

Enquête sur la réussite de la clarification haute auprès des transformateurs

Les résultats de cette enquête viennent à la suite de l'article sur la clarification des moûts de la revue pomme n° 36 d'août 2014, qui a présenté les principes de la clarification haute.

Dans le cadre d'une étude réalisée sur 2011-2013, l'IFPC, l'INRA BIA équipe PRP Le Rheu et les conseillers cidricoles de différentes régions (APPCM, ARAC, CIDREF, SPCFHN et CRA Bretagne) ont cherché à identifier les principales difficultés que rencontrent les cidriers pour réussir la clarification pré-fermentaire par gélification de la pectine.

Les conseillers cidricoles ont tout d'abord interrogé des cidriers à l'aide d'un questionnaire élaboré collectivement, pour recueillir, d'une part leur niveau de réussite (déclaratif) pour cette opération et d'autre part quelques renseignements concernant leur mode d'élaboration. Notre objectif était de tenter d'établir un lien entre les pratiques et le résultat.

Sur la base de 26 cidriers interrogés, 30 % des cidriers déclarent environ 10% d'échec pour cette opération et 30 % estiment le niveau d'échec à 25 % des cuves. Pour les situations les plus problématiques, 20 % constatent 50 % d'échec tandis que 20 % déplorent plus de 75 % d'échec. La durée de cuvage a été estimée par les cidriers et a été classée en 3 catégories : A : moins de 30 min, B : de 30 à 120 min, C : plus de 120 min (figures 1 et 2).

On peut constater sur la figure 1 que le cuvage est souvent plus long (forte proportion en catégorie B et C), lorsque le taux d'échec est bas. Pour mieux visualiser ce rôle du cuvage nous avons porté sur la figure 2 la moyenne des taux d'échec estimés en fonction de la durée de cuvage. Cette moyenne ne permet pas d'obtenir une estimation précise mais montre nettement le lien entre le taux d'échec et la durée de cuvage. Il est intéressant de noter que la réussite de l'opération est estimée globalement par des cidriers qui n'ont pas les mêmes critères d'appréciation de réussite et d'échec. Cette constatation, est donc relativement robuste et montre le fort impact de l'opération de cuvage sur la réussite de

la clarification haute. L'impact du cuvage s'explique par le fait qu'il permet l'enrichissement du moût par de la pectine soluble (PSE, cf. article précédent dans la revue Pomme à cidre n°36 d'août 2014).

Néanmoins on peut aussi remarquer que la réalisation d'un cuvage n'implique pas systématiquement la réussite de la clarification et, inversement, que l'opération peut réussir en absence de cuvage, ce qui indique la présence d'autres facteurs importants. L'impact du type de presse et du temps de pressage n'ont pas pu être mis en évidence par cette enquête : le rôle de ces facteurs est probablement moins important et par conséquent moins aisé à établir par une enquête. La teneur en pectine soluble dans la pomme est également une cause potentielle qui est liée à la durée de maturation entre la chute du fruit (naturelle ou par secouage) et le pressage mais, là aussi, l'enquête n'a pas permis de faire le lien entre ce critère et la réussite de la clarification. Enfin d'autres causes comme la possibilité de gélification de la pectine (liés à l'acidité, la teneur en calcium, la quantité d'enzyme, la présence de polygalacturonases ...) et la monté du chapeau brun (liée au début de fermentation) peuvent compliquer l'interprétation.

Recherche "a posteriori" des causes d'échecs de la clarification haute par des analyses du moût

Suite à cette enquête, un second travail a été réalisé pour tenter d'expliquer les échecs de la clarification haute par la composition du moût. Ce travail a été réalisé sur 33 observations de moûts issus de pressages de fruits récoltés en 2013.

Pour chaque moût des prélèvements ont été réalisés, à la fois en sortie de presse et après le soutirage de la clarification haute. Des analyses ciblées (quantité de pectine, acidité totale, pH, calcium et masse volumique) ont été effectuées sur ces prélèvements. La réussite ou l'échec de l'opération est donnée par l'appréciation du cidrier, avec éventuellement un commentaire apportant des

Figure 1 - Evaluation du risque d'échec selon la durée de cuvage

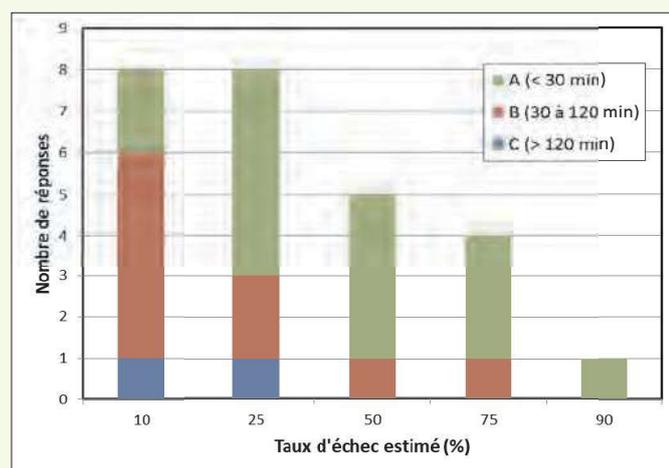
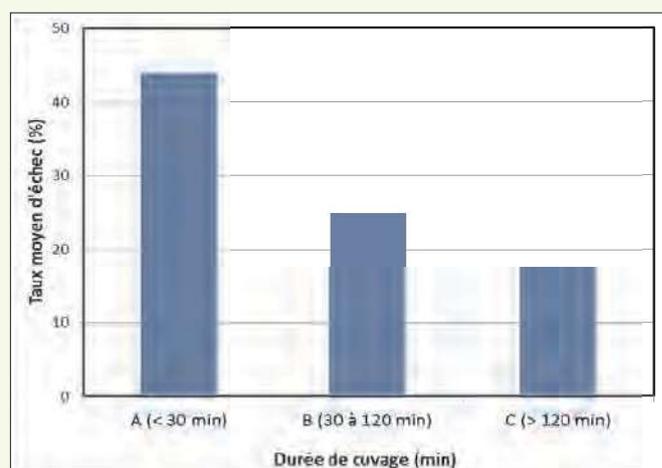


Figure 2 - Taux moyen d'échec en fonction de la durée de cuvage



observations complémentaires en lien avec l'opération. Malgré le choix de prélever préférentiellement dans des ateliers ayant des faibles taux de réussite de clarification haute, seul 8 échecs ont pu être collectés sur les 33 situations étudiées (soit 25 %). Les analyses effectuées sur ces moûts permettent de mettre en évidence des explications plausibles au vu des connaissances déjà exposées dans le précédent article.

Pour deux des huit lots pour lesquels la clarification a échoué, la quantité de pectine dosée dans le moût en sortie de presse est inférieure à 10 mg/L d'acide galacturonique (composant majoritaire de la pectine). Ce constat analytique est en accord avec l'appréciation des cidriers qui avaient noté, pour ces deux moûts, une absence de gélification. En revanche, pour les 6 autres situations, la teneur en pectine ne peut pas être mise en cause car ces moûts en contiennent une quantité suffisante (plus de 500 mg/L d'acide galacturonique pour permettre une gélification correcte en présence de calcium). Il convient donc de chercher d'autres causes.

Pour un autre des huit moûts ayant conduit à un échec de clarification, la cause la plus vraisemblable est l'acidité excessive du moût. La richesse en acide malique, qui est responsable de la forte acidité entraîne également un pH relativement faible (3,60) mais ce critère, s'il est facile à mesurer, est trop peu sensible pour identifier efficacement le risque. L'acide malique va piéger le calcium qui empêche la gélification des pectines (à la dose légale autorisée de 160 mg/L).

Dans trois autres moûts l'échec de la clarification haute est à rechercher dans l'évolution fermentaire. Pour deux d'entre eux, la masse volumique n'a pratiquement pas varié (la baisse de la masse volumique est inférieure à 0,2 kg/m³) ce qui indique que la fermentation n'a pas réellement démarré. Dans ces conditions la montée du chapeau brun n'a pas encore eu lieu au moment du soutirage et le statut de "clarification manquée" a peut-être été attribué prématurément. Cette situation peut se produire en fin de saison lorsque les basses températures retardent la croissance des levures ou en cas de sulfitage important. Pour le troisième moût, une chute de masse volumique de plus de 5 kg/m³ entre le moût sortie presse et le moût soutiré indique plutôt un phénomène inverse : la fermentation est franchement démarrée lorsque le cidrier a fait son observation et son prélèvement. La simple analyse du moût ne permet pas de conclure mais on peut proposer une hypothèse : la gélification a peut-être eu lieu normalement mais le cidrier a trop attendu et s'est fait surprendre par le démarrage de la fermentation qui a remis le chapeau brun en suspension et a ainsi fait échouer la clarification. Cette situation est courante lorsque les températures sont élevées (au-dessus de 15°C) car la croissance des levures est rapide à ces températures. Dans des cas plus rares, la fermentation peut avoir démarré avant même que la gélification n'ait pu se faire, faisant croire à une absence de gélification.

A final sur les huit situations il en reste deux pour lesquelles les analyses ne permettent pas de proposer d'hypothèses.

Proposition de tests d'autodiagnostic

A partir des connaissances présentées dans ces deux articles nous proposons deux "tests rapides" qui permettront de déterminer, pour un moût donné, si les conditions nécessaires à la réussite de la clarification haute sont remplies à savoir :

- i) présence de pectine en quantité suffisante ;
- ii) acidité pas trop élevée.

Il pourrait être utile de vérifier l'absence d'activité pectinolytique résiduelle dans l'enzyme utilisée mais nous avons considéré que cette cause d'échec était actuellement faible. Bien sûr ces tests ne remplacent pas un dosage quantitatif mais ils permettent de disposer, rapidement et à faible coût, d'indicateurs suffisamment fiables pour servir soit, en routine, à prévoir la faisabilité de l'opération soit, dans une cidrerie ayant de forts taux d'échec, à comprendre les raisons de ces échecs.

Pour le démarrage de fermentation nous ne proposons pas de tests. Pour cet aspect, l'observation régulière de la cuve (montée du chapeau, production de gaz) doublée d'une mesure régulière de la masse volumique, sont les seuls outils à la disposition du cidrier. Il est aussi possible de recouper avec différents facteurs connus comme favorisant le démarrage de la fermentation (température élevée, forte fertilisation azote, jeune vergers) ou au contraire le retardant (températures basses, sulfitage élevé).

Test pectine

Ce test a pour objectif d'estimer la quantité de pectine présente dans le moût et doit permettre de classer les moûts en trois catégories : i) les moûts contenant une quantité de pectine importante, qui conduiront à une bonne clarification, ii) les moûts contenant une quantité de pectine moyenne, qui produiront un gel relativement faible et une clarification peu efficace et iii) les moûts contenant une quantité de pectine insuffisante qui ne permettront pas de réaliser une clarification haute. A ces trois situations il faudrait en ajouter une quatrième où la concentration en pectine est très élevée : la clarification est alors très efficace mais la séparation du gel est difficile ce qui entraîne une baisse de rendement au soutirage. Cette situation est plus rare et nous n'avons pas réalisé le test sur un moût de ce type.

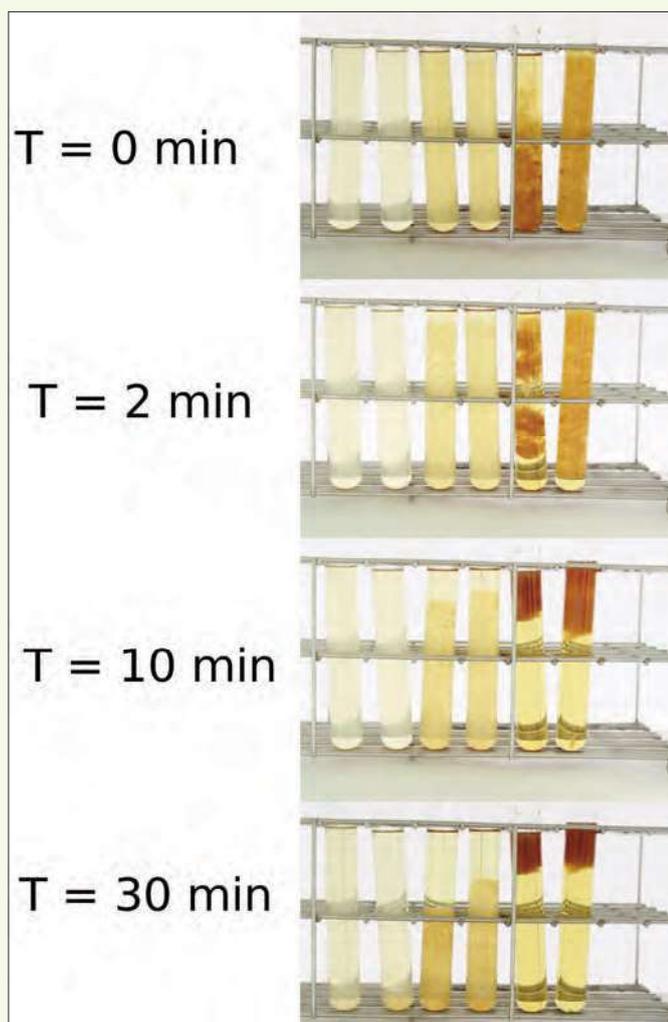
Il nous est apparu important de re-préciser les conditions de réalisation de ce test car il en existe différentes versions qui peuvent aboutir à un résultat erroné.

Le test pectine consiste à précipiter la pectine soluble par de l'alcool. Pour que cette précipitation soit effective il faut que le titre alcoométrique volumique du mélange moût et alcool soit voisin de 80 % volume. Pour arriver à cette condition il faut mélanger 1 volume de moût + 4 volumes d'alcool à 96 % vol. Il est relativement facile à se procurer de l'alcool à 96 % vol (dénaturé) soit en pharmacie, soit par exemple en grande surface de bricolage (pour des volumes plus importants). Il est important de respecter ces conditions car de l'alcool à 90 % vol ou de l'eau-de-vie ne permettent pas de réaliser le test de façon fiable. En revanche, contrairement à ce qui a pu être dit, il n'est pas nécessaire, pour ce test semi-quantitatif, d'acidifier l'alcool avec de l'acide chlorhydrique.

Pour faciliter l'interprétation du test vous trouverez ci-contre les photos qui représentent les résultats du test pectine pour quatre temps de lecture entre T= 0 min correspondant au moment où le mélange du moût avec l'alcool vient d'être fait et T= 30 min. Ce test est réalisé sur 3 moûts à la teneur en pectine différente : i) le moût I (les 2 tubes à droite) contient une quantité de pectine importante, ii) le moût II (les 2 tubes du milieu) contient une teneur moyenne en pectine et iii) le moût III (les 2 tubes à gauche) ne contient pas assez de pectine pour permettre une clarification haute.

Test acidité totale

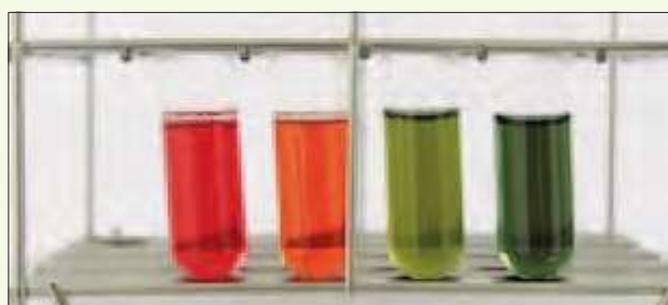
Nous avons vu dans le précédent article que l'acide malique pré-



sent dans le moût peut limiter la gélification de la pectine car il est un chélateur du calcium. Si la mesure de la quantité d'acide malique dans le moût est relativement facile à réaliser par kit enzymatique elle nécessite un minimum d'outils de laboratoire. Nous allons donc nous contenter d'une conséquence de la teneur en acide malique : l'acidité totale.

Pour évaluer l'acidité totale de façon rapide nous avons cherché à mettre au point un test basé sur appréciation visuelle de la couleur d'un mélange constitué d'une solution tampon 5 mL, du moût à évaluer (1 mL) et d'un mélange d'indicateurs colorés. La solution tampon est une solution de Trishydroxyméthylamino-méthane (n° CAS 77-86-1) à 2,4g/L et les indicateurs colorés sont : le rouge de méthyle et le bleu de bromothymol (BBT). A ce stade, ce test est encore en cours de mise au point mais une fiche pratique sera constituée et mise à disposition des conseillers cidricoles et des producteurs, notamment via le site internet de l'IFPC.

La photo ci-dessous les résultats obtenus pour quatre moûts de



pomme différents dont les acidités totales (exprimées en g/L de H₂SO₄) sont de gauche à droite : 8,6 ; 6,0 ; 4,0 et 1,9).

Les moûts dont la couleur est verte au test (< 4 g/L de H₂SO₄) sont compatibles avec une clarification haute, ceux dont la couleur au test est rouge ou orangé sont des moûts acidulés à acide qui seront plutôt destinés à une clarification par dépectinisation.

Prise de décision

Pour une meilleure compréhension nous proposons de situer ces tests et observations sur un schéma de prise de décision (figure 3) qui, à défaut de résoudre toutes les difficultés liées à ce procédé, devrait permettre d'éviter les doutes et incompréhensions.

Conclusion

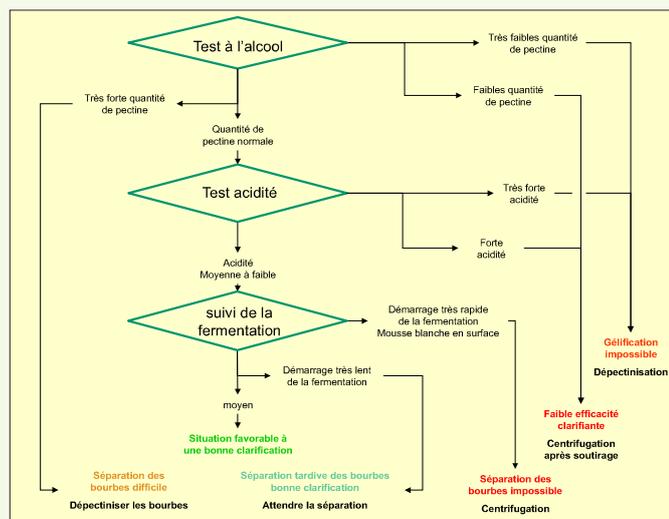
Les études dont les résultats sont présentés ici ont été menées entre 2011 et 2013 avec l'aide des conseillers cidricoles. Elles avaient pour but de faire le point sur les conditions de réalisation de la clarification haute et sur ses principales causes d'échec en recueillant les observations des cidriers et en analysant des échantillons prélevés dans les cidreries. Ce genre d'étude ne permet pas, à elle seule, d'expliquer toutes les causes d'échec observées en cidrerie mais permet de mieux connaître les conditions dans lesquelles est réalisée cette opération actuellement et de mettre en évidence celles qui sont les plus importantes pour la réussite de la clarification haute. Trois aspects sont mis en évidence dans ce travail et ces trois aspects correspondent bien aux mécanismes qui ont été rappelés lors du précédent article paru dans la revue pomme n°36 d'août 2014 : ce procédé de clarification comporte deux étapes, la gélification des pectines en présence de calcium et la séparation du gel formé.

Compte tenu de ces mécanismes connus, il faut de la pectine en quantité suffisante et ces études montrent que l'élément limitant est souvent le temps de diffusion de la pectine c'est-à-dire la durée de cuvage. Cependant on ne peut pas écarter que la durée de maturation des fruits (délai entre la chute du fruit et le pressage) puisse également être trop courte dans certains cas. Le test pectine permet de voir globalement si le moût en contient suffisamment pour former un gel. Dans le cas contraire il est préférable d'opter pour une dépectinisation ou à un assemblage avec un moût plus riche si cela est possible.

Ce mode de clarification est bien adapté aux moûts à cidre c'est-à-dire aux moûts de variétés peu acidulées car un excès d'acide malique piège le calcium et empêche la gélification. Les moûts de pommes les plus acides ne peuvent pas être clarifiés par ce procédé aux doses autorisées de calcium ajouté. En cas de doute, ces moûts acides peuvent être repérés par un test qui permet de classer les moûts en deux catégories d'acidité. Là encore il est inutile de chercher à réaliser la clarification haute lorsque les conditions ne sont pas réunies et il est préférable de procéder à une dépectinisation ou à un assemblage avec un moût de pommes douces.

Enfin la séparation du gel suppose un début de fermentation et il arrive que la fermentation mette du temps à démarrer pour diverses raisons (lors de températures très basses en particulier). Ces conditions sont repérables par l'absence de chute de masse volumique (< 1 point) à condition d'en faire des mesures précises. La montée du chapeau brun peut alors prendre 15 jours ou 3 semaines mais la clarification est souvent alors de très bonne qualité. Inversement un démarrage de fermentation rapide confirmé par une chute de masse volumique importante (> 3 points) et

Figure 3 - Positionnement des tests et suivi dans un schéma de prise de décision



souvent par une mousse blanche en surface signifie que le moment optimum de soutirage est passé et que le chapeau brun est en grande partie dispersé dans la cuve : il faut alors soutirer en urgence pour essayer de séparer le maximum de bourbes mais en sachant que la clarification sera médiocre. Pour éviter cette situation une surveillance régulière des cuves est indispensable surtout par température élevée.

Des fiches pratiques de réalisation des tests vont être élaborées et seront mises en ligne sur le site de l'IFPC www.ifpc.eu Cette étude a été menée avec le concours financier de France AgriMer, du CASDAR, de la Région Basse-Normandie et de l'UNICID.

Nous remercions les producteurs et les techniciens cidricoles : Sophie Belin (APPCM), Marina Desvigne (SPCFHN), Valérie Simard (Cidref), Jean-Christophe Dechatre (ARAC), Mathieu Havard (CRA Bretagne), François-Jean Raimbaud et Jean-Paul Simon (CRA Normandie).

RÉMI BAUDUIN ET JEAN-MICHEL LE QUÈRE

A retenir

L'enquête menée auprès de transformateurs a permis de mettre en évidence plusieurs éléments importants vis-à-vis de la réussite de la clarification haute :

- la teneur en pectines qui doit être en quantité suffisante, en lien avec la pratique du cuvage et la maturité des fruits ;
- l'acidité des moûts qui doit préférentiellement rester en-dessous d'une acidité totale de 4g/L exprimée en H2SO4 ;

- le moment du soutirage qui sera dépendant des conditions de démarrage de la fermentation alcoolique.

Afin d'aider les transformateurs, il est proposé d'une part des tests simples pour estimer la teneur en pectine et l'acidité totale des moûts et d'autre part un arbre de décision visant à optimiser la réussite de la clarification pré-fermentaire.