

# COMPARAISON DES METHODES DE DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERE GRASSE DANS LE FROMAGE

**P**our la détermination de la matière grasse dans le fromage, les laboratoires utilisent des méthodes acido-butyrométriques en routine : soit la méthode Van Gulik, normalisée, soit la méthode Heiss. Le regroupement de données obtenues à partir de plusieurs essais d'aptitude sur fromages à pâte molle ou à pâte pressée cuite, organisés par CECALAIT, permet d'étudier la justesse de chacune de ces méthodes par rapport à la méthode de référence gravimétrique, SBR. On observe ainsi, pour les deux types de fromages, que la dispersion des résultats autour de la référence est toujours plus importante dans les laboratoires ayant utilisé la méthode Van Gulik que dans ceux ayant utilisé la méthode Heiss. Les résultats de cette étude sont à l'origine d'une révision en cours de la normalisation en ce domaine.

**L**a teneur en matière grasse des fromages fait partie des critères d'intérêt majeur dans ce type de produits. Pour la plupart des fromages, la méthode de référence est la méthode gravimétrique SBR, méthode délicate et longue à mettre en oeuvre. C'est pourquoi, pour les analyses courantes, les laboratoires font appel à des méthodes de routine, dont les plus pratiquées actuellement restent les méthodes acido-butyrométriques. Parmi elles, la méthode Van Gulik, actuellement normalisée, diffère de la méthode Heiss, publiée, mais non normalisée, pourtant largement utilisée dans les laboratoires. Faire évoluer la normalisation, pour en arriver éventuellement à normaliser la méthode Heiss, suppose donc une étude préalable pour comparer ces deux méthodes. Dans ce cadre, le point le plus important est d'évaluer leur justesse par rapport à la méthode de référence. Les essais d'aptitude sur fromage (chaînes d'analyse), organisés par CECALAIT, au cours de ces dernières années ont permis de fournir les premières informations sur cette question.

## Deux méthodes de routine

La méthode de référence SBR est applicable à la grande majorité des fromages, à l'exception de ceux dont la teneur en lactose est trop élevée, comme certains fromages frais sucrés, par exemple (Ceux-ci relèvent alors de la méthode gravimétrique Weibull-Berntrop). La méthode SBR est décrite dans la norme FIL 5B :1986, équivalente à NF ISO 1735, décembre 1988 (norme V 04-286). Elle repose sur une digestion de l'échantillon par l'acide chlorhydrique, suivie de l'extraction de la matière grasse par un mélange d'éthers. Comme toutes les méthodes gravimétriques, elle est de mise en oeuvre longue et délicate et reste coûteuse.

C'est pourquoi, en routine, la plupart des laboratoires travaillent avec des méthodes alternatives acido-butyrométriques. Une de ces méthodes, la méthode Van Gulik, déjà recommandée dans les traités de technologie laitière des années 50, a été normalisée par l'AFNOR en 1969, puis en 1972 (V 04-287) et est toujours applicable. Après dissolution des protéines par l'acide sulfurique, la matière grasse y est séparée par centrifugation dans un butyromètre de Van Gulik, en présence d'alcool amylique.

Cependant, depuis longtemps déjà, des études en vue de l'amélioration des méthodes rapides de détermination de la matière grasse dans le fromage ont montré les imperfections de cette méthode. En particulier, en 1961, une étude menée par E. Heiss souligne les écarts importants entre les résultats obtenus par différentes méthodes acido-butyrométriques, et surtout la méthode Van Gulik, et ceux obtenus par la méthode SBR, principalement pour les fromages à forte teneur en matière

grasse. En conclusion de cette étude, il propose une nouvelle méthode acido-butyrométrique pour laquelle il revendique une plus grande justesse par rapport à la méthode SBR. L'attaque acide y est réalisée par un mélange d'acide perchlorique et d'acide acétique, à une température plus élevée que dans la méthode Van Gulik ; 85°C contre 65°C. Le temps nécessaire à la dissolution des protéines, c'est à dire le temps de contact entre l'échantillon et les réactifs, en est, par là-même, diminué.

Par la suite, cette méthode a été testée, puis adoptée dans de nombreux laboratoires de recherche et d'entreprise. Elle est actuellement autant utilisée que la méthode Van Gulik.

Depuis six ans maintenant, CECALAIT organise des essais d'aptitude matière grasse sur le fromage. Les participants à ces chaînes d'analyse utilisent l'une ou l'autre de ces méthodes acido-butyrométriques. Leurs résultats cumulés ont pu être regroupés et classés en deux populations de données représentant chacune des méthodes. Le nombre appréciable de résultats ainsi obtenus a permis d'évaluer leur justesse respective par rapport à la méthode SBR. Cette étude est à l'origine d'une réflexion sur l'évolution de la norme de détermination de la matière grasse dans les fromages, puis de la mise en chantier de sa révision au sein de la commission AFNOR V 04.

## Les données

L'étude de justesse a repris les données obtenues au cours des essais d'aptitude menés pendant 3 à 5 années consécutives sur les fromages à pâte molle, d'une part et les fromages à pâte pressée cuite et/ou mi-cuite, d'autre part. Les laboratoires participants ont été classés selon la méthode acido-butyrométrique, Heiss ou Van Gulik, utilisée. Ces essais sont toujours réalisés sur des fromages du commerce, prêts à la consommation.

Dans chaque essai d'aptitude, un participant – et sa méthode de routine - est caractérisé par un écart moyen à la référence SBR, pour 6 fromages de teneur différente. Les valeurs de référence ont été obtenues grâce à l'essai d'aptitude mené conjointement en méthode SBR, sur les mêmes échantillons. L'écart moyen résulte de la moyenne des écarts des 6 fromages de l'essai (soit 6 niveaux de matière grasse) à la valeur de référence SBR correspondante.

Pour chaque type de fromage, il a été possible de regrouper et de trier deux populations de biais moyens, correspondant l'une à la méthode Heiss, l'autre à la méthode Van Gulik. Après élimination

des valeurs aberrantes, la justesse de chacune des méthodes a été évaluée par :

- la moyenne de ses biais moyens à la méthode de référence. Elle représente l'erreur systématique, ou erreur de justesse moyenne de la méthode ;
- l'écart type de ses biais moyens à la méthode de référence. Il représente l'écart type entre laboratoires ayant

pratiqué la même méthode, ce qui constitue une part importante de sa reproductibilité.

Les caractéristiques de l'ensemble des données finalement utilisées pour cette étude sont reprises dans le tableau 1, ci-dessous, dans la partie « Résultats », qui regroupe également les résultats obtenus.

## Résultats

Ils sont présentés dans les figures 1 à 4 suivantes.

Fig 1 : fat in soft cheese :  
Heiss method versus reference method.

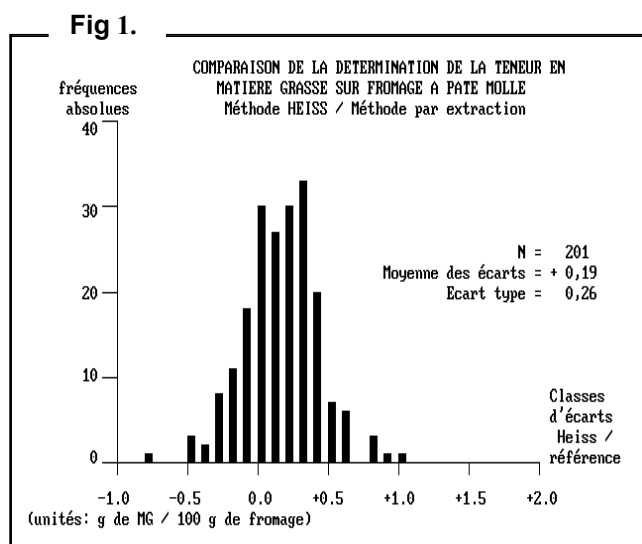


Fig 2 : fat in soft cheese :  
Van Gulik method versus reference method

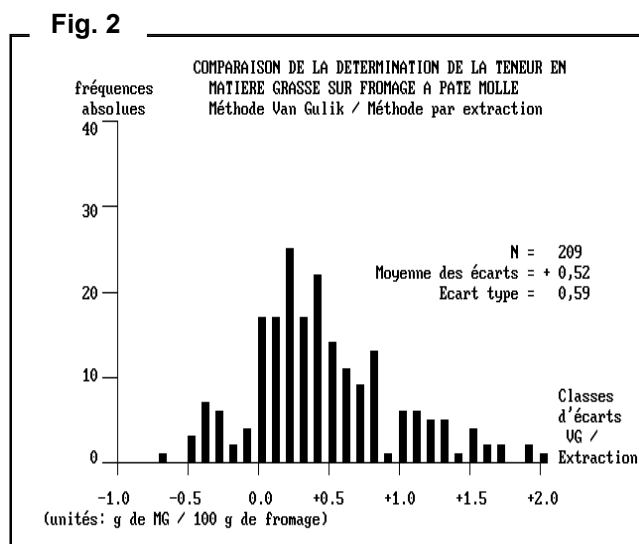


Fig 3 : fat in hard cheese :  
Heiss method versus reference method

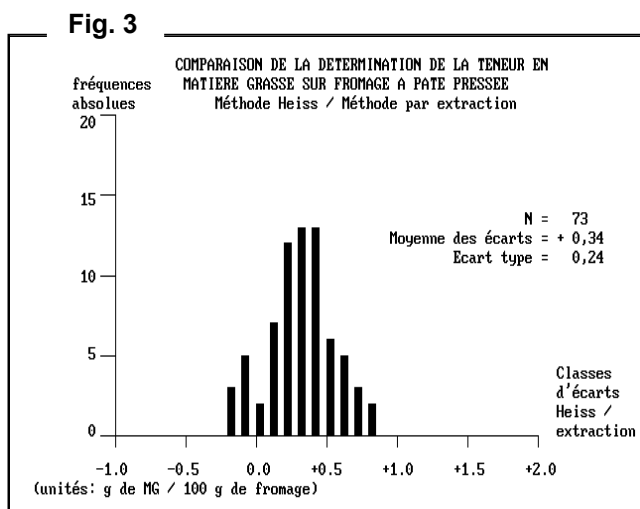
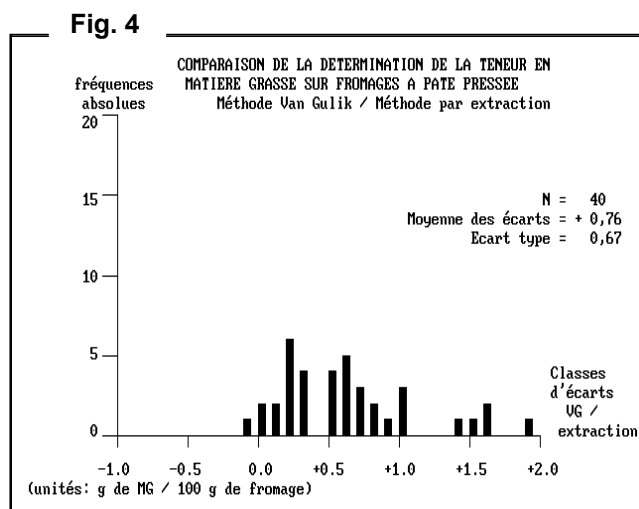


Fig 4 : fat in hard cheese :  
Van Gulik method versus reference method



Le tableau 1 résume l'ensemble des résultats obtenus  
**tableau 1** : données utilisées pour l'étude de justesse des deux méthodes acido-butyrométriques  
 avec  
 PM : fromage à pâte molle  
 PPC : fromage à pâte pressée cuit eou mi-cuite  
 N : nombre d'essais d'aptitude utilisés  
 total : nombre total de participants

*table 1* : *data used in the accuracy study of both butyrometric methods*  
 with :  
 PM : *soft cheese*  
 PPC : *hard cheese*  
 N : *number of ringtests used*  
 total : *total number of participants*

|   | PM  |   | PPC   |   |
|---|---|---|---|---|
| <b>N</b>  | 15  |   | 6   |   |
| <b>période</b><br><i>period</i>   | 1992-1997                                   |   | 1994-1997                                   |   |
| <b>gamme de MG</b><br>(en g de MG pour 100g)<br><i>fat range</i><br>(in g for 100g) | 18,55 à 34,29<br><i>18.55 to 34.29</i>      |   | 26,45 à 33,35<br><i>26.45 to 33.35</i>      |   |
|   | <b>méthode Heiss</b><br><i>Heiss method</i> | <b>méthode Van Gulik</b><br><i>Van Gulik method</i> | <b>méthode Heiss</b><br><i>Heiss method</i> | <b>méthode Van Gulik</b><br><i>Van Gulik method</i> |
| <b>nombre de participants</b><br><i>number of participants</i>                      | 201   | 208   | 73  | 40  |
| <b>total</b>  | 409   |   | 113   |   |
| <b>biais moyen</b><br>(en g/100g)<br><i>mean bias</i><br>(in g/100g)                | + 0,19<br><i>+ 0.19</i>                     | + 0,52<br><i>+ 0.52</i>                             | + 0,34<br><i>+ 0.34</i>                     | + 0,76<br><i>+ 0.76</i>                             |
| <b>écart type</b><br><i>standard deviation</i>                                      | 0,26<br><i>0.26</i>                         | 0,59<br><i>0.59</i>                                 | 0,24<br><i>0.24</i>                         | 0,67<br><i>0.67</i>                                 |

Quel que soit le type de fromage, la méthode Van Gulik présente une dispersion de biais de justesse nettement plus importante que la méthode Heiss. La dissymétrie positive observée sur les figures 1 à 4 signale, en outre, une tendance à la surestimation, caractérisée par des moyennes d'écarts et des écarts-types importants.

Le biais moyen de justesse de la méthode Van Gulik se trouve cependant réduit, lorsqu'on sélectionne une population symétrique, visuellement gaussienne, par exemple : il passe ainsi à + 0,39 g/100 g en pâtes molles et, à + 0,45 g/100 g en pâtes pressées cuites .

La méthode apparaît ainsi plus sensible à des facteurs non ou mal contrôlés. Elle est donc d'une « robustesse » moindre que la méthode Heiss. Ceci résulte vraisemblablement de ses caractéristiques intrinsèques : agitation après mise à l'alcool, type d'alcool utilisé , temps de dissolution, température....

En conclusion, la méthode Heiss apparaît sensiblement plus juste que la méthode Van Gulik, ce qui explique et justifie sa large utilisation, bien qu'elle ne soit pas encore normalisée.

Des études complémentaires sur d'autres types de fromages restent toutefois nécessaires pour affiner ces résultats. Ces deux

méthodes pourront alors être raccordées précisément à la méthode SBR, une étape indispensable pour la révision des normes par l'AFNOR.

### Bibliographie

AFNOR V 04-287, mai 1972. FROMAGES : Détermination de la teneur en matière grasse : méthode acido-butyrométrique de Van Gulik  
 FIL 5B :1986, (équivalente à NF ISO 1735, décembre 1988 -V 04286-)  
 FROMAGE ET FROMAGE FONDU. Détermination de la teneur en matière grasse : méthode gravimétrique  
 HEISS E. Versuche zur Bestimmung des Käsefettgehaltes mit Hilfe von Schnellmethoden. Deutsche Molkerei Zeitung, 1961, V. 82, N. 3,p. 67-70  
 TROSSAT P. Justesse des méthodes acido-butyrométriques sur fromage. Proposition pour la Commission V 04 de l'AFNOR, Août 1997, 5 p.

### Liste des abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation  
 ISO : International Standardization Organization  
 SBR : Schmid-Bondzynski-Ratzlaff

