapolare il costo/litro di una filtrazione. Poiché la superficie da installare in processo è normalmente tra 1.000 e 20.000 volte maggiore a quella del disco da 47 mm, è consigliabile eseguire una successiva valutazione con cartucce da 10" per verificare il numero di moduli per il dimensionamento definitivo.

Il valore Vmax viene calcolato su un singolo ciclo all'intasamento; la capacità totale filtrante dell'installazione di processo sarà notevolmente superiore perché l'intasamento delle cartucce viene di norma recuperato mediante regolare rigenerazione.

Le prove in corso indicano che l'applicazione della teoria di Meier e Wilking si è dimostrata corretta anche praticamente; nel caso di una prefiltrazione abbiamo infatti abbattuto il costo di produzione di oltre il 50% con l'utilizzo di una nuova matrice filtrante. Nel caso della filtrazione finale non abbiamo invece rilevato differenze di costo/litro significative tra le diverse combinazioni di materiali e micro-

Tab. 1 - Risultati delle analisi microbiologiche sul filtrato in uscita dai singoli stadi

Stadio	UFC lieviti	UFC batteri
0,8 µm nominale	0	300/ 500 ml
0,5 µm nominale	0	0
0,65 µm a membrana	0	0
0,45 µm a membrana	0	0

Tab. 2 - Risultati di una doppia filtrazione ridondante

Stadio	UFC lieviti	UFC batteri
1 - 0,65 µm a membrana	0	30 / 500 ml
2 - 0,65 µm a membrana	0	0

metrie provate, nelle nostre condizioni operative.

Sempre nell'applicazione di processo, sono stati effettuati prelievi sterili dopo ogni singolo stadio di filtrazione, per verificarne la funzionalità o l'abbattimento delle UFC di lieviti e batteri; il sistema filtrante a 4 stadi è così composto:

I - stadio di prefiltrazione a 0,8 µm nominale;

II - stadio di prefiltrazione a 0,5 µm nominale;

III - stadio sterilizzante a 0,65 µm a membrana;

IV - stadio sterilizzante a 0,45 µm a membrana.

Nella Tab. 1 sono riportati i risultati delle analisi microbiologiche sul filtrato in uscita dai singoli stadi.

Questa prova industriale effettuata sulla linea a quattro stadi ha una finalità ben precisa che abbiamo testato preventivamente in sede di prove di laboratorio. La combinazione è stata progettata pensando alla filtrazione (ridondante) a 0,65 µm, con la possibilità di uno 0,45 µm finale per tipi di vino particolari. Durante i vari test effettuati per il calcolo della Vmax è stata infatti effettuata una prova di doppia filtrazione ridondante a 0,65 µm a membrana per verificare l'abbattimento microbiologico. Come evidenziato nella Tab. 2, tale sequenza di filtrazione garantisce la stabilità microbiologica, accompa-

gnata certamente da un minor stress per il vino ed un maggiore volume totale filtrato.

Considerazioni e conclusioni

Considerazioni. È consigliabile l'uso di matrici filtranti di Ø 25 mm (malgrado la citata maggiore variabilità prestazionale) con la superficie filtrante < 4,0 cm² che consente di raccogliere le misure necessarie alla determinazione della Vmax con volume inferiore e ridurre la durata delle prove (Foto 2).

La Vmax permette di ottenere importanti informazioni tecniche:

- la valutazione delle prestazioni di materiali e micrometrie;

- l'individuazione della sequenza di filtrazione e del dimensionamento di nuovi impianti;

- la verifica della sequenza di filtrazione e del dimensionamento di impianti esistenti;

- l'individuazione punti di miglioramento.

La Vmax è anche un importante strumento per ottimizzare l'economia della microfiltrazione attraverso l'analisi dei costi di diverse soluzioni.

Difficoltà riscontrate.

- Reperimento delle matrici filtranti nei diversi materiali.

- Reperimento delle matrici filtranti nel Ø 47,0 mm (e/o Ø 25,0 mm).

- Software specifico e dedicato.

- Definizione delle catene di filtrazione "ideali" (matrici filtranti e micrometrie).

- Trasposizione alla realtà di cantina in base ai dati di laboratorio: stima economica e verifica delle prove sul campo.

Conclusioni. A seguito del monitoraggio degli impianti di microfiltrazione del Gruppo Italiano Vini, eseguito in 4 cantine del Gruppo (per un totale di 8 linee), e dalla mole di dati raccolti nei test di laboratorio, abbiamo potuto appurare quanto segue:

- il metodo Vmax, sia pure con le dovute cautele operative, è un ottimo sistema di verifica;

- si presta egregiamente oltre che alla definizione della catena di filtrazione, al dimensionamento dell'impianto di microfiltrazione.

Prove ne è che su impianti dimensionati correttamente sia come numero di moduli filtranti che sequenza di materiali/micrometrie, ha confermato la scelta.

Di contro, dove sussistevano difficoltà di resa piuttosto che intasamenti precoci di stadi intermedi di filtrazione, la Vmax ha permesso non solo di evidenziare l'anello debole, ma di fornire indicazioni alla soluzione.

Allo stato attuale, nelle cantine del GIV, dove sono stati apportati cambiamenti o altri interventi scaturiti dall'analisi Vmax, abbiamo già superato il tetto minimo prefissato per giustificare l'economicità della scelta e del processo più in generale. In un caso, dove si è cambiato micrometria e polimero, si è arrivati alla riduzione del 50 % del costo di filtrazione.

Un ringraziamento alla Win&Tech di S. Pietro in Cariano (VR), nella figura del dr. Daniele Conti e del sig. Stefano Boin, per il supporto tecnico alla corretta implementazione del metodo Vmax.

Bibliografia

J. Laurenty . Filtration sterilisante. Coll. Internat. D'Oenologie, 05/1973.

A. Alacon - Mendez, R. Boulton. Automated measurement and interpretation of wine filterability. Am. J. Enol. Vitic. 53:2 191 - 197 (2001).

G. Meglioli, A. Battezzati, C. Marchesini. L'indice di filtrabilità: principi teorici ed applicazioni. Industria delle Bevande 12:445 - 450(1983).

P. Meyer, R. Wilking. Vmax: System sizing. Millipore Corporation Global Meeting (03/1993).