

Fiabiliser la stabilité des produits non pasteurisés

La stabilité fermentaire des produits non pasteurisés est travaillée à l'IFPC depuis 2003 avec des acquis importants. Le transfert de ces acquis et outils a été réalisé chez des producteurs fermiers et artisans pratiquant la prise de mousse (avec le test de prise de mousse) et chez des élaborateurs industriels gazéifiant des cidres non pasteurisés (sélection de moûts + conduite de fermentation).

Démarche de travail

La demande initiale de la profession cidricole était l'établissement d'un test de prise de mousse permettant d'orienter les interventions technologiques au moment de la mise en bouteille. L'objectif était d'éviter les surpressions et les problèmes organoleptiques associés (trouble, dessucrage, arômes de réduction...). Les produits initialement concernés étaient les cidres issus de prise de mousse en bouteille. Dans cet esprit et suite à la mise en place et à la validation du test de prise de mousse, il est apparu judicieux de privilégier une stratégie en amont du pilotage des fermentations et du choix de la matière première plutôt que d'avoir recours à des solutions correctives tardives qui s'avèrent difficilement efficaces. Avec l'inclusion des cidres gazéifiés non pasteurisés dans nos essais, cette démarche s'inscrivait dans une problématique plus large : créer et mettre en place les outils et méthodes permettant de produire un cidre ou poiré non pasteurisé stable et régulier.

Résultats

Acquisitions de connaissances sur la stabilité levurienne
Dans le cas d'un produit non

pasteurisé, ce qui va contrôler sa stabilité en bouteille c'est la quantité résiduelle d'éléments nutritifs (essentiellement l'azote assimilable) à la mise en bouteille. L'azote assimilable représente la grande majorité des composés azotés du moût et est constitué principalement d'acides aminés, de petits peptides et de l'azote ammoniacal qui sont des formes azotées utilisables par les levures. Si le produit contient à sa mise en bouteille des éléments nutritifs, les levures présentes, quel que soit le niveau de population, vont pouvoir se multiplier de façon importante (trouble) et avoir un effet significatif sur le produit en bouteille : dessucrage et augmentation de la pression. Cette richesse en éléments nutritifs est la résultante de la richesse initiale du moût et de la consommation de nutriments réalisée lors de la fermentation.

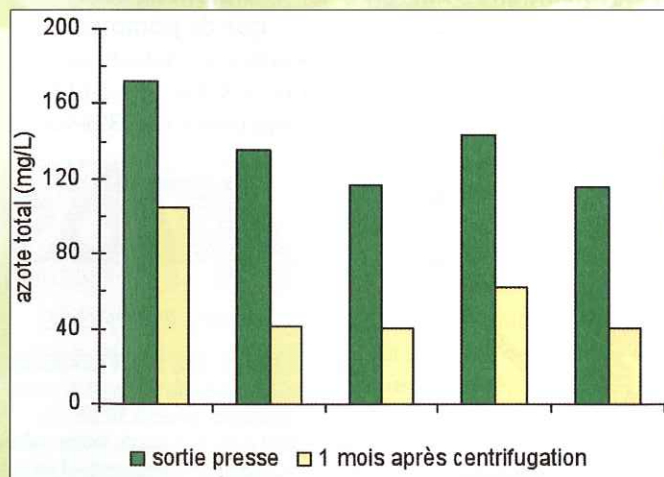
L'ensemble des travaux réalisés sur la période 2004-2007 ont permis d'acquies au laboratoire et sur le terrain quelques références :

- un produit est stable quand il ne possède plus d'azote assimilable ;
- quelques mg/L d'azote assimilable suffisent pour donner un produit instable en bouteille ;
- une défécation consomme de 0 à 20 mg/L d'azote assimilable (10 mg/L en moyenne) ;
- une croissance de levure consomme en moyenne 50 mg/L d'azote assimilable.

Note : une croissance de levure permet aussi de consommer, voire de carencer, d'autres composés comme par exemple les vitamines. Cet épuisement en d'autres nutriments contribue à la stabilisation du produit fini.
Grâce à ces références, il est

possible de créer différentes catégories de moûts en fonction de leur potentiel nutritionnel exprimé en azote assimilable ou en azote total (tableau et encadré ci-après). Ces catégories ont été validées par des essais terrain (2006-2009). Ainsi on observe que les moûts contenant plus de 100 mg/L d'azote total à la sortie de la presse (graphique 1) contiennent même après une réduction de biomasse par centrifugation des quantités importantes d'azote total (> 40 mg/L), donc à coup sûr de l'azote assimilable. Les moûts contenant 100 ou moins de 100 mg/L (graphique 2) au départ, arrivent après une réduction de biomasse à une teneur inférieure ou égale à 20 mg/L en azote total. Cela montre l'intérêt de disposer d'outils de dosage de la ri-

Graphique 1



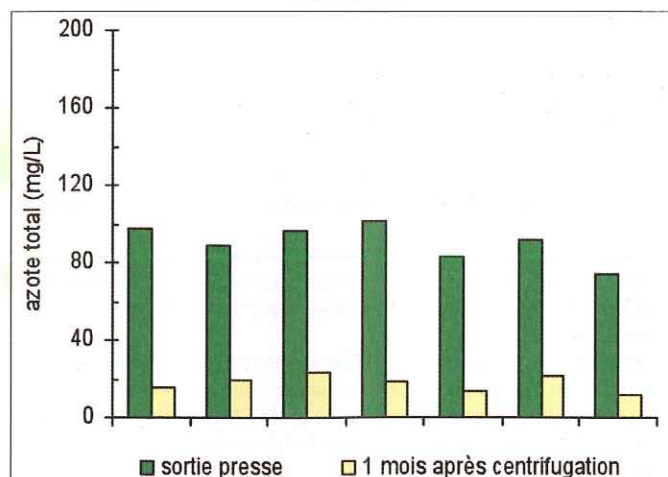
Classe de moût	Azote assimilable du moût dépectinisé débourbé	Azote total du moût dépectinisé débourbé
Classe I	Inf. à 50 mg/L	Inf. à 65-70 mg/L
Classe II	Compris entre 50 mg/L et 90 mg/L	Compris entre 65 mg/L et 105 mg/L
Classe III	Sup. à 90 mg/L	Sup. à 105 mg/L

Classe I : potentiel faible ; pas de réduction de biomasse à prévoir (centrifugation) pour obtenir un produit stable. Attention : une réduction de biomasse peut conduire à un blocage de fermentation.

Classe II : potentiel moyen ; une réduction de biomasse peut suffire à donner un produit stable.

Classe III : potentiel fort ; donc au moins deux réductions de biomasse sont nécessaires pour espérer obtenir un produit stable non pasteurisé.

Graphique 2



chesse en azote du moût pour effectuer un pilotage par la technologie.

Méthode de détermination de la richesse en éléments nutritionnels du moût

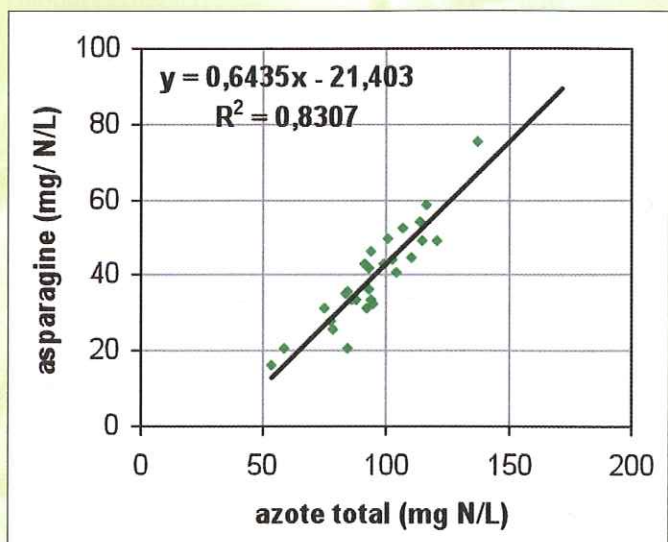
L'IFPC a travaillé sur différentes méthodes de dosage du potentiel nutritionnel du moût. L'analyse d'azote total par kjeldahl et le dosage enzymatique de l'asparagine. L'asparagine est l'acide aminé majoritaire du moût de pomme et est très corrélé à la richesse en azote assimilable du moût. La technique de dosage de l'azote assimilable par formol titration, elle aussi testée, a été abandonnée car elle

met en œuvre des réactifs toxiques.

Ces deux méthodes donnent une bonne approximation de la richesse en éléments nutritionnels du moût :

- le dosage d'azote total est performant mais nécessite un matériel important, il est donc généralement à faire réaliser par un laboratoire extérieur. Ce test n'est pas utilisable pour évaluer la stabilité des cidres à l'embouteillage, car il dose aussi l'azote non assimilable qui est alors ultra majoritaire (manque de précision à ce stade). Il est acceptable au stade du moût ;
- le dosage enzymatique de l'asparagine nécessite un spectromètre et une étape de purification de l'échantillon pour

Graphique 3



éliminer les polyphénols. Il est réalisable par un labo d'entreprise ou des conseillers cidricoles. L'avantage de ce dosage est qu'il peut aussi être utilisé pour évaluer la stabilité des cidres par sa précision et sa sélectivité.

Le dosage enzymatique de l'asparagine présente de multiples avantages :

- c'est le même outil pour évaluer moûts et cidres ;
- il est plus rapide et plus simple à mettre en œuvre que le test de prise de mousse car la préparation de l'échantillon est rapide (5 mL vs 150 mL) et la lecture est immédiate alors que la lecture du test de prise de mousse demande 15 jours ;
- sa performance est similaire par rapport aux références actuelles (azote total sur moût et test de prise de mousse sur produit fini).

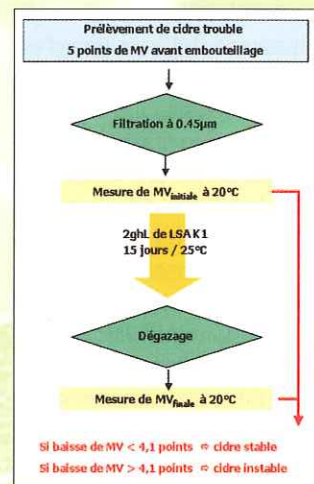
La cohérence entre azote total et dosage asparagine a été évaluée sur 35 moûts et donne une très bonne corrélation avec l'azote total (graphique 3).

Attention : quelle que soit l'analyse, c'est l'azote soluble qui est recherché. Il est donc impératif de faire l'analyse après une centrifugation ou une filtration de laboratoire. En effet, les bourbes de pommes et les divers micro-organismes contiennent de l'azote qui n'est pas utilisable par les levures mais qui peut être dosé par la méthode kjeldahl.

Outils de qualification de la stabilité du produit fini (i.e. dosage de la richesse en éléments nutritifs du cidre)

Le test de prise de mousse

En 2003, un test dit de prise de mousse a été mis au point. Le principe de ce test est simple (schéma ci-dessous). On me-



sure la masse volumique obtenue avant et après le test et si la différence est supérieure à une valeur seuil le produit présente un risque d'instabilité (pression > 3 bars), dans le cas contraire, le produit ne donnera pas de surpression (pression < 3 bars).

Idéalement, ce test est à réaliser à 5 points de masse volumique au-dessus de la masse volumique de mise en bouteille, cela afin de se donner du temps pour la réalisation du test (15 jours).

		Résultat test de prise de mousse	
		$\Delta MV < 4.1$ pt	$\Delta MV > 4.1$ pt
Réalité (3 mois à 15°C)	Pression < 3 bar	90 à 97 %	0 %
	Pression > 3 bar	3 à 10 %	100 %
	Pression > 4 bar	Inf à 0.7 %	
Intervalle de confiance de 95 %			

Ce test a été validé sur près de 180 cidres en lien avec les conseillers cidricoles en Bretagne et Normandie.

La comparaison des résultats des tests et des prises de mousse 3 mois à 15°C confirme que le test est capable de détecter avant l'embouteillage les cidres sujets à des sur-gazéifications (> 3 bars). Il permet aussi d'identifier les cidres qui dépasseront 4 bars lors d'un stockage de 6 mois à température ambiante.

L'exploitation statistique des résultats donne une valeur seuil de 4,1 points de chute de masse volumique pour le test. Les résultats sont indiqués dans le tableau ci-contre.

Pertinent, mais relativement long à mettre en œuvre (filtration de 250 mL de cidre trouble) il est pratiqué sur les produits à risques (cidres doux, poirés...) et sur les grands embouteillages.

Le dosage d'asparagine

Le dosage d'asparagine (avec la même méthode que celle utilisée pour le moût) permet de distinguer les produits stables des produits non stables. Ce dosage a la même performance que le test de prise de mousse. La valeur seuil est de 10 mg/L d'asparagine soit environ 2 mg/L d'azote assimilable.

Quand réaliser ces tests/dosages ?

Il faut savoir que la consommation d'azote assimilable s'effectue lors de la phase de multiplication des levures donc durant toute la phase où la vitesse de fermentation augmente, une fois que la vitesse est maximale il n'y a plus de consommation d'azote assimilable.

Il n'est donc pas nécessaire d'attendre le stade de la mise en bouteille pour réaliser un dosage d'asparagine car, d'une part la quantité de nutriments résiduels ne variera plus ou len-

tement et d'autre part plus on tarde, plus les fermentations seront difficiles à redémarrer (perte de viabilité des levures en fin de fermentation) et plus risquées (piqûre acétique).

Gestion des fermentations

Avec le dosage de la richesse en nutriments des moûts, un pilotage est possible en fléchant les moûts vers des itinéraires technologiques différents (schéma ci-dessous).

Il est aussi possible de flécher les moûts initialement riches en nutriments azotés vers les cidres pasteurisés ou les cidres de distillation.

Concernant la réduction de biomasse : la première doit être faite en tout début de fermentation après 5 à 10 points de chute de masse volumique, la seconde, si elle est nécessaire, doit avoir lieu 5 à 10 points après la précédente. Une réduction de biomasse trop tardive ne permettra pas une reprise en fermentation efficace (risque de fermentations languissantes).

Comment bien réussir une re-croissance de levures pour réaliser un nouvel épuisement en azote assimilable ?

- Il faut des conditions favorables à la re-croissance des levures :
 - température > 10°C ;
 - une oxygénation (généralement apportée par le transfert ou la centrifugation) qui impose de prendre des précautions vis-à-vis du risque de piquûre acétique ;
 - des levures "viables" pour cela, la réduction de biomasse doit être pratiquée entre 5 et 10 de chute de masse volumique après démarrage de la fermentation ou après la précédente réduction de biomasse (cas des moûts de classe III).
- Il faut laisser environ 20 % de la flore initialement présente, pour cela ne filtrer ou centrifuger que 80 % du volume initial et réincorporer 20 % du volume initial non traité. Le fait de garder 20 % de flore initiale permet de limiter les risques de blocage de fermentation et les risques associés comme la piquûre acétique.

Comment évaluer si la croissance des levures s'effectue bien après réduction de biomasse ?

- La turbidité du produit doit augmenter (appréciation visuelle, voire dénombrement de levures).
- La vitesse de fermentation doit ré-augmenter de façon significative.

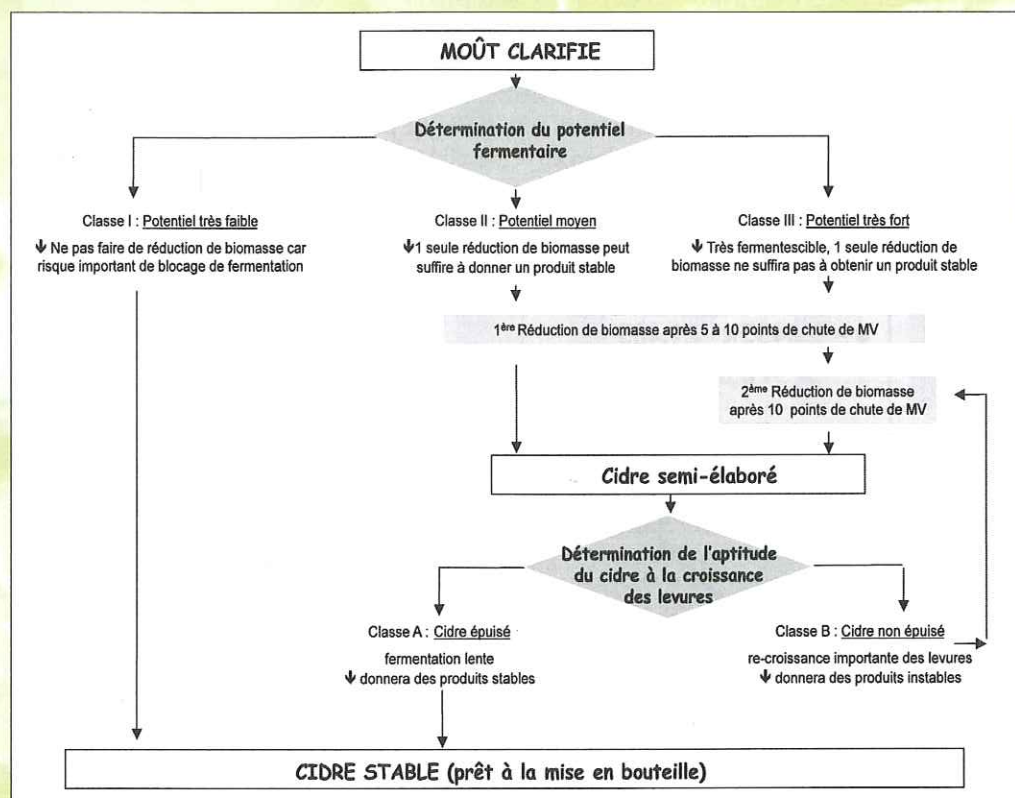
Et ça marche !

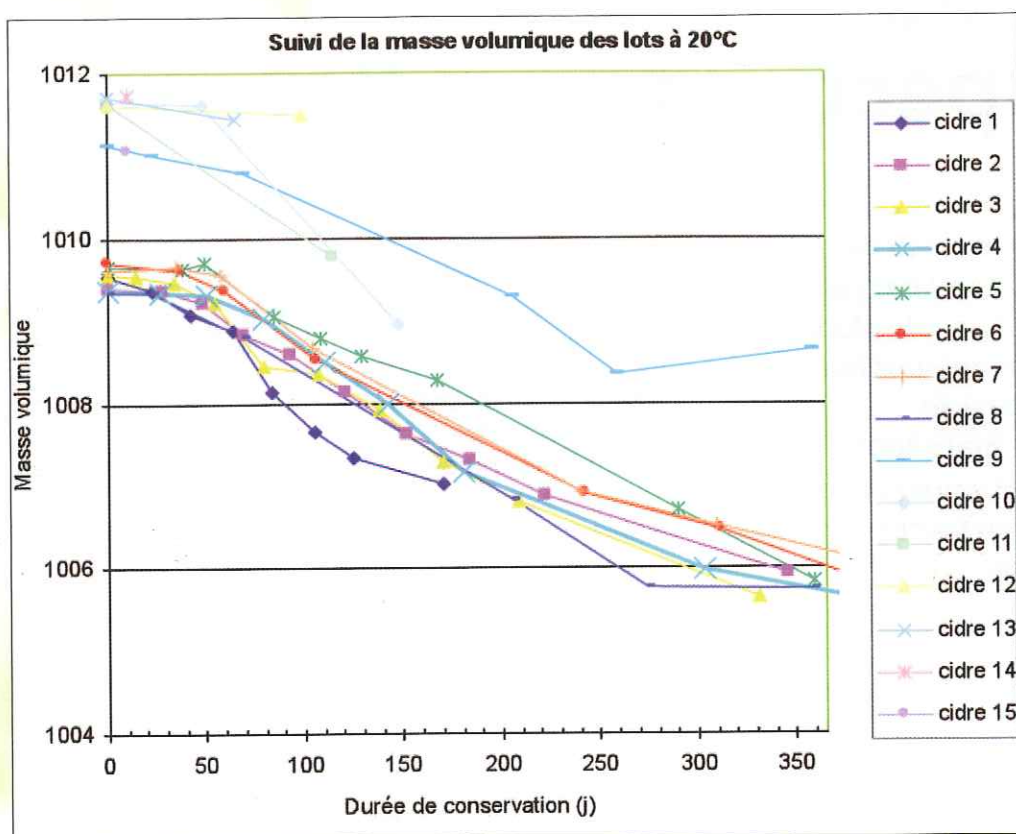
Sur plusieurs années, des lots de cidres ont été embouteillés par gazéification sans pasteurisation chez un élaborateur avec la technique de sélection des moûts et une réduction de biomasse systématique en début de fermentation.

Au stade de l'embouteillage, les produits étaient filtrés sur

terre rose puis gazéifiés. Une partie des lots était conservée à 20°C et la chute de masse volumique suivie dans le temps. Le graphique page suivante montre une bonne stabilité des produits placés en conditions défavorables : en 1 an à 20°C, la chute de masse volumique est de 4 points.

L'amélioration constatée par le





cidrier s'est traduit par une diminution de la chute de masse volumique en bouteille d'un facteur de 2 à 3 mais aussi par une très bonne régularité du comportement des produits. Des progrès peuvent être encore faits car les embouteillages sont réalisés sans prendre beaucoup de précautions vis-à-vis des populations de levures résiduelles : en maîtrisant les populations de levures résiduelles en bouteille par une amélioration des techniques de filtration (filtration tangentielle) et des pratiques d'hygiène (re-contaminations post-filtration), les résultats peuvent encore être améliorés.

Facteurs ayant une influence sur la teneur en azote des fruits

La teneur en azote des moûts est influencée par différents facteurs avant brassage. La connaissance de l'impact de ces différents facteurs peut permettre de contribuer à la maîtrise fermentaire des cidres en bouteille :

- la variété : certaines variétés sont réputées riches en azote (ex : Marin Onfroy). Il est également possible, pour chaque producteur/transformateur, d'acquiescer des références dans ses vergers pour identifier les variétés et parcelles à risque ;
- le contexte climatique : les conditions de l'année induisent une modulation de la composition de la pomme. Les travaux conduits par l'IFPC dans le cadre d'un réseau de parcelles de référence, montrent par exemple que pour la variété Douce Moen, les années riches en sucre sont également riches en azote. En revanche, cela n'a pas été observé sur Douce Coetligné ;
- l'âge du verger : en verger jeune, les premières années de mise à fruit sont caractérisées par des pommes plus riches en azote ;
- la fertilisation : un apport d'azote à l'automne même relativement élevé a assez peu d'incidence sur la teneur en azote des fruits, mais en revanche, positionné en pré et surtout en post floral, il entraîne

une augmentation de la teneur en azote des jus ;

- la charge : par rapport à un verger fortement chargé, une réduction de la charge se traduit par un enrichissement du fruit en différents éléments : sucre, acidité, composés phénoliques mais aussi azote ;
- la technique de conduite : il a été observé que lors de la mise au gabarit dans le cadre de l'établissement d'un mur fruitier, la première fructification donne des pommes plus riches en azote ;
- la maturité de brassage : une étude récente menée à l'IFPC

a montré qu'à partir du stade classique de récolte (50 % de fruits au sol), une maturation de 15 jours entraîne une diminution de la quantité d'azote qui est transférée dans le moût dans des proportions de l'ordre de 25 % pour des variétés telles que Douce Coetligné, Kermorien ou Bedan, et de l'ordre de 15 % pour des variétés comme Binet Rouge, Douce Moen ou Fréquin. Les variétés acidulées comme Avrolles, Judor, Locard Vert ou Petit Jaune présentent des évolutions plus faibles.

Conclusion

Aujourd'hui il est possible de fiabiliser la production de cidre non pasteurisé en isolant les produits à risque.

Ces travaux ont mis en évidence la relation entre le potentiel nutritionnel du cidre et l'intensité de la re-croissance des levures en bouteille et donc la stabilité des produits. En complément, les études sur les exigences nutritionnelles de *Zymomonas* (agent reconnu de la maladie du framboisé) ont mis en évidence que la maîtrise du potentiel nutritionnel est aussi un moyen efficace de limiter le risque "framboisé". La clé du succès est liée à l'anticipation des problèmes par une évaluation des richesses en azote assimilable des moûts puis une gestion adaptée des itinéraires technologiques de transformation.

RÉMI Bauduin (IFPC)

PULVÉRISATION S21

Réseau S21 Grand Ouest
M. ROCHARD : 06 81 71 19 29

Concepteur - Fabricant - Usine : 47 Marmande - Tél. 05 53 20 80 87 (lignes groupées)

PULVÉRISATEURS, ATOMISEURS

Simple, double, triple turbines
du 200 L PORTÉ au 3000 L TRACTÉ



Reprises - Occasions - Financements • Catalogues gratuits sur simple demande