Etude du salage et de l'affinage du fromage en saumure

I. ASPECT BIOCHIMIQUE : EVOLUTION DE LA COMPOSITION DU FROMAGE ET RENDEMENT

par

A. MANSOUR et C. ALAIS

Ecole de Laiterie et Université de Nancy-I

I. — INTRODUCTION

Dans une récente publication (Mansour et Alais, 1971), nous avons souligné le fait que le salage en saumure tend à se répandre, au-delà des fabrications de fromages à pâte pressée pour lesquels il est traditionnel, et nous avons passé en revue des travaux consacrés au mécanisme du salage et effectués principalement en Europe de l'Est. Malgré des tentatives intéressantes pour établir des règles qui permettraient de normaliser l'opération du salage, nous avons conclu qu'il est difficile de réunir en une formule simple les différents paramètres, avec les connaissances dont nous disposons actuellement.

Il existe des types de fromages qui sont non seulement salés, mais aussi conservés et affinés en saumure. Ils sont caractéristiques de la production fromagère des pays méditerranéens et de l'Europe de l'Est. Nous avons ainsi décrit la fabrication du « fromage blanc » syrien (Hallom, Baladi,...) (Mansour, 1971). En Roumanie, on fabrique le « Telemea », en Grèce, le « Feta », en Russie, le « Brinza », en Egypte, le « Domiati ». Le procédé de fabrication peut varier d'un pays à l'autre, ainsi que la composition et les propriétés du fromage, mais dans tous les cas il est affiné en saumure durant une période pouvant aller jusqu'à un an. Ce mode d'affinage particulier s'explique par des conditions climatiques et économiques. Des recherches assez nombreuses ont été faites, en dehors de la Syrie, en vue de rendre la production plus homogène et de standardiser la composition. Le fromage égyptien « Domiati » a été le plus étudié ces dernières années ; il est caractérisé par le fait qu'il est obtenu par coagulation de lait cru fortement salé. Sirry et Kosikowski (1959) ont essayé, avec un succès limité, de le fabriquer à partir du lait pasteurisé et du lait traité à l'eau oxygénée et à la catalase. L'effet du traitement thermique

sur la qualité et le rendement de ce type de fromage a été aussi étudié par El Sadek et Abd El Motteleb (1958). Les modifications chimiques se produisant en cours du séjour en saumure ont été étudiées par Sharara (1959) ; la teneur en sel très élevée de ce fromage provoque une maturation très lente. Hamdy (1970) a récemment proposé l'emploi de l'enzyme coagulant de *Mucor miehei* en vue d'accélérer la maturation et réduire la perte de poids au cours de la conservation. Avec un fromage russe, également conservé en saumure, Agagabyan et *al.* (1970) ont montré l'influence favorable d'oligo-éléments (Cu, Co,...) ajoutés au lait sur le développement microbien et l'affinage.

Plusieurs auteurs ont recommandé le salage dans une saumure acidifiée ou faite à partir de lactosérum ; de cette manière, la qualité du fromage serait améliorée et, ce qui est intéressant, la concentration en sel pourrait être diminuée, d'après Kerimov (1962), Mel'nik (1963) et Zivkovic (1964).

Il est évident que le problème le plus important, dans ce type de fabrication, concerne l'affinage. Le but de la première partie de notre étude est de l'aborder en envisageant les facteurs principaux : température de conservation et concentration en saumure. En considérant les possibilités de modernisation du secteur laitier syrien, nous avons en outre essayé une nouvelle manière de conserver ce fromage, après emballage selon le procédé « Cryovac ».

Dans une seconde partie, nous étudierons l'évolution chimique de la saumure et dans une troisième partie nous exposerons nos résultats de l'étude bactériologique du fromage et de la saumure, pour une longue durée de conservation (4 mois).

II. — MATERIEL ET METHODES

2.1. Fabrication du fromage blanc

Nous avons récemment et brièvement décrit la méthode traditionnelle de fabrication (Mansour, 1971). Ce fromage est fait, en général, à partir de lait cru de brebis ou de vache. Pour notre étude, nous avons employé une méthode de fabrication qui tient compte des possibilités actuelles de l'industrie, mais en conservant le type de coagulation lente et le traitement en saumure.

Le fromage est fait à partir de lait de vache pasteurisé à 75° C pendant 15 s, puis refroidi à 10° C ; sa teneur en matière grasse est standardisée à 35 g/l environ. Le lait est réchauffé à 35° C ; on ajoute 10 g de CaCl_2 et 0,5 l de ferments lactiques pour 100 l ; après un repos de 20 mn, on ajoute 15 ml de présure liquide au 1/10 000° ; le temps de coagulation se situe entre 60 à 65 mn.

Le tranchage est fait immédiatement après la coagulation, puis le caillé est laissé au repos 15 mn afin que la synérèse se poursuive.

On transfère, à l'aide d'une louche, le caillé dans des moules en polyéthylène, spécialement faits pour ce genre de fromage (dimensions : $30 \times 30 \times 15$ cm) et garnis d'une toile. Le caillé est amené sous la presse pendant 16 h ; il est retourné plusieurs fois au cours du pressage : il est ensuite pesé et découpé en morceaux égaux ($7 \times 7 \times 5$ cm). Le fromage découpé subit un présalage dans une saumure à 12 p. 100 pendant 6 h ; ensuite il est retiré de la saumure et égoutté pendant 24 h. Ainsi le fromage est prêt soit pour la vente à l'état frais, soit pour la conservation en saumure. Dans nos expériences, le fromage frais est partagé en quatre parties, la première est emballée à l'aide d'une plaque chauffante par le procédé « Cryovac », et conservée comme un fromage ordinaire dans la cave d'affinage à $10-12^{\circ}\text{C}$, humidité relative 90 p. 100. Les trois autres parties sont mises dans des bocaux contenant une saumure à 18 p. 100, à 15 p. 100 et à 12 p. 100, à raison de 1 kg de fromage pour 2 l de saumure.

Ensuite chaque partie est divisée en trois groupes qui sont placés à différentes températures : 5°C , 10°C , 20°C . Le schéma de répartition est le suivant :

→ emballage Cryovac, conservation 10°C			
Caillé frais			
découpé et salé			
→ conservation en saumure	— 18 p. 100 NaCl	↘	— Température 5°C
	— 15 p. 100 NaCl	→	— Température 10°C
	— 12 p. 100 NaCl	↗	— Température 20°C

2.2. Méthodes d'analyse du fromage

Le pH est mesuré directement dans la pâte, par un pH-mètre au $1/1000^{\circ}$ d'unité, à l'aide d'une électrode combinée. Pour mesurer l'acidité lactique, nous avons employé la méthode d'A.O.A.C. (1965) ; le résultat est exprimé en acide lactique p. 100 du poids total.

Pour la matière grasse, nous avons appliqué la méthode de Gerber, en utilisant le butyromètre de Van Gulik. Les extraits secs sont déterminés par la méthode de la F.I.L. n° 4 (1958). Le sel est déterminé selon la méthode de la F.I.L. n° 17 (1961).

2.3. Méthodes de mesure de l'affinage

L'affinage du fromage en saumure a été suivi de trois manières :

2.3.1. Evolution de la proportion d'azote soluble à pH 4,6 et d'azote non protéique, par rapport à l'azote total. Pour obtenir une suspension de fromage, nous avons utilisé le procédé de Knudsen et Overby, repris par Beau (1950) qui utilise une solution de citrate trisodique 0,5 M. La suspension est ensuite précipitée par l'acide chlorhydrique à pH 4,4 ou par l'acide trichloracétique à la concentration finale de 12 p. 100. L'azote total et l'azote des filtrats sont dosés par micro-Kjeldahl. Nous avons également fait une estimation

des substances azotées solubles par la mesure de l'absorption à 274,5 nm, selon Vakaleris et Price (1959), en utilisant un spectrophotomètre Beckman D.U.

Pour l'azote soluble, nous avons fait des comparaisons avec la méthode d'extraction à l'eau chaude décrite par Ling (1956).

2.3.2. La dégradation de la caséine a été appréciée par l'examen électrophorétique en utilisant le traitement du caillé à l'eau froide et au tétrachlorure de carbone décrit par Assenat (1967), mais nous avons employé le gel d'amidon au lieu de gel d'acrylamide.

2.3.3. Le degré de lipolyse est déterminé sur la matière grasse après extraction du fromage, mélangé au double de son poids de sable et à son poids de sulfate de sodium anhydre, par l'éther de pétrole (40-60° C) dans un appareil B.B.S. d'extraction continue pendant 16 h, selon les indications de Kuzdzal-Savoie et Kuzdzal (1967).

III. — RESULTATS ET DISCUSSION

3.1. Evolution du fromage dans une saumure peu concentrée

Nous mettons à part l'expérimentation avec la saumure à 12 p. 100 de NaCl car, dans ces conditions, la conservation de longue durée est pratiquement impossible. Au bout de 15 j, le fromage a une texture très modifiée : il est devenu mou, à la suite d'une absorption très rapide d'eau et du sel. Nous présentons dans le tableau 1 quelques résultats obtenus après 15 j de conservation à la température ambiante et à 5° C.

On voit que l'humidité du fromage a fortement augmenté, de 14 p. 100 environ. En agitant légèrement les bocaux, le caillé se disperse dans la saumure. Ce résultat nous a montré que la concentration de 12 p. 100 est insuffisante ; de ce fait, nous avons éliminé cette partie de notre étude. Donc les données qui vont être exposées, concernent le fromage emballé en Cryovac et ceux qui ont été conservés dans les saumures ayant une concentration de 15 p. 100 et 18 p. 100 de sel.

3.2. Evolution du pH et de l'acidité

Les courbes des figures 1 et 2 montrent qu'au début de la conservation dans la saumure il se produit une chute rapide de l'acidité et une baisse limitée du pH du fromage. Nous verrons plus loin que l'humidité, dans le même temps, subit une réduction sensible. Il est évident que l'acide lactique ne se concentre pas dans la phase aqueuse du fromage, mais qu'au contraire il y a un passage continu de cet acide dans la saumure ; fait que nous avons vérifié par la suite ; il

TABLEAU 1. — Composition du fromage conservé dans la saumure à 12 p. 100 de sel*

Conservation	pH	Acidité lactique p. 100	Humidité p. 100	NaCl p. 100	N.T. p. 100	N.S. p. 100 N.T.	N.P.N. p. 100 N.T.
Fromage frais	4,97	0,85	54,5	2,04	3,1	6,9	4,2
Conservé 15 jours							
— à 20° C	4,85	0,72	68,4	6,5	2,5	11,2	7,7
— à 5° C	4,91	0,78	71,5	5,9	2,35	7,2	4,5
* N.T. : azote total N.S. : azote soluble N.P.N. : azote non protéique

Evolution du pH au cours de la conservation :
C : fromage sous « Cryovac » à 10° C, F 15/20° : fromage dans la saumure à 15 p. 100 et à 20° C, 18/20 : fromage dans la saumure à 18 p. 100 et à 20° C, etc.

Evolution de l'acidité lactique au cours de la conservation
(voir légende fig. 1)

se peut également qu'une petite partie de l'acide soit détruite par la microflore.

La baisse rapide de l'acidité ne se traduit pas par une élévation du pH ; au contraire, celui-ci baisse légèrement durant les 30 premiers jours, de 0,20 à 0,25 unités. Il y a certainement encore production d'acide lactique (pK 3,85) aux dépens du lactose et il est probable que le pouvoir tampon du milieu a été modifié par le drainage important dans cette période.

Après 30 j, le pH du fromage remonte lentement, mais régulièrement. L'augmentation est proportionnelle à la température, donc au taux de maturation, comme nous le verrons plus loin. A 5° C, après 120 j, le pH est inférieur à la valeur de départ ; à 10° C, il est approximativement le même. La concentration en sel de la saumure influe légèrement sur la remontée du pH, qui est plus forte à 15 p. 100 qu'à 18 p. 100. Par contre, l'acidité du fromage est plus basse avec la saumure à 15 p. 100 qu'avec celle à 18 p. 100, à la fin de la conservation ; il se peut que la cause de cet effet soit une plus grande activité microbienne dans le milieu le moins salé. Enfin, dans les deux saumures, l'acidité du fromage dépend de la température ; à 20° C, la flore lactique est évidemment plus active qu'à 10° C ou à 5° C.

Dans le fromage emballé selon le procédé « Cryovac », l'évolution de l'acidité est apposée à ce qu'elle est en saumure. Elle croît sensiblement jusqu'au 30^{me} jour puis est stable (fig. 2). Ce résultat concorde avec celui de Manolkidis et *al.* (1970) pour le fromage Telemea. On remarque que le pH remonte sensiblement après 30 j, alors que l'acidité ne varie presque plus ; il est possible que ceci soit une conséquence de la dissociation de substances peptidiques libérées au cours de l'affinage.

3.3. Evolution de l'humidité et diffusion du sel

Dans le tableau 2 sont montrées l'évolution de l'humidité et du chlorure de sodium en fonction de la concentration de la saumure (15 et 18 p. 100) et de la température (5 C, 10° C et 20° C) ; par comparaison les résultats obtenus avec l'emballage « Cryovac » sont indiqués.

En ce qui concerne l'humidité, on voit qu'elle décroît, à toutes les températures, dans la saumure à 18 p. 100 ; la décroissance est rapide au départ, surtout à 20° C, ce qui correspond à un fort drainage. Aux basses températures, la perte est moins importante. Après 120 j de conservation, la perte d'humidité est respectivement 10,5 ; 7,7 et 6,3 respectivement à 20° C, 10° C et 5° C.

Dans la saumure à 15 p. 100, on observe également une diminution de l'humidité durant les 30 premiers jours, bien que plus faible que dans la saumure à 18 p. 100 ; mais après cette période, le fromage se réhydrate à 5° C et à 10° C, alors qu'à 20° C, l'humidité ne change

TABLEAU 2. — Teneur en sel et humidité des fromages

Durée de conservation (jours)	Concentration de la saumure p. 100	Conservation dans la saumure									Emballage « Cryovac »		
		à 5° C			à 10° C			à 20° C			à 10° C		
		H	S	S/H	H	S	S/H	H	S	S/H	H	S	H/S
0 (frais)		54,5	2,04	3,74	54,5	2,04	3,74	54,5	2,04	3,74	54,5	2,04	3,74
15	15	53,5	5,3	9,9	52,8	5,4	10,22	50,6	5,85	11,56	53,1	2,1	3,95
	18	51,4	5,8	11,24	50,4	6,0	11,9	45,6	6,2	13,6			
30	15	52,8	7,2	13,63	51,5	6,5	12,62	48,5	6,7	13,81	52,8	2,18	4,1
	18	50,7	6,75	13,31	49,5	6,7	13,53	44,7	6,87	15,34			
60	15	55,4	7,8	14,07	52,0	7,01	13,48	48,7	6,9	14,16	52,1	1,9	3,64
	18	48,5	7,25	14,93	47,8	6,9	14,43	44,3	6,9	15,57			
90	15	55,3	7,9	14,28	55,8	7,51	13,45	48,8	7,01	14,36	52,1	1,9	3,64
	18	48,1	7,52	15,6	47,5	7,1	14,94	43,9	6,77	15,42			
120	15	56,5	8,1	14,2	55,7	7,9	14,18	48,1	7,1	14,76	52,1	1,92	3,67
	18	48,2	7,8	15,9	46,8	7,2	15,38	44,0	6,8	15,45			
H : humidité p. 100		S : NaCl p. 100 de poids total						S/H : NaCl p. 100 d'eau					

pratiquement plus. De ce fait, dans cette saumure à 15 p. 100, l'humidité finale, après 120 j, à 5° C et 10° C, est plus forte qu'au départ (respectivement 2 et 1,2 p. 100 en plus) ; à 20° C au contraire, l'humidité en fin de conservation est inférieure de 6,4 à la valeur de départ.

Dans le fromage sous emballage « Cryovac », la perte d'humidité est minime (2,4 en 120 j) ; mais il ne s'agit pas simplement de pervaporation, car on observe une légère exsudation de liquide entre le fromage et le film plastique.

En ce qui concerne la diffusion du sel, on observe qu'au début du séjour dans la saumure, la teneur en NaCl est proportionnelle à la concentration et à la température de la saumure. L'absorption de sel est plus grande dans la saumure à 18 p. 100 et à 20° C ; après 30 j, le fromage a atteint sa capacité maximale à cette température ; au contraire, à 10° C et à 5° C la diffusion du sel dans le fromage va se poursuivre lentement, et la teneur finale sera plus élevée qu'à 20° C. Dans la saumure à 15 p. 100 la diffusion du sel est progressive aux trois températures de conservation ; mais la teneur en sel est quand même plus forte à 5° C qu'à 10° C et à 20° C.

Les résultats que nous avons obtenus au début du salage, vont dans le même sens que ceux d'autres auteurs qui ont étudié la cinétique du salage et que nous avons précédemment signalés (Mansour et Alais, 1971) ; ils concordent en particulier avec ceux de Breene et *al.* (1965). Cependant la prolongation du salage donne des résultats divergents ; la teneur en sel dans le fromage est plus élevée dans la saumure la moins forte (15 p. 100) et à plus basse température (5° C). Il est certain que l'humidité du fromage joue un rôle dominant dans la diffusion du sel. Quand l'humidité est la même (cas du fromage frais), la vitesse d'absorption du sel dépend de la température ; mais à plus haute température, le drainage est plus rapide et la diffusion de sel se ralentit.

Si on exprime la teneur en sel en p. 100 de l'eau totale du fromage, on constate que cette valeur est presque la même à la fin de la conservation pour les fromages de chaque série, autour de 14,4 p. 100 pour la saumure à 15 p. 100 de sel et autour de 15,6 p. 100 pour la saumure à 18 p. 100 de sel. La phase aqueuse du fromage et la saumure, compte tenu de la dilution de cette dernière et de l'existence d'eau liée dans le fromage, doivent avoir à ce moment la même concentration en substances solubles totales, donc la même pression osmotique.

Bien que le fromage plongé dans la saumure ne puisse être assimilé à un milieu aqueux limité par une membrane semi-perméable, il est certain que l'équilibre osmotique joue un rôle majeur dans les échanges d'eau et de sel entre les deux milieux. Récemment Zonji (1971) a fait une étude mathématique de la diffusion du sel dans le fromage et de la perte d'eau par ce dernier ; elle confirme que cette perte dépend de la pression osmotique de la phase aqueuse du fromage.

TABLEAU 3. — Comparaison des méthodes d'extraction et de dosages de la matière azotée soluble*

Azote soluble (gN p. 1000 g fromage)		Densité optique à 274 nm		Corrélation entre la densité optique et l'azote soluble	
suspension au citrate (pH 4,4)	eau chaude (pH 5,15 - 5,30)	suspension au citrate (pH 4,4)	eau chaude et précipit. à pH 4,4	D.O.	N sol (g p. 100 g)
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)
3,0	3,2	0,440	0,465	0,310	0,120
2,8	3,8	0,355	0,340	0,510	0,194
3,0	3,4	0,365	0,365	0,465	0,140
3,0	3,5	0,455	0,395	0,415	0,180
2,8	3,6	0,360	0,450	0,270	0,100
2,9	3,5	0,345	0,370	0,610	0,240
2,9	3,4	0,460	0,350	0,800	0,280
2,8	3,7	0,445	0,400	0,840	0,360

* Trois séries sur des échantillons différents d'une série à l'autre.

La reprise d'eau par le fromage conservé dans la saumure à 15 p. 100 et aux températures de 5° C et 10° C ne peut être expliqué que par un rétablissement de l'équilibre osmotique ; car dans ces conditions, l'absorption du sel par le fromage est rapide.

Sous emballage « Cryovac », la teneur en sel décroît un peu en fin de conservation, comme la teneur en eau et c'est probablement pour la même cause : l'exsudation de lactosérum.

3.4. Contrôle chimique de l'affinage

L'arôme et la teneur caractéristique d'un fromage résultent de modifications importantes concernant les glucides, lipides et protides. La dégradation des protéines au cours de l'affinage est un phénomène capital ; nous l'avons donc étudié avec assez de détail. Mais tout d'abord nous nous sommes préoccupés de choisir une méthode convenable de contrôle.

3.4.1. Méthode d'extraction de la matière azotée soluble

Huit dosages de la matière azotée soluble ont été faits en parallèle sur le filtrat à pH 4,4 de la suspension de fromage dans le citrate trisodique et sur le liquide d'extraction à l'eau chaude, dont le pH varie entre 5,15 et 5,30. Le tableau 3 (colonnes 1 et 2) présente les résultats. Un calcul statistique (Lamotte, 1962) montre que le test T (rapport de la différence des moyennes à l'erreur standard) est significatif avec un coefficient de sécurité de 99 p. 100 ; donc la différence observée est due à la méthode. Lorsqu'on extrait la matière azotée soluble par l'eau chaude, selon les indications de Ling (1956), sans régler le pH, on obtient un taux d'azote plus élevé que par la méthode de Knudsen et Overby (Beau, 1950).

Nous avons fait une nouvelle série de dosages, cette fois en mesurant la densité optique du filtrat à 274 nm, après avoir ajusté à 4,4 le pH du liquide d'extraction à l'eau chaude et séparé le précipité par filtration. Les résultats sont présentés dans le tableau 3 (colonnes 3 et 4). Le calcul de T montre qu'il est significatif, avec un coefficient de sécurité de 99 p. 100 ; le faible écart est dû à la méthode. L'eau chaude extrait du fromage de la caséine ou des produits de dégradation insolubles à pH 4,4 ; mais après ajustement du pH, la quantité de matières azotées réellement soluble est un peu inférieure à celle obtenue par l'extraction au citrate. Nous avons donc finalement utilisé cette dernière méthode.

3.4.2. Corrélation entre la mesure de la densité optique du filtrat et la teneur en azote soluble

Sur un filtrat à pH 4,4, de la suspension citratée du fromage, on a mesuré la densité optique à 274 nm et dosé l'azote soluble par micro-Kjeldahl. Le tableau 3 (colonnes 5 et 6) présente les résultats de 8 essais comparatifs, à différentes périodes de l'affinage. Le coefficient de corrélation est $r = 0,802$. Il existe donc une bonne corrélation entre

les résultats que donne, d'une part, le dosage de l'azote soluble et, d'autre part, la méthode photométrique rapide préconisée par Vakaleris et Price (1959). Cette dernière méthode peut être recommandée pour les séries de dosage. Il est probable que le coefficient « r » doit varier selon le mode d'affinage, car l'absorption à 274,5 nm est un dosage indirect de la tyrosine soluble. Les auteurs précédents ont trouvé $r = 0,958$ pour le fromage de Cheddar.

3.4.3. *Evolution de l'azote soluble (NS) et de l'azote non protéique (NPN)*

Les dosages de ces deux formes de l'azote ont été poursuivis pendant 4 mois. NS et NPN sont exprimés p. 100 de l'azote total dans les figures 3 et 4. On voit que la protéolyse est très lente dans ce type d'affinage et que la température a une influence dominante ; cependant la concentration en sel influe un peu. A 5° C, la protéolyse est pratiquement inhibée. A 10° C, il y a un écart notable entre le fromage dans la saumure à 15 p. 100 et celui dans la saumure à 18 p. 100. Il est à noter que dans les conditions 10° C/15 p. 100 on obtient un rapport de maturation voisin de celui à 20° C/18 p. 100 ; or, dans le premier cas, le rendement et la texture du fromage sont bien meilleurs après 4 mois de conservation ; c'est une indication intéressante en pratique. Dans le fromage conservé à 10° C dans l'emballage « Cryovac », l'affinage est beaucoup plus rapide ; le rapport de maturation est finalement 2,5 fois plus grand que celui du fromage en saumure à la même température.

Le NPN évolue comme l'azote soluble, mais d'une manière plus limitée. Après le présalage et avant la mise en saumure, le pourcentage de NPN dans l'azote soluble est de 64 p. 100 ; à la fin de la conservation, il est de 56,5 p. 100 à 20° C et 15 p. 100 de sel (solubilisation maximale), et de 60 p. 100 à 5° C et 18 p. 100 de sel (solubilisation minimale). Il y a donc peu de changement dans la part que représente le NPN dans les substances azotées solubles, au cours de l'affinage, mais il y a certainement une déperdition des petites molécules azotées (peptides, acides aminés, ammoniacque) dans la saumure, ce qui contribue à diminuer les coefficients de maturation. Dans le cas de la conservation « Cryovac » à 10° C, le pourcentage de NPN dans l'azote soluble n'est finalement que de 47 p. 100 ; si la solubilisation est rapide dans cet emballage, le fractionnement des peptones et gros peptides en plus petites molécules est, par contre, assez limité. Non seulement, l'affinage dans ce type de fromage, se distingue de celui des fromages affinés en cave (Lenoir, 1963) par une protéolyse très limitée par la forte teneur en sel, mais encore la marche de cette protéolyse doit se faire d'une manière différente.

3.5. *Etude électrophorétique des protéines du fromage*

L'objet de l'étude électrophorétique était de suivre la dégradation des protéines dans le fromage conservé en saumure. La figure 5

fig. 5

Electrophorèse sur gel d'amidon de la fraction protéique insoluble à pH 4,6 du fromage blanc salé :

a : caséine de vache, b : fromage frais, c : fromage à 30 j, d : fromage à 60 j, e : fromage à 120 j.

fig. 6

Electrophorèse sur gel d'amidon de la fraction protéique insoluble à pH 4,6 de fromages :

a : Camembert, b : Munster, c : Saint-Paulin, d : fromage blanc salé.

confirme que la maturation de ce genre de fromage est très lente. D'après cette figure, les caséines α_s et K ont subi une dégradation plus importante que la caséine β qui est presque inattaquable dans ces conditions. On voit que la forte teneur en sel inhibe la dégradation de la caséine β en particulier. Ce résultat concorde avec le travail de Fox et Walley (1971) qui ont déjà trouvé que la protéolyse de la caséine β était complètement inhibée en présence de 10 p. 100 de sel ; alors que la protéolyse de la caséine α_s était maximale en présence de 5 à 10 p. 100 de sel. Egalement, dans le cas du Cheddar, Ledford *et al.* (1966) ont observé des différences du même genre.

Nous avons complété cette étude électrophorétique en comparant différentes sortes de fromages français avec le fromage syrien. La figure 6 montre les diagrammes d'électrophorèse du Camembert, du Munster, du Saint-Paulin et du fromage blanc salé en saumure. Les trois premiers étaient en stade de la consommation. On voit que chaque fromage donne une image caractéristique ; dans le Saint-Paulin, la dégradation des caséines est moins poussée que dans le Camembert et le Munster. On remarque aussi que la paracaséine K (migrant vers la cathode) est dégradée dans les trois fromages français, par contre dans le fromage salé, elle ne l'est pas.

3.6. Evolution de la matière grasse et du degré de lipolyse

3.6.1 Matière grasse

Le tableau 4 montre que la teneur en matière grasse dans l'extrait sec augmente sensiblement au cours de conservation du fromage à 20° C, dans les deux saumures ; il y a donc, à cette température, une perte de matières non grasses dans la saumure ; nous verrons dans une prochaine publication que le passage de matières azotées solubles, de minéraux et de lactose est plus important à 20° C qu'aux plus basses températures.

A 5° C et 10° C, dans la saumure la plus concentrée (18 p. 100), la teneur en matière grasse change peu au cours de la conservation, comme d'ailleurs dans le fromage « Cryovac » à 10° C. Par contre, dans la saumure à 15 p. 100, à ces basses températures on observe une diminution assez importante de la teneur en matière grasse dans l'extrait sec ; nous avons vu plus haut que l'absorption du sel est la plus forte dans ces conditions ; ce fait peut expliquer une partie de la diminution du taux de matière grasse ; un calcul à partir des résultats du tableau 2 montre qu'il y a en moyenne 18 p. 100 de NaCl dans l'ES de ces fromages, alors que la proportion tombe en dessous de 13 p. 100 dans tous les autres.

3.6.2. Lipolyse

Le tableau 4 montre que la lipolyse n'a pas été freinée par la teneur élevée en sel, contrairement à ce que l'on a observé pour la

TABLEAU 4. — Le degré de lipolyse (D.L.) et la teneur en matière grasse p. 100 de l'extrait sec (MG p. 100 ES) des fromages

Période de la conservation (jours)	Conservation en saumure à 15 p. 100						Conservation en saumure à 18 p. 100						Emballage « Cryovac »	
	5° C		10° C		20° C		5° C		10° C		20° C		à 10° C	
	MG p. 100 ES	D.L.	MG p. 100 ES	D.L.	MG p. 100 ES	D.L.	MG p. 100 ES	D.L.	MG p. 100 ES	D.L.	MG p. 100 ES	D.L.	MG p. 100 ES	D.L.
0 (frais)	50,2	0,5 (100)	50,2	0,5 (100)	50,2	0,5 (100)	50,2	0,5 (100)	50,2	0,5 (100)	50,2	0,5 (100)	50,2	0,5 (100)
15	47,9		49,3		51,2		49,05		48,1		48,41		50,3	
30	46,1	0,6 (120)	48,98	1,1 (220)	50,77	1,30 (260)	50,5	0,57 (114)	49,9	1,00 (200)	49,13	1,23 (246)	49,93	1,01 (202)
60	46,18	6,65 (130)	47,54	1,7 (340)	53,48	1,75 (350)	50,58	0,6 (120)	50,3	1,65 (330)	49,49	1,7 (340)	49,32	1,5 (300)
90	43,8	0,68 (136)	49,5	2,1 (420)	54,4	2,3 (460)	50,4	0,65 (130)	50,6	1,95 (390)	51,19	2,2 (440)	49,48	1,75 (350)
120	46,2	0,75 (150)	47,8	2,45 (490)	55,1	2,75 (550)	51,00	0,78 (156)	50,3	2,3 (460)	52,3	2,7 (540)	49,41	2,1 (420)

(...) nombre proportionnel.

protéolyse. Dans les fromages conservés en saumure à 15 ou à 18 p. 100, on obtient un degré de lipolyse supérieur à celui obtenu dans l'emballage « Cryovac », bien que la température de la conservation soit la même (10° C). La lipolyse est plus rapide à 20° C qu'à 10° C et 5° C, mais la concentration de la saumure n'a pas une influence nette. Le degré de lipolyse est peu différent à 15 p. 100 et à 18 p. 100 de sel.

La destruction de la lipase du lait est rapide au-dessus de 60° C ; par contre les lipases qui sont libérées par les micro-organismes peuvent être plus résistantes à la chaleur. Stadhouders (1959) a mis en évidence des lipases thermorésistantes lors de la fabrication du fromage qui est fabriqué à partir du lait pasteurisé à 76° C. Il est probable que dans notre fromage, qui est fabriqué à partir du lait pasteurisé à 75° C, les lipases sont d'origine microbiennes. La flore microbienne a certainement un rôle dominant dans la lipolyse et elle n'est pas la même dans le fromage conservé en saumure, qui est plus riche en levures, que dans celui emballé sous « Cryovac », (résultats non publiés). Ce dernier a un taux d'acidité lactique trois fois plus grand que celui de fromage salé en saumure. Cette acidité relativement élevée peut inhiber certaines espèces et ralentir la lipolyse dans le fromage emballé de cette manière. Le rôle inhibiteur de l'acidité a été signalé par Efthymiou (1967) pour le fromage « Feta ».

3.7. Rendement en fromage

Le tableau 5 montre que le rendement décroît très rapidement au cours de la conservation en saumure à la température ambiante. Avec 18 p. 100 de sel le fromage perd environ 15 p. 100 de son poids initial, avec 15 p. 100 de sel il en perd 10 p. 100. En même temps l'extrait sec augmente beaucoup ; la température élevée et la teneur en sel accélèrent la synérèse. Ce résultat est important pour un fromage vendu au poids, sans tenir compte de son extrait sec.

En ce qui concerne la conservation à 10° C, il y a encore une faible perte de poids à 18 p. 100 de sel, alors qu'à 15 p. 100 le poids et le rendement augmentent ; l'extrait sec a évolué de façon opposée dans ces deux saumures.

A basse température (5° C) il y a un gain de poids et de rendement, mais ils sont très différents selon la saumure, comme le sont les extraits secs. Avec 15 p. 100 de sel l'augmentation de poids est de 8,6 ; le fromage contient plus d'eau qu'au départ. Avec 18 p. 100 de sel le poids n'augmente que de 1,0 et l'extrait sec de 6,3 p. 100 ; le passage du sel dans le fromage est plus important que le drainage vers la saumure.

Le fromage conservé sous « Cryovac » à 10° C ne perd que 1,35 p. 100 de son poids après 120 j de conservation. Ce fromage a été jugé de bonne qualité organoleptique.

TABLEAU 5. — Extrait sec des fromages et rendement et l'emballage sur le rendement

Période de la conservation (jours)	Concentration de la saumure p. 100	Conservation en saumure									Emballage « Cryovac »		
		5° C			10° C			20° C			à 10° C		
		E.S.	V	R	E.S.	V	R	E.S.	V	R	E.S.	V	R
0 (frais)		45,5		15	45,5		15	45,5		15	45,5		15
15	15	46,5	+ 3,3	15,5	47,2	0	15	49,4	— 1,4	14,8	46,9	— 0,5	14,92
	18	48,6	— 0,2	14,97	49,6	— 0,7	14,9	54,4	— 3,4	14,5			
30	15	47,2	+ 5,3	15,8	48,5	+ 1,3	15,2	51,5	— 6	14,1	47,2	— 1,2	14,82
	18	49,3	+ 0,1	15,02	50,5	— 2	14,7	55,3	— 8	13,8			
60	15	45,6	+ 7,3	16,1	48,00	+ 3,3	15,5	51,3	— 7,4	13,9	47,95	— 1,25	14,85
	18	51,5	+ 0,6	15,1	52,2	— 4	14,4	55,7	— 12,7	13,1			
90	15	45,7	+ 8,00	16,2	44,2	+ 4,6	15,7	51,2	— 10	13,5	47,9	— 1,3	14,8
	18	51,9	+ 0,5	15,08	52,5	— 1,4	14,8	56,1	— 15	12,75			
120	15	43,5	+ 8,6	16,3	44,3	+ 5,3	15,8	51,9	— 10	13,5	48,00	— 1,35	14,9
	18	51,8	+ 1,0	15,15	53,2	— 0,34	14,95	56,00	— 14,7	12,8			

E.S. = extrait sec p. 100

R = rendement, kg de fromage p. 100 kg de lait

V = variation de poids en p. 100 par rapport à la valeur initiale

IV. — RESUME ET CONCLUSION

L'effet de la concentration des saumures et de la température de la conservation sur la diffusion du sel, l'affinage et le rendement a été étudié. L'emballage « Cryovac » qui représente certains avantages a été envisagé comme un nouveau mode de conservation de ce type de fromage.

La diffusion du sel dans le fromage est très grande, du fait d'une durée de saumurage prolongée, une surface relative élevée et une teneur en eau dans le fromage frais assez importante.

Pour un taux d'humidité égal, la température et la concentration des saumures élevées accélèrent la diffusion du sel, et provoquent un fort drainage. Le fromage arrive à sa capacité maximale d'absorption du sel plus vite que ceux qui ont été conservés dans des saumures moins concentrées et à plus basses températures. Dans ce dernier cas, la diffusion du sel se poursuit régulièrement et finalement la teneur en sel du fromage dépasse celle de ceux conservés à 20° C et à 18 p. 100 de sel. Mais dans tous les cas nous constatons que la teneur en sel est approximativement proportionnelle à l'humidité du fromage.

En ce qui concerne le contrôle d'affinage ; plusieurs méthodes ont été employées et discutées ; pour un contrôle rapide, la mesure de la densité optique à 274 nm du filtrat à pH 4,4 est satisfaisante. L'électrophorèse de la fraction insoluble donne une image caractéristique de chaque type de fromage.

Ce genre de fromage est caractérisé par un taux de maturation faible. La protéolyse est fortement ralentie par un taux de sel élevé, par contre le fromage « Cryovac » affiné à 10° C a un taux de maturation relativement élevée ; la période d'affinage est donc raccourcie.

La lipolyse n'a pas été freinée par le sel ; son évolution se poursuit régulièrement dans les fromages affinés en saumure ; les lipases, contrairement aux protéases, ne sont pas très sensibles au sel. L'acidité lactique élevée dans le fromage « Cryovac » a un effet inhibiteur de l'hydrolyse de la matière grasse. Il faut ajouter que la température joue un rôle important dans la lipolyse.

En ce qui concerne la matière grasse, son évolution a suivi, au cours de la maturation, celle de l'extrait sec.

Le rendement diminue beaucoup au cours de la conservation du fromage à la température ambiante. Par contre, nous avons obtenu un gain de poids plus ou moins important quand la conservation a été faite à basses températures, et surtout dans une saumure à 15 p. 100 de sel.

Après avoir tenu compte de nos résultats, concernant, d'une part l'effet de la concentration des saumures et de la température de conservation sur la diffusion du sel, l'affinage et le rendement et,

d'autre part, les examens organoleptiques, nous recommandons la conservation dans une saumure à 15 p. 100 de sel à basse température (5° C à 10° C).

La basse perméabilité à l'eau et aux gaz des films plastiques, leur résistance mécanique et leur résistance à l'acide lactique, font que l'emballage de type « Cryovac » est une méthode de conservation nouvelle à envisager. C'est une question à approfondir dans l'avenir en tenant compte de toutes les conditions climatiques et économiques locales qui interviennent sur la production de ce genre de fromage.

Remerciements

Nous remercions le Service de Technologie de l'Ecole Supérieure de Laiterie pour son appui pratique qui a beaucoup facilité notre travail...

Cette publication est basée en partie sur la thèse que présentera l'un de nous (A. Mansour) pour l'obtention du titre de docteur ingénieur (Nancy, 1972).

Summary

The effect of the brine concentration and temperature of storage on the diffusion of salt, yield, quality and chemical composition of white pickled cheese, was studied.

The factors influencing the rate of salting were examined in detail. Different methods for measuring cheese ripening were discussed and used. This type of cheese is characterized by a low soluble nitrogen content.

The storage at low temperature with pickling in 15 p. 100 brine solution is recommended.

Cryovac process for wrapping and ripening cheese offers certain advantages ; it may be envisaged as a new method of conservation for this type of cheese.

Reçu pour publication le 2 juin 1972.

Bibliographie

- AGAGBYAN (A.), SAAKYAN (R.) et AMIRKHANYAN (R.) (1970). — Influence des oligo-éléments sur la maturation des fromages en saumures. *XVIII^e Congr. Int. de Laiterie*, 1 F, 398.
- ASSENAT (L.) (1967). — Contribution à l'étude d'une méthode d'identification des laits et fromages au moyen de l'électrophorèse sur gel de polyacrylamide. *Lait*, 47, 493.
- BEAU (M.) (1950). — Sur la maturation des fromages. *Lait*, 30, 122.
- BRENE (W. M.), OLSON (N. F.) and PRICE (W. N.) (1965). — *J. Dairy Sci.*, 48, 621.
- EFTHYMIU (C.) (1967). — Major free fatty acids of Feta cheese. *J. Dairy Sci.*, 50, 20.

- EL-SADEK (G. M.) and ABDEL-MOTTELEB (L.) (1958). — Effect of the heat treatment of milk on the yield, quality, and certain properties of standardized separated milk cheese. *J. Dairy Res.*, 25, 85.
- EL-SADEK (G. M.) and ABDEL-MOTTELEB (L.) (1958). — The effect of heat treatment and temperature of storage on the yield, quality and chemical composition of karish cheese. *J. Dairy Res.*, 25, 480.
- FOX (F.) and WALLEY (B. F.) (1971). — Influence of sodium chloride on the proteolysis of casein by rennet and by pepsin. *J. Dairy Res.*, 38, 165.
- HAMDY (A.) (1970). — Utilisation de présure microbienne dans la fabrication du fromage « Domiati ». — XVIII^e Congr. Int. de Laiterie, A.4.6, 358.
- KERIMOV (G.) (1962). — Manufacture of white pickled cheese from ewe's milk. Abst : *J. Dairy Sci. abstracts*, 24, 98.
- KUZDZAL-SAVOIE (S.) et KUZDZAL (W.) (1967). — Les acides gras libres du fromage. *Le Lait*, 47, 9.
- LAMOTTE (M.) (1962). — Initiation aux méthodes statistiques en biologie. *Editeurs : Masson et Cie, Paris*.
- LEDFORD (R. A.), O'SULLIVAN (A. C.) and NATH (K. R.) (1966). — Residual casein fractions in ripened cheese determined by polyacrylamide. Gel electrophoresis. *J. Dairy Sci.*, 49, 1098.
- LENOIR (J.) (1963). — Note sur la composition en matières azotées des fromages. *Lait*, 43, 500.
- LING (E. R.) (1956). — A textbook of dairy chemistry. London, *Chapman et Hall LTD*, 2, 131.
- MANSOUR (A.) (1971). — *Revue Laitière Franç.*, n° 286, 295.
- MANSOUR (A.) et ALAIS (C.) (1971). — Le mécanisme du salage des fromages en saumures. *Revue Laitière Franç.*, n° 290, 641.
- MANOLKIDIS (C.), POLYCHRONIADOU (A.) et ALICHNIDIS (E.) (1970). — Variation dans la composition du fromage « Telemea ». *Lait*, 50, 38.
- MEL'NIK (E.) (1963). — Accelerating the ripening of pickled cheese. *Mol. Prom.*, 24, 27. Abst : *J. Dairy Sci. Abstracts*, 25, 271.
- SHARARA (H. A.) (1959). — Study of the chemical changes occurring in « Domiati » cheese during pickling. Abst : *J. Dairy Sci. Abstracts*, 22, 103.
- SIRRY (I.) and KOSIKOWSKI (F. V.) (1959). — Pasteurization and hydrogen peroxyde treatment of milk for egyptian « Domiati ». XV^e Congr. Int. de Laiterie, 2, 812.
- STADHOUDERS (J.) (1959). — Thermorésistance des lipases lors de la fabrication du fromage. XV^e Congr. Int. de Laiterie, 2, 709.
- VAKALERIS (D. G.) and PRICE (W. V.) (1959). — A rapid spectrophotometric method for measuring cheese ripening. *J. Dairy Sci.*, 42, 264.
- ZIVKOVIC (Z.) (1964). — Chemical changes in brine during ripening of soft white cheese (abstr.). *Dairy Sci. Abstr.*, 26, 287.
- ZONJI (1971). — Beitrag zur problematik des salzens von Käse im salzbad. *Milch-wissenschaft*, 26, 745.
-