

DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERE GRASSE DES FROMAGES

Synthèse des comparaisons entre les méthodes sur la base des résultats des essais d'aptitude Cecalait®

Deux grands principes de méthodes sont globalement utilisés pour la détermination de la teneur en matière grasse des fromages :

- Un principe par une extraction aux solvants après une attaque acide : la méthode de référence dite SBR (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff) normalisée au niveau international NF ISO 1735 / FIL 5.
- Un principe par acido-butyrométrie qui se décline en deux méthodes distinctes : la méthode Van Gulik (VG) et la méthode de Heiss. Ces deux méthodes sont normalisées au niveau français (AFNOR) NF V 04-287 partie 1 pour la méthode Van Gulik et partie 2 pour la méthode Heiss. La méthode Van Gulik est plus souvent réservée au fromage frais, fromage à pâte molle et fromage fondu, la méthode Heiss est appliquée principalement au fromage à pâte pressée et pâte pressée cuite (ceci étant lié à une température de dissolution plus élevée 85°C plus appropriée à ce type de fromages). Les butyromètres utilisés sont communs à ces deux méthodes et normalisés au niveau français (NF B 35-530).

NB : A noter que la méthode Van Gulik est également normalisée au niveau international (ISO 3433).

On observe depuis longtemps un décalage des méthodes acido-butyrométriques par rapport à la méthode par extraction. La commission AFNOR V 04 lait et produits laitiers a intégré ce sujet à son programme de travail pour, d'une part, évaluer ces écarts sur différents types de fromages et, d'autre part, tenter de trouver des solutions pour les réduire.

Ainsi, la comparaison des résultats des méthodes a été réalisée sur la base des résultats des essais d'aptitude Cecalait® de 2003 à 2011 sur trois types de fromages : fromage à pâte fraîche, fromage à pâte molle et fromage à pâte pressée cuite et non cuite.

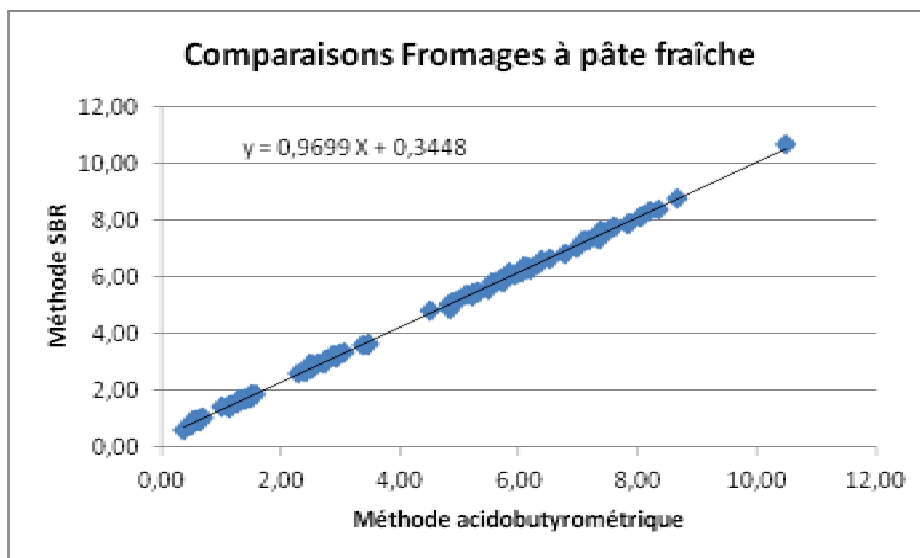
Dans la réalisation pratique des essais d'aptitude, les laboratoires utilisent soit la méthode par extraction SBR, soit une méthode butyrométrique. Pour le principe acido-butyrométrique, comme précisé ci-dessus, la méthode appliquée (VG ou Heiss) est très liée au type de fromage (VG majoritairement pour les fromages frais, Heiss majoritairement pour les fromages à pâte pressée et la pratique des deux méthodes pour les fromages à pâte molle). On peut néanmoins remarquer (dans le cadre des essais d'aptitude) une augmentation importante de la pratique de la méthode Heiss par les laboratoires vraisemblablement due à la dissolution plus rapide du fromage dans le butyromètre et de sa meilleure robustesse.

Les comparaisons ci-dessous ont été effectuées en prenant pour chaque principe de méthode (extraction et acido-butyrométrique), les valeurs de référence par échantillon des traitements statistiques des essais réalisés entre 2003 et 2011. Les méthodes Van Gulik et Heiss ont été traitées ensemble dans une référence « acido-butyrométrique » malgré le décalage moyen (0,1 g/100 g) de ces deux méthodes par rapport à l'extraction. Cette approche a été choisie car, d'une part, la traçabilité de la méthode pratiquée dans les essais n'est pas toujours assurée et, d'autre part, les deux méthodes utilisent le même modèle de butyromètre et la géométrie de ce dernier, qui est une des composantes de l'écart observé, ne peut être modifiée de façon spécifique à l'une ou l'autre méthode butyrométrique.

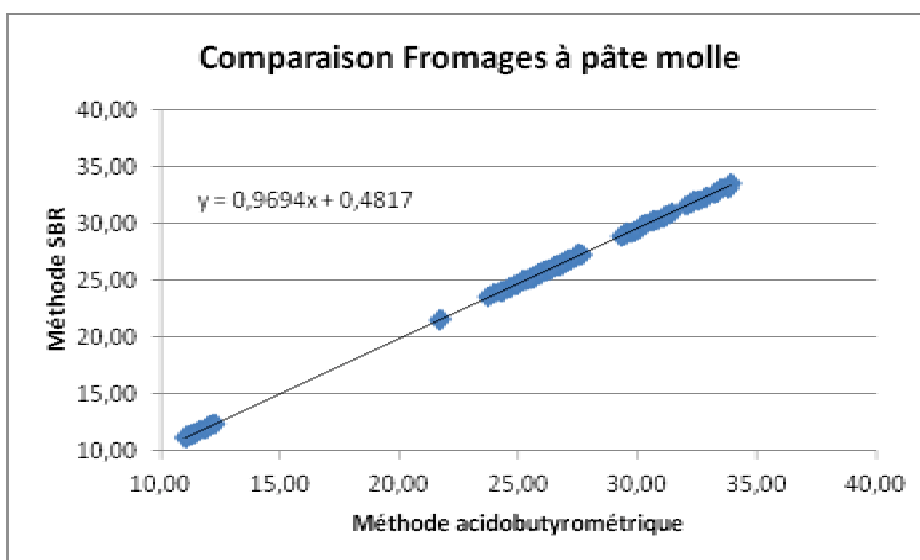
Les comparaisons de données ont été effectuées dans un premier temps par type de fromage, puis en intégrant tous les fromages dans une même comparaison sur la base d'une régression linéaire simple en prenant comme référence (Y) la méthode par extraction SBR et comme méthode à évaluer, les méthodes acido-butyrométriques (X).

- Fromages à pâte fraîche

On observe dans le graphique ci-dessous une équation de régression $Y = 0,9666 X + 0,3448$ entre les deux méthodes amenant à un décalage moyen de -0,22 g de MG/100 g sur ce type de fromage (Extraction : 4,24 g/100 g – Acido-butyrométrie : 4,02 g/100 g).

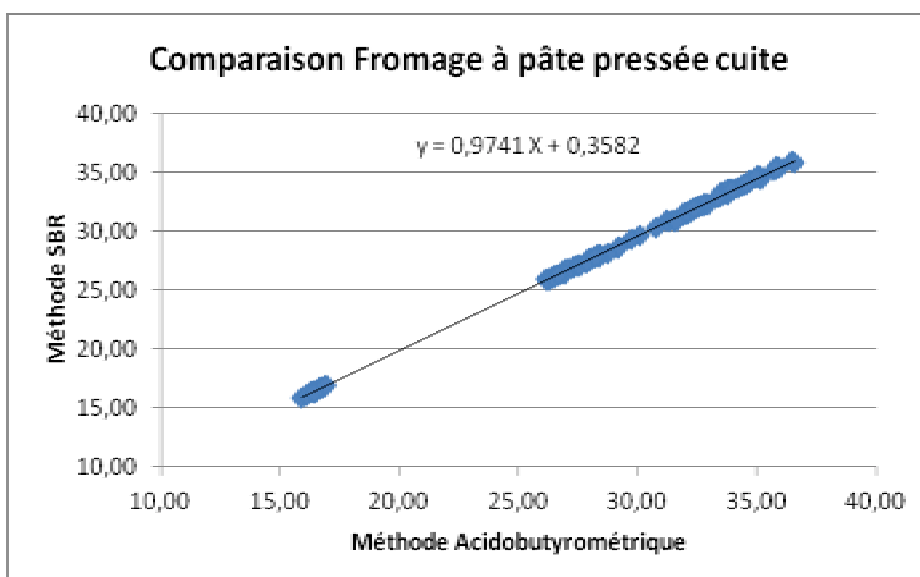


- **Fromages à pâte molle**



On observe une équation de régression $Y = 0,9694 X + 0,4817$ entre les deux méthodes amenant à un décalage moyen de +0,30 g de MG/100 g sur ce type de fromage (Extraction : 25,23 g/100 g – Acido-butyrométrie : 25,53 g/100 g)

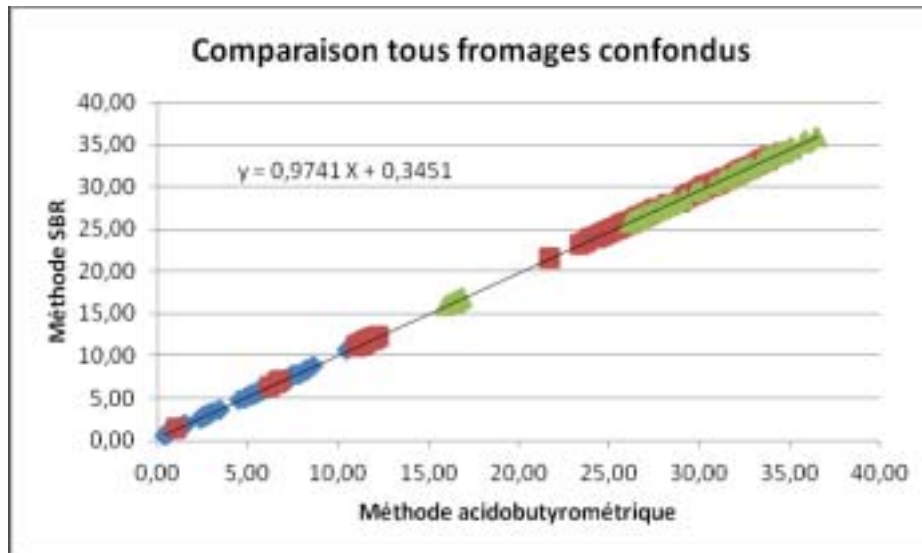
- **Fromages à pâte pressée cuite**



On observe une équation de régression $Y = 0,9741 X + 0,3582$ entre les deux méthodes amenant à un décalage moyen de +0,39 g de MG/100 g sur ce type de fromage (Extraction : 28,56 g/100 g – Acido-butyrométrie : 28,95 g/100 g)

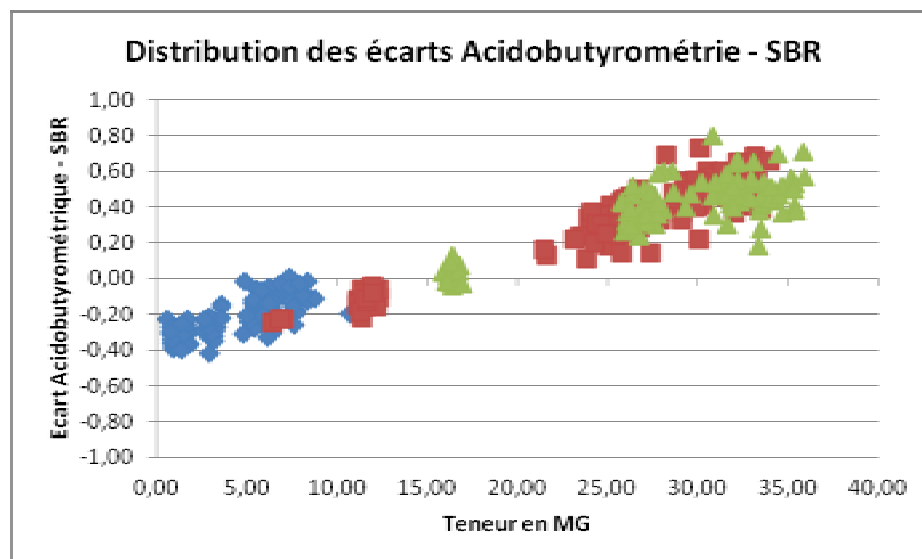
- **Tous fromages confondus**

- *Régression totale*



- Fromages à pâte fraîche
- Fromages à pâte molle
- Fromages à pâte pressée cuite

- *Diagramme des résidus*



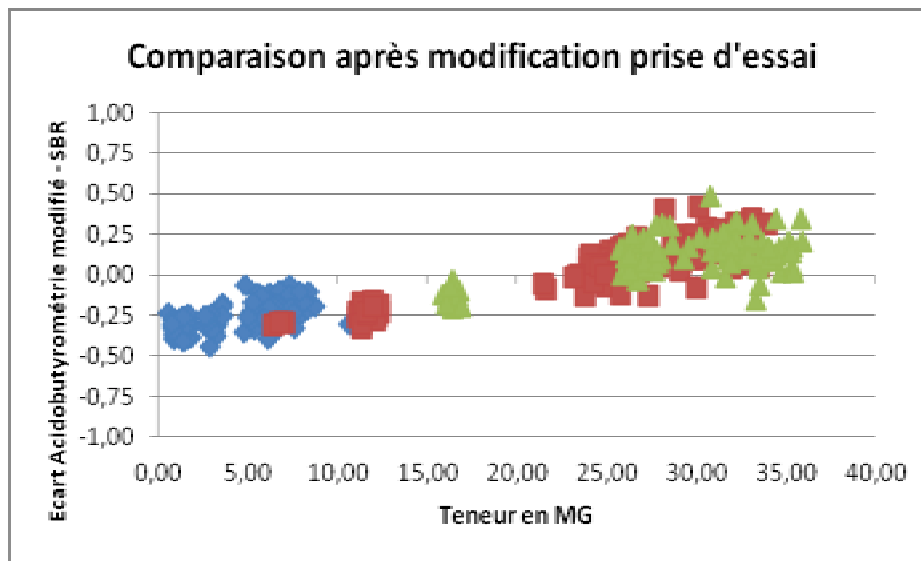
- Fromages à pâte fraîche
- Fromages à pâte molle
- Fromages à pâte pressée cuite

Si l'on intègre à la régression tous les types de fromages, on peut relever une équation de régression entre les deux méthodes $Y = 0,9741 X + 0,3451$ avec un écart moyen de + 0,18 g / 100 g. On observe ainsi des écarts individuels obtenus pour chaque type de fromage de -0,40 g / 100 g à +0,80 g / 100 g de fromage fortement corrélés à la concentration en MG du produit.

On peut remarquer des pentes de régression très proches pour les trois types de fromages, qui sont quasiment équivalentes à la pente de régression obtenue sur les données "tous fromages confondus" (les décalages moyens étant néanmoins différents). Il est ainsi possible de conclure que le décalage observé entre les deux méthodes est lié à la teneur en MG du produit et indépendant du type de fromage.

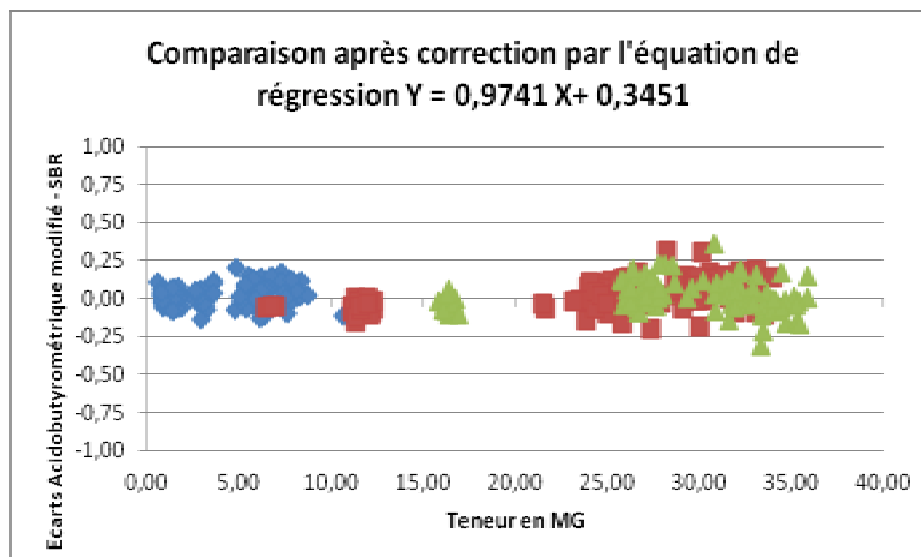
Sur la base de ces résultats, deux pistes de travail ont été étudiées pour proposer une solution visant à améliorer le raccordement des méthodes acido-butyrométriques à la méthode par extraction :

- Adopter une prise d'essai différente de la prise d'essai actuelle ($3,000 \pm 0,005$) calculée sur la base de l'écart moyen relatif observé entre les deux méthodes (écart moyen / taux moyen). Dans ce cas, la prise d'essai calculée serait ainsi de 2,972 g (arrondi à 2,970 g pour cette étude). Nous avons donc appliqué un facteur correctif ($2,970 / 3,000$) aux résultats obtenus par méthode acido-butyrométrique et observé les écarts à la méthode de référence. Ceux-ci sont représentés dans le graphique ci-dessous :



Si nous pouvons constater, après correction des résultats, une nette amélioration et une diminution de l'amplitude des écarts entre les deux méthodes ($-0,40$ à $+0,40$ g /100 g environ), ce type de modification du processus opératoire ne permet pas de résoudre le décalage observé sur toute la gamme de matière grasse du domaine d'application de la méthode testée : il subsiste un biais de pente résiduel.

L'application aux résultats bruts d'une équation de correction valide pour tous les types de fromage et sur l'étendue de la teneur en MG (0 à 40 %).



On peut observer que l'application d'une équation de correction permet d'assurer la traçabilité entre les deux méthodes sur tout le domaine d'application de la méthode. Aucun décalage systématique spécifique à une population de fromages n'est observé. La précision d'estimation (calculée par $2.Sy,x$: écart-type résiduel de régression) de la méthode acido-butyrométrique par rapport à la méthode de référence SBR est de $\pm 0,18$ g / 100 g.

CONCLUSION

L'étude de ces pistes a permis de retenir les points suivants :

- Les deux pistes permettraient toutes les deux de ne pas modifier la graduation des butyromètres et ainsi éviter de changer les butyromètres actuels présents dans tous les laboratoires.
- L'application d'une prise d'essai modifiée ne pourrait se concevoir que sur une gamme de teneur en MG très réduite, ne permettant pas de corriger totalement l'erreur de pente de la méthode acido-butyrométrique (nécessité d'une prise d'essai spécifique par gamme réduite de taux de MG, au sein d'un même laboratoire selon les produits traités).
- L'application d'une équation de correction permet d'assurer le raccordement des deux méthodes sur toute la gamme de teneur et tous fromages confondus. A noter qu'une correction de ce type est déjà appliquée dans le cas de la détermination de la teneur en matière grasse des laits écrémés.

Les résultats obtenus et l'étude des deux hypothèses de travail ont été présentés à la commission AFNOR du mois de mars dernier. La réflexion va se poursuivre au sein de cette instance normative dans l'année 2012 pour aboutir à la solution la plus adaptée à un raccordement des deux principes de méthodes pour les laboratoires.

Philippe TROSSAT