

# Les phénomènes de troubles dans les produits cidricoles

**La formation de trouble dans les jus de pomme, les cidres et les pommeaux, pourtant limpides à la mise en bouteille, est une source de préoccupation pour les élaborateurs. Cette perte de limpidité qui peut avoir lieu lors de la phase de commercialisation ou de conservation avant consommation, est souvent une source de rejet de la part des consommateurs et/ou des distributeurs. La problématique est particulièrement complexe pour les troubles qui n'ont pas une origine microbiologique (par exemple un développement de levures) ou liée à la formation de cristaux : on parle alors de troubles colloïdaux.**

Pour répondre à cette problématique partagée par d'autres filières (vin, bière), l'IFPC a porté un projet de R&D multi-filières portant sur les troubles d'origine colloïdale : « *La déstabilisation colloïdale des boissons limpides (jus de pomme, cidre, pommeau, bière et vins rouge et blanc) : recherche sur les mécanismes impliqués et développements d'itinéraires technologiques de prévention* ».

Ce projet, lauréat d'un appel à projet national CASDAR Recherche Technologique, a duré 3 ans et demi et s'est terminé en juin 2018. Une thèse avec un co-financement IFPC & INRA, était dédiée spécifiquement aux produits d'origine cidricole (jus de pomme, cidre et pommeau). La démarche a consisté, dans un premier temps, à déterminer quels étaient les acteurs impliqués dans la formation de ce trouble, puis à mieux comprendre les mécanismes mis en jeu, et enfin à proposer, à partir des connaissances acquises, des solutions technologiques pour stabiliser les produits.

## 1 • Les acteurs responsables de la formation des troubles

L'analyse de la composition des troubles a été réalisée sur différents produits (jus, cidre, pommeaux) qui avaient troublé. Selon les produits, entre 1 et 50 litres de produit sont nécessaires pour récupérer 1 g de trouble sec.

### a - Les polyphénols

Les polyphénols font partie des principaux acteurs, présents dans les troubles des produits cidricoles, avec des teneurs allant de **1 à 15 %** du trouble sec. Parmi les po-

lyphénols dosés dans ces troubles, les procyanidines (ou tanins) natives sont majoritaires. Elles sont dites natives car ce sont des formes présentes dans la pomme qui n'ont pas subi d'oxydation. Ces tanins représentent plus de 85 % des polyphénols natifs des troubles des cidres et jus de pomme, et plus de 60 % de ceux-ci dans les pommeaux.

Des analyses ont également fait ressortir que la part non expliquée de la composition des troubles pourrait correspondre à des polyphénols oxydés, molécules qui ont changé de forme et de propriétés depuis le fruit. Ces polyphénols oxydés sont encore peu connus et des travaux de recherche sont en cours pour les identifier notamment à l'INRA BIA et l'UMT Nova<sup>2</sup> cidre au Rheu. Leur rôle est important dans la formation des troubles des pommeaux et des cidres, comme on le verra dans la suite de cet article.

### b - Les polysaccharides

Les polysaccharides sont également un des acteurs majeurs des troubles des produits cidricoles, avec des teneurs allant de **1 à 30 %** de trouble sec. L'analyse fine de ces polysaccharides suggère la présence de résidus de pectines libérés lors des opérations de clarification du moût (clarification haute ou dépectinisation par décantation).

### c - Les composés azotés

Les composés azotés représentent généralement moins de **5 %** du trouble sec des cidres et pommeaux. En revanche, pour le trouble des jus de pomme, cette teneur peut aller au-delà de **20 %**.

### d - Les minéraux

Les principaux minéraux des troubles des boissons cidricoles sont notamment le potassium, le calcium, le cuivre, le magnésium, le sodium, le fer, le bore et le zinc. L'ensemble de ces minéraux représentent moins de 1 % du trouble sec. Le cuivre et le fer ont été retrouvés en plus grande quantité dans les troubles que dans le liquide, ces métaux peuvent avoir pour origine notamment les matériels utilisés au cours des procédés.

## 2 • Les principaux mécanismes de formation des troubles

### 2.1 - Cas du pommeau et des cidres

L'analyse de la composition des troubles des pommeaux a permis de montrer l'importance des polyphénols et en particulier des tanins oxydés. Cela s'explique par le fait que ces produits sont souvent élaborés avec des variétés riches en polyphénols et de plus, les procédés de fabrication favorisent largement l'oxydation des polyphénols. La composition des troubles des cidres est intermédiaire entre pommeau et jus de pomme, même si elle se rapproche plus de celle des troubles des pommeaux.

**Les travaux ont montré que les tanins oxydés avaient la propriété de pouvoir former des agrégats. Au-delà d'une certaine taille, ces derniers conduisent à la formation d'un trouble visible. Comme observé dans les pommeaux et dans une moindre mesure dans les cidres, ces troubles sont pour la plupart réversibles à chaud.**

### 2.2 - Cas du jus de pomme

Nous avons montré la présence en quantité importante de protéines dans les troubles des jus de pomme. Des analyses plus poussées ont permis d'identifier, pour la première fois, des protéines de défense des plantes. Il serait intéressant à l'avenir d'étudier si les évolutions des techniques culturales au verger conduisant à une réduction d'intrants et favorisant les mécanismes de défenses des plantes sont susceptibles d'augmenter la présence de ces molécules dans les jus de pomme.

Nous avons mis en évidence que ces protéines ont la capacité de former un trouble en cas d'exposition à une température élevée (2h à 80°C dans nos conditions), même à des concentrations protéiques faibles. D'autre part, nous avons montré que ces fractions protéiques ont la capacité à interagir avec des polyphénols et que ces interactions peuvent conduire à la formation de troubles.

**Ces travaux ont montré que certaines protéines pouvaient être impliquées dans la formation de troubles des jus de pomme après chauffage et dénaturation thermique, que ce soit en présence ou non de tanins. Ces propriétés sont importantes car les jus de pomme sont dans la pratique pasteurisés.**

### 3 • Impact de la température sur la formation de trouble

Le trouble peut être estimé par une mesure de turbidité exprimée en NTU : à moins de 1 NTU le produit est parfaitement brillant, jusqu'à 10 NTU le produit présente un très léger voile, et à 100 NTU le produit est très trouble.

#### Cas des cidres et des pommeaux

Suite à nos expérimentations, nous avons observé un impact fort de la température sur le niveau de turbidité des produits (Figure 1).

En effet, pour les pommeaux, l'impact est d'autant plus remarquable qu'après 23h à 2°C, tous les pommeaux testés sont troubles, alors qu'après 1h à 60°C, ils sont tous devenus limpides.

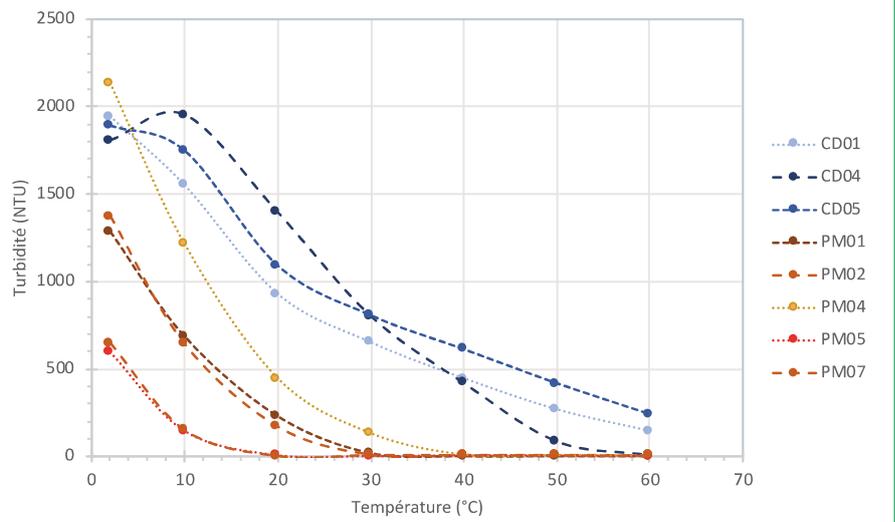
Concernant les cidres, l'impact de la température sur la turbidité à chaud varie selon les échantillons : après 1h à 60°C, la turbidité diminue fortement et peut même disparaître pour certains échantillons. Il est intéressant de noter que plus la température des échantillons est basse (proche de 2°C), plus le niveau de turbidité est élevé.

Ces résultats montrent que pour connaître le potentiel de trouble d'un produit, il est nécessaire de le placer à basse température (environ 24h) pour observer visuellement un trouble.

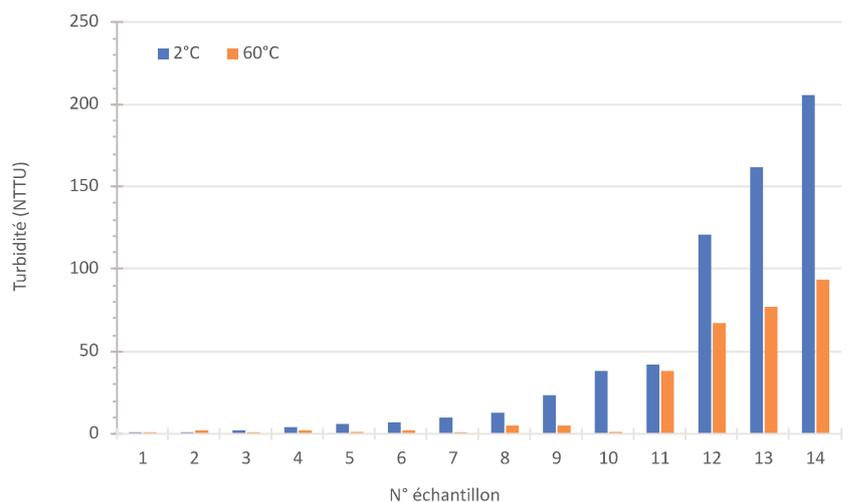
A un instant donné, un produit limpide à 2°C le sera également pour des températures plus hautes, comme dans le frigo d'un client (5 - 10°C) ou bien à température ambiante (15-25°C).

**De même, pour éliminer le plus efficacement possible le trouble (par**

**Figure 1 : Mesure de la turbidité des cidres (CD) et pommeaux (PM) en fonction d'une rampe de température allant de 2 à 60°C**



**Figure 2 : Mesure de la turbidité de 14 jus de pomme placés à 2°C et 60°C**



**exemple : par filtration), il est préférable de procéder à basse température, là où la turbidité est la plus importante : 2°C minimum voire moins (froid négatif possible pour le pommeau).** Ces résultats corroborent les observations qui avaient été faites par l'ARAC et l'INRA.

Ces résultats montrent aussi que pour le cidre et le pommeau, augmenter la température pour faire disparaître le trouble ne constitue pas une technique corrective car dès que le produit redescend à sa température normale le trouble réapparaît.

#### Cas du jus de pomme

Pour les jus de pomme, l'impact de la température sur la turbidité est plus variable (Figure 2).

Pour les échantillons dont la turbidité est supérieure à 10 NTU, on observe dans quasiment tous les cas une forte diminution

de la turbidité lorsque la température passe de 2°C à 60°C.

**Cet impact de la température suggère là aussi que pour les jus de pomme, il serait intéressant de réaliser une microfiltration à basse température pour éliminer un maximum de trouble avant embouteillage.**

### 4 • Quelques méthodes de stabilisation

#### 4.1 - Cas du pommeau

D'après les connaissances acquises, nous avons recherché des solutions technologiques pour éliminer le trouble et stabiliser les produits en évitant sa reformation. Des essais de microfiltration tangentielle (MFT) ont été menés sur des pommeaux à différentes températures. Les microfiltrations à des températures inférieures à 2°C se

Figure 3 : A) Mesure de la turbidité d'un pommeau non microfiltré (0\_NON MFT) et microfiltré à 1,4 µm (1\_MFT\_1,4 µm) à basse température (2°C). Photo prise après 10 mois de stockage du pommeau non microfiltré (B) et celui microfiltré à 1,4 µm (C)

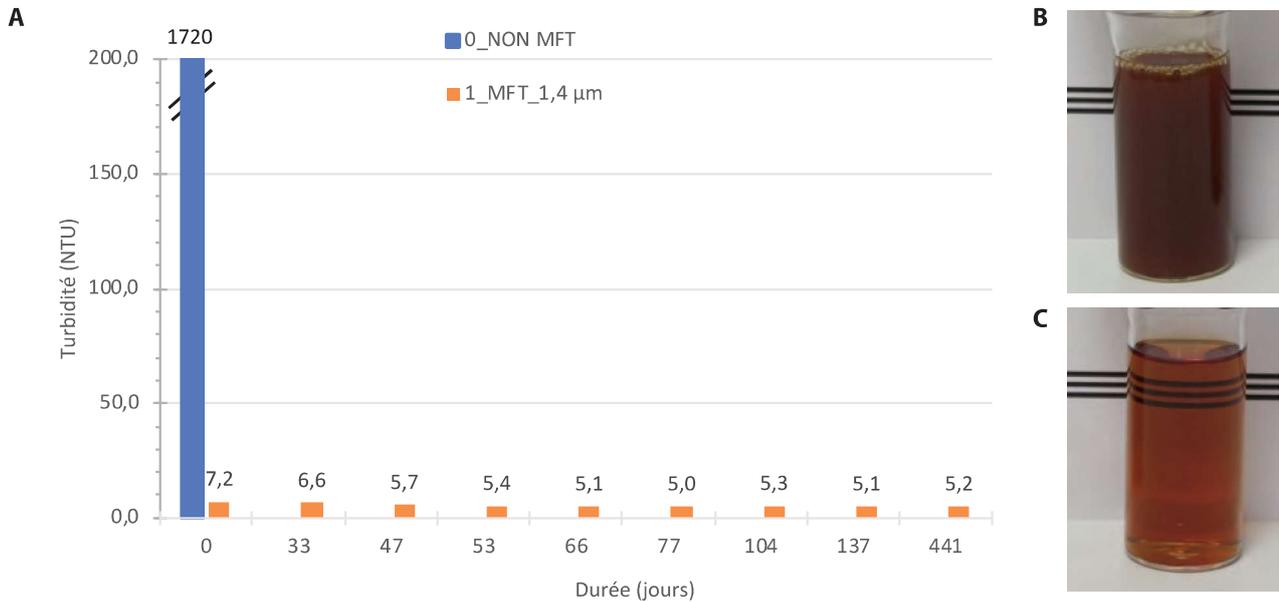
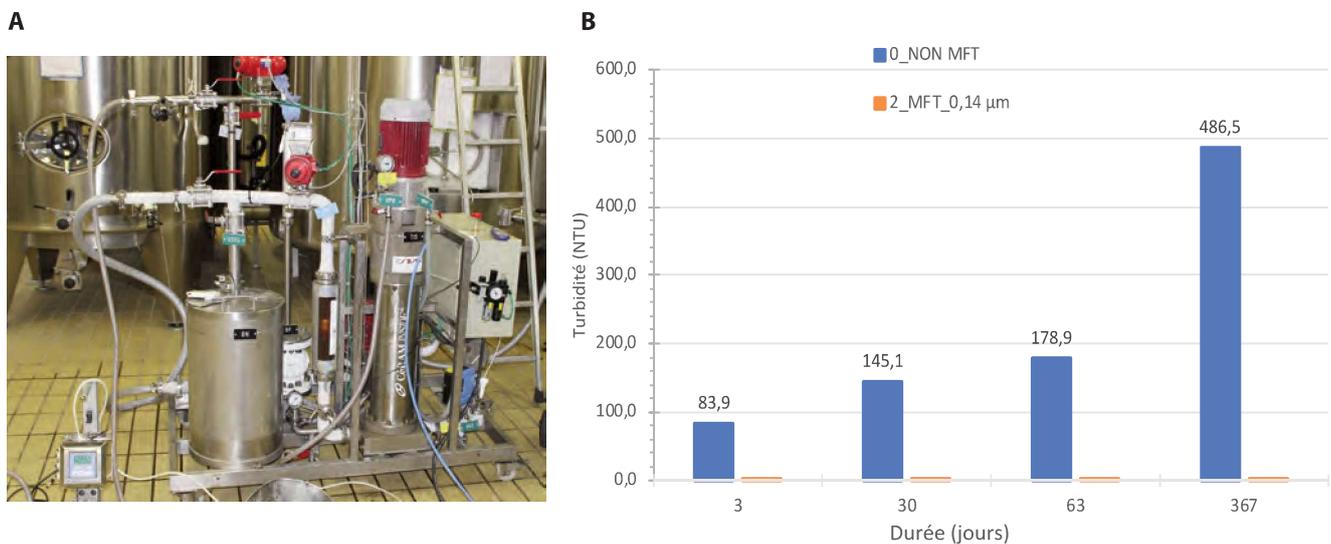


Figure 4 : A) Photo du microfiltre tangentiel mis en place pour les essais chez un producteur, B) Mesure de turbidité sur le pommeau non microfiltré (0\_NON MFT) et microfiltré à 0,14 µm (2\_MFT\_0,14 µm) à basse température (T°C du rétentat maintenu < -1°C)



sont révélées très efficaces pour éliminer la majeure partie du trouble. Cette étape s'est révélée d'autant plus efficace que les produits ont été mis longtemps à 2°C avant la microfiltration pour maximiser la formation du trouble. Dans le cas présenté ci-dessus, la turbidité des pommeaux après MFT à 1,4 µm était inférieure à 10 NTU sur une durée de 441 jours (Figure 3). D'autres essais, réalisés à l'échelle pilote, ont montré l'importance du seuil de coupure lors de la MFT à basse température.

En effet, pour un même pommeau, la turbidité était inférieure ou égale 10 NTU après MFT à 1,4 µm alors qu'après MFT à 0,14 µm, la turbidité était inférieure à 1 NTU. Après avoir validé ces résultats à l'échelle pilote, nous avons effectué des essais de MFT chez des producteurs, en comparaison de leur pratique habituelle. La MFT à 0,14 µm de pommeaux préalablement stockés à basse température, a éliminé la majeure partie du trouble. Dans l'exemple présenté ci-dessus, le pommeau microfiltré a été

stabilisé pour une durée supérieure à 1 an, comme indiqué par la turbidité qui est restée inférieure à 1 NTU, durant toute cette période (Figure 4).

**Pour conclure, en prenant en compte l'ensemble des expérimentations réalisées, la microfiltration tangentielle à 0,14 µm à basse température (< 2°C) a permis de stabiliser parfaitement les pommeaux dans 80 % des cas (< 10 NTU pendant 1 an).**

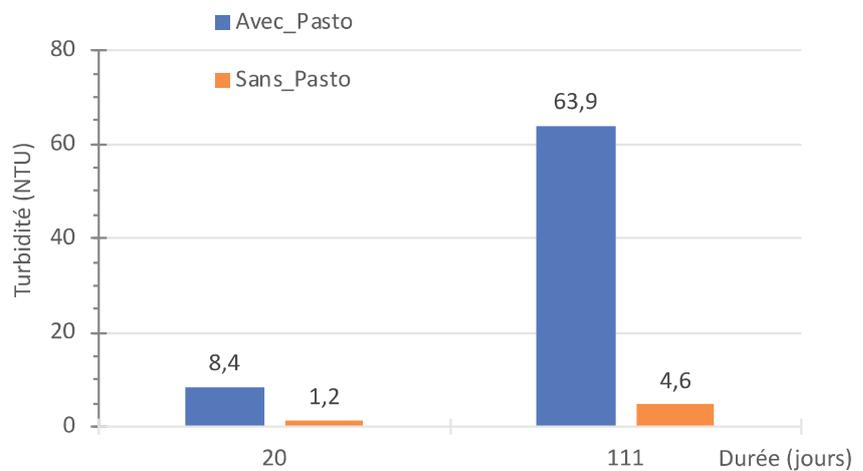
## 4.1 - Cas du jus de pomme

Nous avons évalué la possibilité de dénaturer thermiquement les protéines des jus de pomme pour déclencher la formation d'un trouble qui pourrait être ensuite éliminé par filtration.

La Figure 5 présente les résultats de turbidité pour un jus de pomme dont une partie a été pasteurisée (1h à 90°C) et l'autre non. Dans ces conditions, la turbidité a nettement augmenté après pasteurisation (64 NTU) contrairement au jus de pomme non pasteurisé (4,6 NTU).

**D'un point de vue pratique, ces résultats suggèrent d'utiliser une pasteurisation ou flash pasteurisation d'un jus pour déstabiliser les protéines et les insolubiliser, puis de le microfiltrer à froid. L'idéal serait également d'embouteiller les jus de pomme à l'abri de l'oxygène.**

Figure 5 : Mesure de la turbidité d'un jus de pomme avec pasteurisation (Avec\_pasto) ou sans pasteurisation (Sans\_Pasto), à différents temps.



## En résumé

Dans le cadre de ce projet, nous avons acquis de nouvelles connaissances concernant la composition des troubles de jus de pomme, cidres et pommeaux. Cela nous a permis de formuler des hypothèses sur les mécanismes de formation et de proposer des méthodes pour stabiliser les produits.

Les troubles de ces boissons sont principalement constitués de polyphénols, de polysaccharides, de protéines, mais aussi de minéraux. Pour le pommeau et le cidre, une part non négligeable du trouble correspondrait à des procyanidines oxydées (ou tanins oxydés).

Des expérimentations ont été menées pour élucider les mécanismes de formation de ces troubles. Pour le pommeau et le cidre, nous avons montré l'implication de procyanidines oxydées

dans la formation de trouble réversible. Pour le jus de pomme, la dénaturation thermique de fractions contenant des protéines de défenses des plantes déclenche la formation d'un trouble, en présence ou non de procyanidines.

D'un point de vue technologique, nous avons montré que la microfiltration tangentielle à 0,14 µm du pommeau à basse température (< 2°C) était efficace dans la grande majorité des cas. Enfin, pour le jus de pomme, nous avons remarqué qu'un traitement thermique comme une flash pasteurisation permet de dénaturer les protéines et de déclencher la formation d'un trouble qui pourrait ensuite être éliminé par microfiltration à froid. Le cidre étant un cas intermédiaire, il est probable qu'il soit nécessaire d'utiliser ces deux procédés (chauffage et microfiltration) pour les stabiliser.

AUTEURS : P. POUPARD, R. BAUDUIN, H. GUICHARD, Y. GILLES, (IFPC, UMT Nova<sup>2</sup>CIDRE),

M. MILLET (INRA, UMT Nova<sup>2</sup>CIDRE)

Nous remercions les producteurs qui ont fourni des échantillons et accueillis des essais, les partenaires scientifiques du projet INRA CEPIA (BIA, SPO, UEPR), IFPC, UMT NOVA<sup>2</sup>CIDRE, IFV, IFBM et CNRS-ENS-UPMC

les partenaires financiers : MAAF, CasDAR, ACTIA, UMT Nova<sup>2</sup>cidre, Unicid



« La responsabilité du Ministère de l'Agriculture et de l'Alimentation ne saurait être engagée »