



HAL
open science

Relations entre les caractères physico-chimiques des laits et leur aptitude fromagère

F Remeuf, V Cossin, C Dervin, J Lenoir, R Tomassone

► **To cite this version:**

F Remeuf, V Cossin, C Dervin, J Lenoir, R Tomassone. Relations entre les caractères physico-chimiques des laits et leur aptitude fromagère. *Le Lait*, 1991, 71 (4), pp.397-421. hal-00929255

HAL Id: hal-00929255

<https://hal.science/hal-00929255>

Submitted on 11 May 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Relations entre les caractères physico-chimiques des laits et leur aptitude fromagère

F Remeuf¹, V Cossin¹, C Dervin², J Lenoir¹, R Tomassone²

¹ INA Paris-Grignon, laboratoire de recherche de la chaire de technologie (INRA),
78850 Thiverval-Grignon;

² INA Paris-Grignon, laboratoire de biométrie, 16, rue Claude-Bernard,
75231 Paris Cedex 05, France

(Reçu le 30 juillet 1990; accepté le 5 avril 1991)

Résumé — Devant les difficultés de fabrication de plus en plus fréquentes, et le souci d'une amélioration des rendements et de la qualité, la profession et la recherche laitières s'attachent à mieux définir les paramètres déterminant la valeur fromagère des laits. L'étude bibliographique montre l'influence primordiale de certains caractères physico-chimiques du lait sur son aptitude à la coagulation par la présure. À partir de 48 échantillons de laits frais individuels, il a été procédé à la détermination de leur composition physico-chimique, de leur aptitude à la coagulation et de leur comportement en microfabrications de types «pâte fraîche» et «pâte pressée». L'analyse statistique des données a permis de confirmer les rôles déterminants des teneurs en caséines et en calcium du lait, et de mettre en évidence les rôles moins connus des proportions relatives des caséines et de certaines caractéristiques de la structure micellaire. Le travail a conduit à l'établissement d'équations qui permettent de prévoir la valeur du rendement fromager.

lait de vache / caractère physico-chimique / microfabrication / aptitude fromagère / rendement fromager

Summary — Relationships between physico-chemical characteristics of milks and their cheese-making properties. In view of the increasing difficulties encountered in cheese-making, and with the intention of improving cheese yield and quality, the dairy industry and dairy research are determined to better investigate coagulation mechanism and better define parameters which determine the cheese-making quality of milk. A bibliographic review has been presented which shows the primordial influence on renneting properties of certain physico-chemical characteristics in milk. Forty-eight individual milk samples were taken and their physico-chemical composition, rennet and acid coagulating properties and cheese-making behavior in soft and fresh "micro-cheese-making" determined. Statistical analysis of data confirmed that cheese-making properties are mainly influenced by casein and calcium content, but are also influenced by lesser known factors such as casein proportion and micellar structure. Finally, linear equations have been established for prediction of cheese yield.

cow milk / physico-chemical characteristic / coagulation / cheese-making property / cheese yield

INTRODUCTION

Les fromagers observent, depuis plusieurs années, des difficultés de fabrication et une baisse des rendements, ce qui conduit naturellement à s'interroger sur les aptitudes fromagères des laits d'aujourd'hui.

Les programmes de sélection, davantage orientés vers l'augmentation de la production laitière que vers l'accroissement de sa richesse en matière utile, et l'évolution du cheptel bovin, caractérisée par l'extension de la race Frisonne Holstein, se sont traduits par une baisse des teneurs en protéines des laits collectés. Les conditions d'exploitation des troupeaux ont aussi beaucoup évolué au cours des 2 dernières décennies, et il n'est pas certain, surtout depuis la mise en œuvre des quotas, que les vaches laitières reçoivent toujours les rations assurant la sécrétion d'un lait de composition équilibrée. Il convient de tenir compte également de la généralisation du refroidissement du lait à la ferme et d'une conservation en cru prolongée qui, avec le développement des bactéries psychrotrophes et l'action des protéases natives ou bactériennes, peuvent être à l'origine de modifications des caséines, préjudiciables au rendement fromager.

Devant une situation qui préoccupe gravement la profession, il était souhaitable que la recherche oriente ses travaux vers une meilleure définition des aptitudes fromagères des laits. Celles-ci comportent plusieurs aspects : la qualité bactériologique, l'aptitude au développement des bactéries lactiques, la richesse en matière utile, le comportement vis-à-vis de la présure... Sur ce dernier point, on dispose d'un certain nombre de données, mais celles-ci sont parfois divergentes, souvent incomplètes, et divers éléments restent

encore insuffisamment connus sur les rapports existant entre la composition des laits et leur comportement en fromagerie.

L'aptitude des laits à la coagulation par la présure représente un volet majeur de leur potentiel fromager. Les laits qui coagulent lentement tendent à former des gels mous, d'égouttage difficile, alors que ceux dont la coagulation est rapide donnent des gels fermes, s'égouttant bien, des gels qui seront à l'origine de caillés de texture et d'humidité satisfaisantes pour un bon affinage (Mocquot *et al*, 1954).

Parmi les caractéristiques originelles des laits qui exercent une influence déterminante sur leur aptitude à la coagulation, il faut citer le pH, la concentration en caséines et les teneurs en calcium (Brulé et Lenoir, 1987; Lenoir et Schneid, 1987).

Le pH influence le temps de coagulation, la vitesse de raffermissement du gel et sa fermeté maximale : la coagulation est plus rapide, le gel se raffermi plus vite et sa fermeté est plus grande lorsque le pH s'abaisse dans l'intervalle 6,7-6,0 (Ramet et Weber, 1980). L'incidence du pH originel sur le comportement du lait vis-à-vis de la présure a été bien mise en évidence dans plusieurs études récentes portant sur des laits individuels ou des laits de troupeau (eg Storry *et al*, 1983; Grandison *et al*, 1984a, b; Okigbo *et al*, 1985a, b).

La concentration du lait en caséines, dans les limites des variations normales, n'a pas d'incidence sur le temps de coagulation (Storry et Ford, 1982); en revanche, elle constitue l'un des paramètres déterminants de la fermeté du gel. Ainsi, une forte corrélation positive a été observée entre la teneur en caséines et la force du gel (Grandison *et al*, 1984a, b); par ailleurs, il est bien établi qu'un enrichissement du lait en protéines par ultrafiltration, addition de poudre de lait ou de caséinate se traduit par un accroissement marqué de la ferme-

té maximale (Amram *et al*, 1982; Storry et Ford, 1982; Mietton, 1986).

L'influence de la teneur en calcium est depuis longtemps reconnue; elle se manifeste sur le temps de coagulation et sur la fermeté du gel. Ainsi, Mocquot *et al* (1954) ont établi que le rapport Ca/N est sensiblement différent dans les laits «lents» et les laits «normaux» ou «rapides» et, selon Flueller (1978), la vitesse de coagulation augmente lorsque le rapport calcium/phosphate + citrate de la phase aqueuse croît. Par ailleurs, une corrélation assez étroite a été relevée entre la force du gel et la teneur en calcium (Grandison *et al*, 1984a, b). On sait également que l'addition au lait de chlorure de calcium, une pratique courante en fromagerie, a pour effet de réduire le temps de coagulation et d'accroître la fermeté du gel, cette influence résultant à la fois de l'augmentation de la teneur en calcium ionique, de l'abaissement du pH et de l'augmentation de la teneur en calcium micellaire, un facteur déterminant de l'aptitude du lait à la coagulation par la présure (Pyne et Mc Gann, 1962; Flueller, 1978).

L'influence d'autres paramètres relevant des caractères originels est moins bien démontrée.

Ainsi, en ce qui concerne les dimensions des micelles, il a été longtemps admis que le temps de coagulation était plus long et la fermeté du gel moindre lorsque le diamètre moyen des micelles était faible (*eg* Kosikowski et Mocquot, 1958). Les études récentes tendent à remettre en cause cette relation et il semble, au contraire, que les petites micelles soient à l'origine d'un temps de coagulation plus court et de la formation d'un gel plus ferme que les grosses (Waagner-Nielsen *et al*, 1982; Niki et Arima, 1984; Chahed, 1985).

L'incidence de la composition des caséines n'est pas non plus clairement éta-

blie. D'après les travaux de Storry *et al* (1983) et de Grandison *et al* (1984a, b; 1985), il existe une corrélation assez étroite entre le temps de coagulation et la concentration en caséine β , alors que la fermeté du gel serait plus étroitement liée à la concentration en caséines α_s qu'à celle en caséines β ou κ . Ces résultats sont toutefois en contradiction avec ceux de Yun *et al* (1982) et de Pearse *et al* (1986), selon lesquels la teneur en caséine β détermine plus particulièrement la fermeté du gel. Il convient toutefois d'observer que les corrélations existant entre les concentrations des diverses fractions caséiniques et la teneur en caséine totale peuvent masquer la signification réelle des rapports entre la composition des caséines et l'aptitude du lait à la coagulation.

Ces dernières années, plusieurs équipes ont mis en évidence les relations entre la nature des variants génétiques des protéines et le comportement du lait vis-à-vis de la présure (Grosclaude, 1988). Il a été notamment observé que les laits contenant le variant B de la caséine β ont un temps de coagulation plus court (El Negoumy, 1972) et donnent des gels plus fermes (Losi *et al*, 1973) que ceux contenant les formes A, mais ce dernier point n'est pas confirmé dans des études plus récentes (*eg* Marziali et Ng-Kwai-Hang, 1986b). En revanche, la plupart des auteurs s'accordent pour reconnaître que le variant B de la caséine κ est associé à une fermeté de gel plus grande que le variant A (Tervala *et al*, 1985; Marziali et Ng-Kwai-Hang, 1986b), et cet effet se fait sentir même à teneurs en caséines égales (Ménard et Tusseau, 1986). Toutefois, il convient de relever l'existence d'une liaison génétique étroite entre les locus de structure des caséines, qui se traduit au niveau des populations par une association non aléatoire des allèles de ces locus, appelée haplotype, et ce phénomène rend

difficile l'interprétation de l'effet d'un seul variant (Grosclaude, 1988).

L'incidence des caractères rhéologiques du gel présure, notamment de sa fermeté, sur les rendements, est généralement reconnue par les fromagers, mais elle n'a pas toujours été vérifiée en fabrications expérimentales. Ainsi, plusieurs études relèvent une augmentation des pourcentages de récupération des caséines et de la matière grasse lorsque la fermeté du gel augmente au décaillage (eg Lombard, 1982; Okigbo *et al*, 1984; Mietton, 1986). En revanche, Banks et Muir (1984) n'observent pas de différences de rendement en fonction de la fermeté du coagulum.

Compte tenu de ces incertitudes, il nous a paru utile de chercher à préciser les relations entre les caractères physico-chimiques originels des laits, leur aptitude à la coagulation et leur comportement en microfabrications fromagères. Pour satisfaire cet objectif, le travail a comporté la réalisation, à partir de laits individuels n'ayant subi aucune modification notable, et sur un nombre suffisant d'échantillons, de 3 types de déterminations :

- une analyse physico-chimique précisant notamment la composition protéique et minérale, les caractéristiques de la structure micellaire et l'identité des génotypes des protéines;

- l'appréciation des aptitudes à la coagulation par la présure et à la coagulation acide par mesures rhéologiques;

- une appréciation du comportement en microfabrications de types «pâte pressée» et «pâte fraîche», par détermination des rendements.

À partir des données acquises, une analyse statistique a permis d'établir les relations entre les variables physico-chimiques et technologiques, et de préciser les poids relatifs des différents paramètres sur le comportement fromager.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Dispositif expérimental – échantillonnage et prélèvements

Afin de disposer d'échantillons présentant un maximum de variabilité de composition, 48 animaux du troupeau de Frisonnes Holstein de la ferme expérimentale de l'INA-Paris-Grignon ont été répartis dans le dispositif représenté tableau I à raison de 4 animaux pour chacune des 12 combinaisons des niveaux de 3 facteurs : taux de protéines, type d'alimentation, stade de lactation.

L'échantillon de lait analysé est un mélange de la traite complète du soir (conservée à 10 °C pendant environ 16 h), et de la traite complète du matin.

Tableau I. Dispositif expérimental.
Experimental framework.

<i>Facteur</i>	<i>Nombre de niveaux</i>	<i>Signification des niveaux</i>
Taux protéique	2	Bas < 30 g/l; haut > 30 g/l
Type d'alimentation	2	Hiver (apport de pulpes et de drèches) Été (apport de fourrage vert)
Stade de lactation	3	Début, milieu, fin

Une partie de ce mélange est écrémée à 45 °C; on ajoute un conservateur à la part de lait écrémé servant aux analyses physico-chimiques : l'azothrate de sodium, à la dose de 0,4%.

Un contrôle de la qualité hygiénique des prélèvements est systématiquement réalisé par dépistage des mammites, par la méthode CMT avec le Leucocost Rhône-Mérieux.

Détermination des caractères physico-chimiques

L'analyse physico-chimique a comporté les déterminations suivantes effectuées en double :

Le fractionnement et le dosage des matières azotées

Les dosages des protéines, des caséines, des protéines sériques et de la caséine soluble ont été effectués dans les conditions précisées par Remeuf *et al* (1989).

Les proportions relatives des caséines α_s , β et κ , ont été déterminées par FPLC, selon la technique mise au point par Guillou *et al* (1987). L'identité des variants génétiques des caséines et de la β -lactoglobuline a été établie selon les protocoles décrits par Wake et Baldwin (1961), Peterson (1963), et Peterson et Kopfler (1966).

Le dosage des matières salines

Les différentes formes de calcium (Ca total, Ca soluble et Ca ionisé) et de phosphore inorganique (Pi total et Pi soluble) ont été dosées dans les conditions décrites par Remeuf *et al* (1989).

Le citrate soluble a été dosé selon la méthode préconisée par Pierre et Brulé (1983).

La détermination des caractéristiques micellaires

Les dimensions des micelles ont été déterminées à l'aide de l'analyseur de particules Coultronics N4, par mesure du coefficient de diffusion et calcul d'après la loi de Stokes-Einstein

(Holt *et al*, 1975) dans les conditions opératoires précisées par Remeuf *et al* (1989).

Le degré d'hydratation des micelles a été estimé selon la méthode de Thompson *et al* (1969), par mesure de l'humidité du culot d'ultra-centrifugation à 80 000 *g* pendant 1 h à 20 °C.

Le pH

Le pH est mesuré par potentiométrie, à l'aide d'un appareil Metrohm 654.

Détermination des aptitudes à la coagulation et à l'égouttage

L'aptitude à la coagulation par la présure

Elle a été appréciée par la mesure du temps de coagulation, selon la technique de Berridge (1952) et par la détermination des caractères rhéologiques du gel, vitesse de raffermissement et fermeté maximale, à l'aide d'un viscosimètre de torsion de Plint (Burnett et Scott-Blair, 1963) dans une version automatisée, selon le modèle préconisé par Gervais et Vermeire (1983).

L'aptitude à l'égouttage du gel présure est déterminée par mesures de la teneur en eau du caillé centrifugé et du poids de sérum séparé par centrifugation.

Ces déterminations sont effectuées au pH originel des laits et à la température de 30 °C, avec une dose de présure de 25 ml/100 l (présure Boll à 520 mg/l de chymosine). Les modalités adoptées sont celles décrites par Remeuf *et al* (1989).

L'aptitude à la coagulation acide

Elle a été déterminée par appréciation du comportement rhéologique du gel lactique, à l'aide d'un viscosimètre rotatif Contraves type Rhéomat 115, appareil qui permet d'établir le «rhéogramme» caractéristique du comportement rhéologique de la substance, c'est-à-dire la courbe de la tension de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement dans la gamme des vitesses de 25 s⁻¹ à 3 710 s⁻¹.

On ajoute 30 mg de levain lyophilisé (Eurozyme type MA101) et 0,3 ml de présure liquide (présure Boll à 520 mg/l), diluée au 1/10 au lait (1 kg) porté à la température de 25 °C. Après une incubation de 20 h, le gel obtenu est brassé à vitesse constante élevée durant 1 min à l'aide d'un mixer. À partir du rhéogramme, on détermine 2 variables :

– l'indice de viscosité, la viscosité correspondant à la vitesse de cisaillement maximale, après stabilisation pendant 5 min;

– l'indice de comportement n déduit de l'équation décrivant le comportement du gel brassé. Cette équation a pour expression : $\tau = K\dot{\epsilon}^n$ (τ = tension de cisaillement, K = indice de consistance; $\dot{\epsilon}$ = vitesse du cisaillement).

La valeur de n est comprise entre 0 et 1, la valeur 1 caractérisant un comportement newtonien.

Détermination du comportement en microfabrications fromagères

Deux types de microfabrications ont été mis au point :

– une microfabrication de type pâte pressée;

– une microfabrication de type pâte fraîche. Le calcul des rendements corrigés a été effectué en prenant comme références des pourcentages de matière sèche, les valeurs 50 et 17 considérées comme représentatives de ces fabrications.

Microfabrication type pâte pressée

Le protocole de microfabrication adopté est présenté sur la figure 1.

Les microfabrications sont réalisées à l'aide d'une microcuve Guérin de 10 l, thermostatée, munie de dispositifs de découpage et de brassage du caillé. Deux essais sont réalisés sur chaque échantillon de lait. Les contrôles effectués sur le lait, le caillé et le lactosérum (fig 1) permettent d'établir les bilans matières de la fabrication (tableau II), notamment le rendement de manipulation (R_1) et le rendement en matière sèche, corrigé pour un extrait sec constant de 50 g pour 100 g (R_2) selon Maubois et Mocquot (1967). Une partie aliquote du lactosérum récupéré

après démoulage, est centrifugée à 37 000 *g* pendant 1 h à 20 °C. Le poids de matière sèche du culot de centrifugation, représente la perte en fines, exprimée en g de matière sèche de fines par kg de sérum.

Microfabrication type pâte fraîche

Le protocole de microfabrication est présenté sur la figure 2.

Deux essais sont réalisés sur chaque échantillon de lait. Les contrôles effectués sur le lait, le caillé et le lactosérum (fig 2) permettent d'établir les bilans de la fabrication avec le rendement de manipulation (R_1) et le rendement en matière sèche, corrigé pour un extrait sec constant, 17 g pour 100 g (R_2) (tableau II).

Traitement statistique des données

Les données relatives aux 48 échantillons de lait ont été traitées à l'aide du logiciel STAT-ITCF. Les traitements sont essentiellement effectués par l'étude de différents modèles de régression. La sélection des variables a été faite par la technique classique de sélection progressive; généralement, le seuil d'introduction a été fixé à 5%, plus rarement à 10%. Cela signifie que dans tous les modèles, les coefficients de régression partielle sont au moins significatifs au seuil de 10% et généralement à celui de 5%. Une attention toute particulière a été portée à l'examen des résidus des modèles, afin de détecter des observations suspectes ou trop influentes. (Pour des références plus précises sur cette modélisation, on pourra se reporter à Tomassone *et al*, 1983 ou à Tomassone, 1987).

(On trouvera, tableau III, la liste des variables mesurées et leurs abréviations).

RÉSULTATS - DISCUSSION

Répétabilité des résultats

Les essais de répétabilité relatifs aux méthodes de détermination de la composition

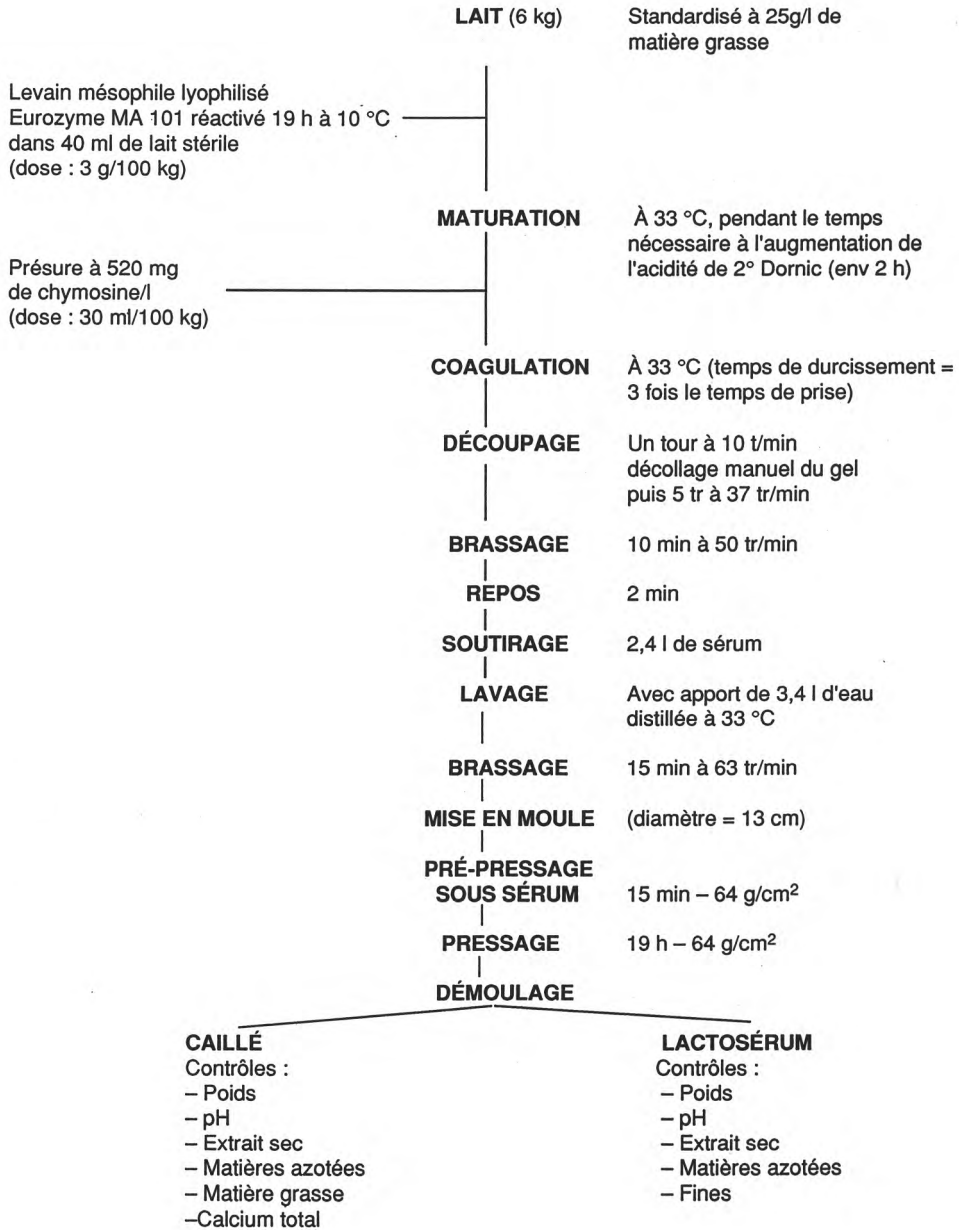


Fig 1. Protocole de microfabrication type «pâte pressée».
Diagram of pressed cheese micro-processing.

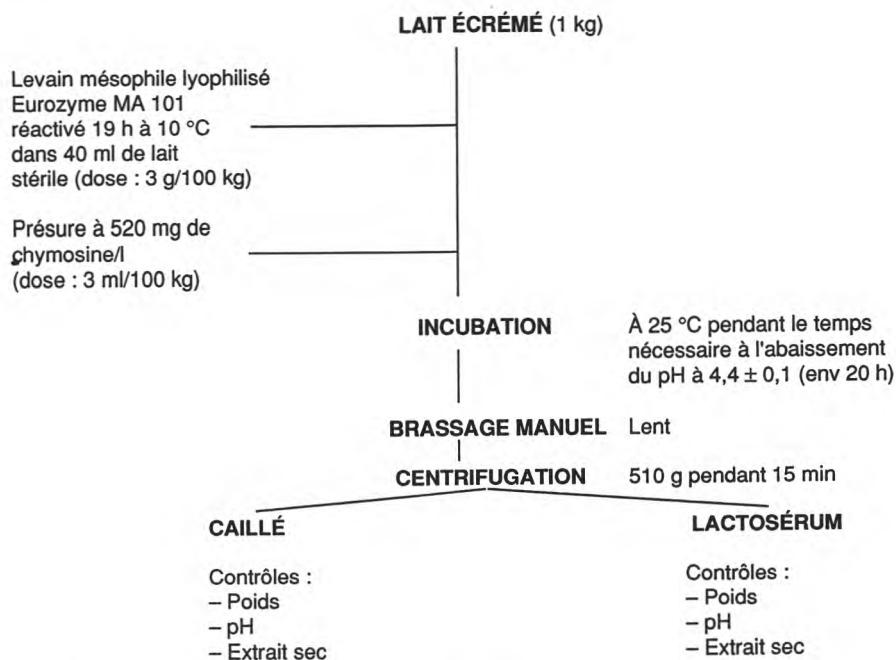


Fig 2. Protocole de micro-fabrication type «pâte fraîche».
Diagram of fresh cheese micro-processing.

physico-chimique des laits ont donné des résultats qui peuvent être considérés comme satisfaisants. Sur 6 déterminations, les coefficients de variation se situent entre 0,8 et 6%. Des coefficients de variation du même ordre de grandeur sont observés pour les méthodes de détermination de l'aptitude à la coagulation.

Des essais de répétabilité ont été également réalisés pour éprouver la fiabilité des microfabrications de types pâte pressée et pâte fraîche. Le tableau IV présente les résultats qui peuvent être considérés comme étant d'une répétabilité convenable.

Variabilité des caractères des échantillons

Variabilité des caractères physico-chimiques

Les résultats concernant les caractères physico-chimiques des 48 échantillons sont résumés tableau V. Pour chaque détermination, sont précisés : les valeurs minimale et maximale, la valeur moyenne et le coefficient de variation (noté *Cv* et exprimé en %).

Ces résultats se situent pour la plupart dans les intervalles de variation mention-

Tableau II. Calcul des rendements des microfabrications.

Calculation of cheese micro-processing yields.

$$R_1 = \frac{(P_c \times ES_c) + (P_s \times ES_s)}{(P_l \times ES_l)} \times 100$$

$$R_2 = \frac{P_c \times 50}{P_l \times ES_l} \times \frac{ES_c - ES_s}{50 - ES_s} \times 100$$

$$R'_2 = \frac{P_c \times 17}{P_l \times ES_l} \times \frac{ES_c - ES_s}{17 - ES_s} \times 100$$

$$R_3 = \frac{100 \times P_c}{P_l \times N_l} \times [N_c + N_s \times \left(\frac{ES_c - ES_s}{50 - ES_s} - 1 \right)]$$

R_1 : rendement de manipulation. R_2 : rendement en matière sèche de la fabrication de pâte pressée, corrigé pour un extrait sec constant (50 g pour 100 g). R'_2 : rendement en matière sèche de la fabrication de pâte fraîche, corrigé pour un extrait sec constant (17 g pour 100 g). R_3 : rendement en matières azotées de la fabrication de pâte pressée, corrigé pour un extrait sec constant (50 g pour 100 g). P_l : poids du lait en g. P_c : poids du caillé en g. P_s : poids du lactosérum en g. ES_l : extrait sec du lait en g pour 100 g. ES_c : extrait sec du caillé en g pour 100 g. ES_s : extrait sec du lactosérum en g pour 100 g. N_l : teneur en azote du lait en g pour 100 g. N_c : teneur en azote du caillé en g pour 100 g. N_s : teneur en azote du sérum en g pour 100 g.

R_1 : yield of manipulation. R_2 : yield in dry matter from production of pressed paste, corrected for a constantly dry extract (50 g for 100 g). R'_2 : yield in dry matter from production of fresh paste, corrected for a constantly dry extract (17 g for 100 g). R_3 : yield in nitrogenous matter from production of pressed paste, corrected for a constantly dry extract (50 g for 100 g). P_l : weight of milk in g. P_c : weight of curdled milk in g. P_s : weight of wheys in g. ES_l : dry extract of milk in g for 100 g. ES_c : dry extract of curdled milk in g for 100 g. ES_s : dry extract of wheys in g for 100 g. N_l : content of nitrogenous matter of milk in g for 100 g. N_c : content of nitrogenous matter of curdled milk in g for 100 g. N_s : content of nitrogenous matter of serum in g for 100 g.

nés dans la littérature (eg Jenness et Patton, 1959; Alais, 1984). Il convient cependant de relever l'exception de 2 échantillons dont les teneurs en protéines sont

anormalement faibles (14,8 et 19,3 g/l) et l'intervalle de variation particulièrement large concernant les proportions de caséines solubles.

Si l'on fait abstraction de ce dernier paramètre, on notera que les valeurs des Cv sont le plus souvent comprises entre 10 et 25%.

Les proportions relatives des fractions caséiniques α_s , β et κ , exprimées en %, de la somme $\alpha_s + \beta + \kappa$, présentent des valeurs moyennes voisines des données de la littérature (Schmidt, 1980; Swaisgood, 1982).

On relève cependant que la proportion de caséine κ est un peu plus faible que celle généralement admise (eg Schmidt, 1980) et que son intervalle de variation, d'amplitude 1 à 2, est particulièrement élevé.

Les fréquences de distribution des variants génétiques des protéines dans les échantillons étudiés concordent avec celles signalées par Swaisgood (1982) pour la race Frisonne-Holstein (tableau VI), avec toutefois un léger écart pour la β -lactoglobuline.

Variabilité des caractères technologiques

Les Cv des paramètres caractéristiques de l'aptitude à la coagulation par la présure sont élevés, compris entre 33 et 50% (tableau VII); ils permettent ainsi de bien différencier le comportement des laits.

Pour ce qui concerne les microfabrications de type pâte pressée, on peut observer que les paramètres relevant essentiellement de la technologie, pH et pourcentage d'extrait sec du caillé par exemple, connaissent des valeurs moyennes normales pour ce type de pâte, et des Cv faibles; en revanche, ceux qui sont influencés par la qualité du lait de fa-

Tableau III. Liste des variables et des abréviations.
List of variables and abbreviations.

<i>Abréviation</i>	<i>Explication</i>
<i>Déterminations effectuées sur le lait et les gels</i>	
ANP	Proportion d'azote non protéique (% N total)
Ca ionisé	Concentration en calcium ionique (mg/l)
Ca colloïdal	Concentration en calcium colloïdal (mg/l)
Ca soluble	Concentration en calcium soluble (mg/l)
Ca total	Concentration en calcium total (mg/l)
Caséine κ	Proportion de caséine κ (%)
Caséine sol	Proportion de caséine soluble (% caséines tot)
Caséine β	Proportion de caséine β (%)
Caséines tot	Concentration en caséines totales (g/l)
Caséines α_s	Proportion de caséines α_s (%)
Cit soluble	Concentration en citrate soluble (mM/l)
Diam micelles	Diamètre moyen des micelles (nm)
Fermeté du gel	Fermeté maximale du gel présure (unités arbitraires ua)
Humid caillé centr	Humidité du caillé présure centrifugé (g eau/100 g MS)
Hydr micelles	Degré d'hydratation des micelles (g eau/g MS)
Indice comportement	Indice de comportement du gel lactique
Indice viscosité	Indice de viscosité du gel lactique (mPa.s)
Min° calcique	Minéralisation calcique des micelles = Ca colloïdal/caséines tot (mg/g)
Pi colloïdal	Concentration en phosphore inorganique colloïdal (mg/l)
Pi soluble	Concentration en phosphore inorganique soluble (mg/l)
Pi total	Concentration en phosphore inorganique total (mg/l)
Poids sérum égoutté	Poids de sérum égoutté (g pour 20 ml de lait)
Protéines	Concentration en protéines (g/l)
Temps de prise	Temps de prise (min)
Variant κ A	Variant A de la caséine κ
Variant κ B	Variant B de la caséine κ
Variant β A2	Variant A2 de la caséine β
Variant β -lacto A	Variant A de la β -lactoglobuline
Variant β -lacto B	Variant B de la β -lactoglobuline
Vitesse de raff du gel	Vitesse de raffermissement du gel présure (ua)
<i>Déterminations effectuées sur le caillé et le lactosérum des microfabrications</i>	
Ca total caillé	Teneur en calcium total du caillé (g Ca/100 g MS caillé)
Coeff récup MA	Coefficient de récupération des matières azotées (%)
Coeff récup MS	Coefficient de récupération de la matière sèche (%)
ES caillé	Extrait sec du caillé (%)
Gras/sec	Teneur en matière grasse du caillé (g MG/100 g MS caillé)
HFD	Humidité du fromage dégraissé (g eau/100 g caillé dégraissé)
pH caillé	pH du caillé
Poids fines	Pertes en fines dans le sérum (g MS fines/kg sérum)

Tableau IV. Répétabilité des microfabrications (*Cv* = coefficient de variation).
Repeatability of cheese micro-processing (Cv = coefficient of variation).

Variable considérée	Pâtes pressées (n = 6)		Pâtes fraîches (n = 12)	
	Valeur moyenne	Cv (%)	Valeur moyenne	Cv (%)
Poids de caillé (g)	506	4,1	282	2,6
pH du caillé	5,19	0,9	4,29	0,5
Extrait sec du caillé (%)	50,9	3,5	17,47	1,5
Rapport Gras/sec (%)	42,4	4,1	nd*	nd*
Humidité du fromage dégraissé (%)	62,9	3,8	nd*	nd*

* nd : non déterminé.

* nd : not determined.

Tableau V. Variabilité des caractères physico-chimiques des laits individuels étudiés.
Variability of physico-chemical characteristics in individual milks.

Variables	Valeurs extrêmes		Moyenne	Cv (%)
Protéines	19,3	38,1	30,7	13,5
Caséines tot	15,1	32,4	25,0	14,5
Caséine sol	0,5	11,5	3,9	63,8
ANP	4,1	10,0	5,9	21,3
Caséines α_s	43,6	54,6	50,7	4,5
Caséine β	35,0	47,2	39,9	6,2
Caséine κ	6,9	14,0	9,7	17,4
Ca total	942	1 521	1 154	11,3
Ca colloïdal	604	1 062	749	14,9
Ca soluble	298	632	405	14,1
Ca ionisé	63	150	103	18,0
Pi total	431	1 209	683	22,4
Pi colloïdal	106	490	259	31,5
Pi soluble	274	799	424	24,3
Cit soluble	4,70	9,2	6,5	20,1
Hydr micelles	1,60	2,5	2,1	10,9
Diam micelles	142	229	175	11,7
pH	6,37	6,79	6,63	1,5

Tableau VI. Fréquence de distribution des variants génétiques des protéines.
Frequencies of protein genetic variants.

	Fréquence des variants (%)	Race Holstein-Frisonne *
<i>Caséine α_{s1}</i>		
Variant A	0	0 – 5
Variant B	97,9	87 – 99
Variant C	2,1	1 – 8
Variant D	0	0
<i>Caséine β</i>		
Variant A1	58,3	31 – 66
Variant A2	37,5	24 – 62
Variant A3	1	1 – 5
Variant B	3,1	1 – 6
Variant C	0	0 – 0,1
Variant D	0	0
<i>Caséine κ</i>		
Variant A	75,5	75 – 85
Variant B	24,5	15 – 25
<i>β-lactoglobuline</i>		
Variant A	41,1	46 – 50
Variant B	58,9	50 – 54
Variant C	0	0

* Référence Swaisgood (1982)

brication, telles les pertes de fines dans le sérum ou le rendement fromager, subissent des variations sensibles.

Les mêmes remarques peuvent être faites au sujet de la variabilité des paramètres de la coagulation acide et de la microfabrication de pâte fraîche. Les Cv des caractères rhéologiques du gel et du rendement en matière sèche sont relativement élevés (tableau VIII).

On peut ainsi observer que le plan d'échantillonnage a permis de disposer de laits de composition et de caractères physico-chimiques suffisamment différents pour mettre en évidence des variations si-

gnificatives des paramètres caractéristiques de leurs aptitudes fromagères.

Relations entre variables physico-chimiques

Le tableau IX présente les corrélations les plus significatives concernant les variables physico-chimiques.

La concentration en caséines est fortement corrélée à la teneur en protéines, et le pourcentage de caséines par rapport aux protéines totales, égal en moyenne à 81,5%, varie peu (Cv = 3,9%). Aussi, les corrélations impliquant la teneur en protéines sont probablement indirectes par rapport à celles qui concernent la teneur en caséines.

Les proportions relatives des différentes caséines ne sont pas indépendantes puisque la somme $\alpha_s + \beta + \kappa = 100$; ainsi, toutes les interprétations ultérieures doivent se faire en tenant compte de cette contrainte. En revanche, aucune liaison n'est observée entre la teneur en caséines et les proportions relatives des différentes fractions. Il n'est pas non plus relevé de corrélation entre la nature des variants génétiques et la concentration en caséines, contrairement aux observations de plusieurs auteurs (Mariani *et al*, 1976, 1979; Buchberger *et al*, 1982; Mc Lean *et al*, 1982, 1984; Ng-Kwai-Hang *et al*, 1984, 1986; Ménard et Tusseau, 1986). Toutefois, il apparaît que la nature des variants de la caséine κ est associée à des variations dans les proportions des fractions caséiniques : le variant B de la caséine κ est associé à des laits riches en caséine κ ($r = +0,59$) et pauvres en caséines α_s ($r = -0,51$). Ces résultats, en contradiction apparente avec plusieurs études, peuvent s'expliquer par le mode d'expression des fractions caséiniques, en pourcentage de

Tableau VII. Variabilité des paramètres de la coagulation présure et de la microfabrication de pâte pressée.*Variability of renneting and pressed cheese micro-processing parameters.*

Variabes	Valeurs extrêmes		Moyenne	Cv (%)
Temps de prise	3,50	17,8	10,2	32,2
Vitesse de raff du gel	0,60	5,5	2,7	42,8
Fermeté du gel	42	179	96,7	30,1
Humid caillé centrifugé	162	369	241	16,8
Poids sérum égoutté	16,30	18,6	17,8	3,0
Poids fines	7,1	40,0	10,6	44,3
pH caillé	4,97	5,25	5,12	1,6
ES caillé	44,7	51,5	48,2	3,3
Gras/sec	35,4	46,6	39,5	8,2
Humidité du fromage dégraissé	61,5	67,7	64,1	2,2
Ca total caillé	1,2	1,8	1,5	10,8
Coeff récup MS	31,9	44,9	39,7	6,9
Coeff récup MA	58,2	81,5	69,7	8,2

Tableau VIII. Variabilité des paramètres de la coagulation acide et de la microfabrication de pâte fraîche.*Variability of acid coagulation and fresh cheese micro-processing parameters.*

Variabes	Valeurs extrêmes		Moyenne	Cv (%)
Indice viscosité	2,5	4,3	3,3	14,3
Indice comportement	0,5	1,1	0,8	17,4
pH caillé	4,30	4,52	4,40	1,2
ES caillé	14,7	20,6	17,7	6,5
Coeff récup MS	32,3	49,7	41,6	9,4

la caséine totale et non en concentration; toutefois, le faible nombre d'observations doit inciter à la prudence.

Parmi les corrélations observées entre les fractions salines, on peut relever celles

concernant les concentrations en calcium colloïdal et en phosphore inorganique colloïdal ($r = +0,41$), les concentrations en calcium soluble et en citrate soluble ($r = +0,50$). Cette dernière corrélation est en accord avec les observations faites par Holt et Muir (1979).

Les corrélations relatives aux caractéristiques de la structure micellaire sont intéressantes à souligner. Le degré de minéralisation calcique des micelles est corrélé négativement à la concentration en caséines ($r = -0,62$), mais positivement à la proportion des caséines α_s ($r = +0,33$), fractions qui, du fait de leur richesse en groupements phosphoséryls, ont le pouvoir de fixation de calcium le plus élevé. Le diamètre moyen des micelles est corrélé négativement à la proportion de caséine κ ($r = -0,45$), une liaison déjà bien connue, positivement à celle en caséines α_s ($r = +0,51$). Quant à leur degré d'hydratation, il est lié négativement à la proportion

Tableau IX. Corrélations entre les variables physico-chimiques.*Correlations between physico-chemical variables.*A : Protéines; B : caséine tot; C : caséine sol; D : caséines α_s ; E : caséine β ; F : variant kb; G : Hydr micelles; H : Diam micelles; I : Ca colloïdal; J : Min° calcique; K : Ca soluble.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
Caséines tot	0,96										
ANP	-0,39										
Caséine sol	0,38	0,41									
Caséines α_s					-0,42	-0,51					
Caséine κ				-0,46	-0,32	0,59		-0,45			
Hydr micelles	0,37	0,39	0,45	-0,42							
Diam micelles			-0,36	0,51		-0,56	-0,34				
Ca colloïdal	0,43	0,32						0,43			
Min° calcique	-0,56	-0,62	-0,37	0,33			-0,55		0,52		
Ca soluble		-0,30								0,38	
Pi colloïdal								0,35	0,41		
Pi soluble			0,31								
Cit soluble	-0,37						-0,43				0,50
pH							0,42				

NB : les coefficients de corrélation indiqués sont significativement différents de 0 au seuil $\alpha = 5\%$ NB : the correlation coefficients indicated differ significantly from 0 at the threshold level of $\alpha = 5\%$.

de caséines α_s ($r = -0,42$) et à la minéralisation calcique ($r = -0,55$). Compte tenu des données peu nombreuses dans la littérature concernant les caractéristiques micellaires et leurs incidences majeures au plan de la stabilité du système colloïdal, il est intéressant de rechercher par régression multiple quelles sont les variables physico-chimiques les plus déterminantes (équations [1] et [2]).

$$\text{Diam micelles} = 3,26.(\text{Caséines } \alpha_s) + 0,055.(\text{Ca colloïdal}) - 1,77.(\text{Caséine sol}) - 3,55.(\text{Cit soluble}) - 0,74 \quad (R = 0,67) \quad [1]$$

$$\text{Hydr micelles} = -0,019.(\text{Min}^\circ \text{ calcique}) - 0,083.(\text{Cit soluble}) + 0,055.(\text{ANP}) - 0,0029.(\text{Diam micelles}) + 0,0011.(\text{Ca soluble}) + 2,91 \quad (R = 0,75) \quad [2]$$

L'équation de régression du diamètre moyen des micelles [1] montre que les dimensions des particules sont corrélées po-

sitivement avec la proportion de caséines α_s et la teneur en calcium colloïdal, et négativement avec la concentration en citrate soluble. Ce sont là des résultats en accord avec les observations de certains auteurs (Niki et Arima, 1984; Donnelly *et al*, 1984). La corrélation négative observée avec la proportion de caséine soluble est normale, ces deux paramètres traduisant l'état de dispersion de la suspension colloïdale.

L'équation de régression du degré d'hydratation des micelles [2] met en évidence l'influence de la minéralisation calcique, laquelle est à l'origine d'une diminution de la polarité des caséines, et par suite d'une réduction de leur hydratation. La relation inverse entre la minéralisation des micelles et leur solvation a été signalée antérieurement par Sood *et al* (1979).

D'autres variables apparaissent également dans l'équation [2]. La corrélation négative entre le diamètre des micelles et

leur degré d'hydratation, déjà observée par divers auteurs, peut s'expliquer par la richesse en caséine κ et le rapport surface/volume, les petites micelles plus riches en caséines κ ont un degré d'hydratation superficielle plus élevé.

Relations entre les variables physico-chimiques et les paramètres caractéristiques des aptitudes fromagères en fabrication de pâte pressée

Le tableau X présente les corrélations significatives entre les variables physico-chimiques et les paramètres caractéristiques des aptitudes fromagères en fabrication de pâte pressée.

Le temps de prise paraît être plus particulièrement influencé par le pH ($r = + 0,52$) et par la teneur en calcium soluble ($r = -0,41$) et ionique ($r = -0,37$). La fermeté maximale du gel semble dépendre principalement de la teneur en caséines ($r = + 0,48$), des proportions de caséines α_s ($r = -0,51$) et β ($r = + 0,39$) et du diamètre moyen des micelles ($r = -0,38$); la vitesse de raffermissement du gel est notamment influencée par les proportions relatives des caséines α_s ($r = -0,54$) et κ ($r = + 0,42$) et par les dimensions des micelles ($r = -0,46$). On relèvera que la fermeté du gel et sa vitesse de raffermissement sont plus faibles dans les laits contenant de fortes proportions de caséines α_s et des micelles de dimensions moyennes élevées. Par

Tableau X. Corrélations entre variables physico-chimiques et paramètres de la coagulation présure. *Correlations between physico-chemical variables and renneting parameters.*

	Temps de prise	Vitesse de raff du gel	Fermeté du gel	Humid caillé centr	Poids sérum égoutté	Coeff récup MS	Poids fines
Protéines	0,38		0,44		-0,65	0,67	0,54
Caséines tot	0,39	0,33	0,48		-0,65	0,67	0,45
ANP		-0,30			0,32		
Caséine sol		0,48	0,38			0,45	
Caséines α_s		-0,54	-0,51			-0,52	
Caséine β			0,39	-0,35		0,30	
Caséine κ		0,42					
Variant β A2	0,42						
Variant κ A			-0,37				
Variant κ B	-0,43	0,50	0,40			0,40	
Variant β -lacto B			0,30			0,33	
Diam micelles		-0,46	-0,38				
Hydr micelles		0,36				0,43	
Min° calcique	-0,37					-0,41	
Ca colloïdal					-0,47		0,34
Ca soluble	-0,41						
Ca ionisé	-0,37						
pH	0,52						0,36

NB : les coefficients de corrélation indiqués sont significativement différents de 0 au seuil $\alpha = 5\%$.

NB : the correlation coefficients indicated differ significantly from 0 at the threshold level of $\alpha = 5\%$.

ailleurs, l'incidence favorable du variant B de la caséine κ se trouve confirmée.

L'aptitude à l'égouttage, appréciée par le poids de sérum égoutté par centrifugation, est liée plus particulièrement aux teneurs en caséines et en calcium colloïdal. Les corrélations négatives observées ont été mises en évidence dans d'autres travaux (Storry *et al*, 1983; Remeuf *et al*, 1989). Elles sont dues probablement au fait qu'un lait riche en caséines contient moins d'eau; aussi, la quantité de lactosérum susceptible d'être libérée à partir d'un volume donné, sera moindre. L'influence du calcium colloïdal s'explique par la liaison positive entre cette variable et la concentration en caséines. Peuvent également intervenir les caractères du gel formé, qui est doté d'une capacité de rétention du sérum d'autant plus grande qu'il est plus ferme.

En ce qui concerne le rendement en microfabrication de pâte pressée, on peut observer que les caractères physico-chimiques qui semblent être les plus déterminants sont la teneur en caséines ($r = +0,67$) et les proportions de caséines α_s ($r = -0,52$), une faible proportion de caséines α_s étant un facteur améliorant la récupération de la matière sèche.

Le variant B de la caséine κ a également un effet positif sur le rendement ($r = +0,40$), ce qui rejoint les observations d'autres auteurs (Schaar, 1985; Ménard et Tusseau, 1986; Marziali et Ng-Kwai-Hang, 1986a).

L'analyse par régression multiple permet de mieux apprécier les poids respectifs des différentes variables physico-chimiques sur l'aptitude à la coagulation par la présure (équations [3]-[7] et résumé tableau XI).

L'équation de régression du temps de prise [3] confirme l'influence du pH et de la teneur en calcium soluble; elle met en

outre en évidence celle des caractères et de la composition des micelles : l'augmentation du diamètre moyen se traduit par un allongement du temps de prise, et celle de la proportion de caséine β ou de la minéralisation calcique, par une réduction.

$$\begin{aligned} \text{Temps de prise} = & 16,2 \cdot \text{pH} + 0,054 \cdot (\text{Diam micelles}) - 0,452 \cdot (\text{Caséine } \beta) \\ & - 0,179 \cdot (\text{Min}^\circ \text{ calcique}) - 0,014 \cdot (\text{Ca soluble}) - 77,3 \quad (R = 0,77) \quad [3] \end{aligned}$$

On notera que la relation entre le diamètre des micelles et le temps de prise a déjà été relevée par divers auteurs (Ekstrand *et al*, 1981; Waagner-Nielsen *et al*, 1982; Niki et Arima, 1984; Ford et Grandison, 1986). Il en est de même de la corrélation négative (mentionnée tableau X) entre le temps de prise et le variant B de la caséine κ (El-Negoumy, 1972; Mariani *et al*, 1976; Schaar, 1984, 1985; Ménard et Tusseau, 1986).

L'équation de régression de la vitesse de raffermissement des gels [4] montre que les variables physico-chimiques déterminantes sont les proportions relatives de caséines α_s , les dimensions et le degré de minéralisation des micelles, le pH. Avec l'augmentation de la proportion de caséines α_s , il y a diminution de la vitesse de raffermissement du gel, un effet qui pourrait être lié à l'influence de cette variable sur le diamètre moyen des micelles.

$$\begin{aligned} \text{Vitesse de raff} = & -0,231 \cdot (\text{Caséines } \alpha_s) + 0,0037 \cdot (\text{Ca colloïdal}) + 0,142 \cdot (\text{Caséine sol}) \\ & - 0,019 \cdot (\text{Diam micelles}) - 2,6 \cdot \text{pH} + 31,4 \quad (R = 0,76) \quad [4] \end{aligned}$$

L'incidence de la proportion de caséines solubles est probablement, elle aussi, indirecte; elle peut en effet découler des corrélations avec les dimensions des micelles et (ou) la teneur en caséines (tableau IX), la relation entre la teneur en caséines et la vi-

Tableau XI. Synthèse des modèles de régression. R : coefficient de détermination (* : niveau 10%, sinon 5%); s : écart type de l'échantillon, des observations; s_r : écart type résiduel du modèle; p : nombre de régresseurs du modèle; n : nombre d'observations prises en compte.

Summary of regression models. R : determination coefficient (*: level 10% or 5%). s : standard deviation of sample of observations. s_r : standard deviation of residual of the model. p : number of regression of the model. n : number of observations.

N° Équation	Variable expliquée	s	s_r	R	p	n
1	Diam micelles	19,4	15,1	0,67*	4	43
2	Hydr micelles	0,224	0,158	0,75	5	43
3	Temps de prise	3,28	2,21	0,77	5	45
4	Vitesse de raff du gel	1,34	0,93	0,76	5	43
5	Fermeté du gel	32,1	20,4	0,80	4	46
9	Indice viscosité	0,44	0,24	0,85	1	38
10	Indice comportement	0,147	0,104	0,75*	4	36
6	Coeff	2,78	1,64	0,83	4	44
8	récup	2,76	1,70	0,79	1	45
11	MS	3,82	1,72	0,90	2	40
12		3,88	2,01	0,86	2	38
7	Coeff récup MA	5,69	4,04	0,74	4	42

tesse de raffermissement du gel ayant été souvent observée (Storry et Ford, 1982; Okigbo *et al*, 1985a; Tervala *et al*, 1985; Marziali et Ng-Kwai-Hang, 1986b). Quant aux effets favorables de l'accroissement de la concentration en calcium colloïdal et de la diminution du pH, ils sont déjà bien connus.

L'équation de régression de la fermeté maximale du gel [5] confirme l'influence dominante de la teneur en caséines et celle des dimensions des micelles, déjà relevées dans le tableau X. Il apparaît ainsi bien établi que les laits contenant de petites micelles donnent des gels plus fermes; un résultat qui est en accord avec les observations de plusieurs études récentes (Niki et Arima, 1984; Chahed, 1985; Ford et Grandison, 1986).

Fermeté du gel = 6,32. (Caséines tot) - 0,75.(Diam micelles) + 3,00.(Min° calcique) + 5,04. (Caséine β) - 224 ($R = 0,8$) [5]

La liaison positive entre la fermeté du gel et la minéralisation calcique des mi-

celles est connue (Jen et Ashworth, 1970; Lombard, 1982; Storry *et al*, 1983; Grandison *et al*, 1984b; Mc Mahon *et al*, 1984; Okigbo *et al*, 1985c). Quant à la liaison partielle positive entre la fermeté du gel et la proportion de caséine β , elle peut paraître en contradiction avec certains travaux (*eg* Marziali et Ng-Kwai-Hang, 1986b) qui ont noté une augmentation de la fermeté du gel avec l'augmentation de la concentration en caséines α_s , mais dans le cas présent, le modèle intègre 4 variables, et le mode d'expression des caséines en pourcentage relatif est différent de celui adopté dans les travaux précités. D'ailleurs, d'autres auteurs ont également mis en évidence l'influence positive de la caséine β sur les caractères rhéologiques du gel présure (Yun *et al*, 1982; Pearse *et al*, 1986). Celle-ci pourrait s'expliquer par le rôle majeur attribué à la caséine β dans la fixation du phosphate de calcium colloïdal et la structuration de la micelle (Rose, 1969), un rôle que suggère le parallélisme observé lors du refroidissement du lait

dans la solubilisation de la caséine β et la migration du phosphate de calcium micellaire (Pierre et Brulé, 1981).

On peut cependant se demander si, dans la présente étude, la moins bonne aptitude technologique des laits à faible teneur en caséine β n'est pas la conséquence d'une dégradation partielle de celle-ci, par action de la plasmine. Bien que nos analyses ne permettent pas de vérifier ce point, il convient de souligner que les échantillons de lait ont été prélevés et traités dans des conditions limitant au maximum les altérations enzymatiques. L'absence de différence significative dans la proportion de caséine β entre les laits de début, de milieu et de fin de lactation, dont les activités plasmine peuvent être différentes conforte l'hypothèse d'une faible incidence de la protéolyse.

L'équation de régression, relative au coefficient de récupération de la matière sèche [6] montre que celui-ci semble être plus particulièrement influencé par les paramètres qui déterminent l'aptitude à la coagulation par la présure : la teneur en caséines, les proportions de caséines α_s , le degré de minéralisation calcique des micelles et leur diamètre moyen, qui inter-

viennent sur la cinétique de coagulation ou les caractéristiques rhéologiques du gel.

$$\text{Coeff récup MS} = 0,604.(\text{Caséines tot}) + 0,175.(\text{Min}^\circ \text{ calcique}) - 0,397.(\text{Caséines } \alpha_s) - 0,031.(\text{Diam micelles}) + 44,7 \quad [6]$$

$(R = 0,83)$

Les influences de la teneur en caséines et de la minéralisation des micelles sont connues, et elles ont été observées par divers auteurs (*eg* Mocquot *et al*, 1954; Storry *et al*, 1983). La mise en évidence de l'intervention des proportions relatives de caséines, et plus particulièrement de l'effet négatif des caséines α_s , est plus originale; il est possible que ce paramètre, qui est corrélé à la fermeté du gel, agisse, au moins en partie, par le canal de son influence sur les dimensions des micelles. L'équation [7] relative au rendement en matières azotées confirme l'incidence de la composition des caséines et l'effet favorable de l'accroissement de la proportion de caséine β .

$$\text{Coeff récup MA} = 0,762.(\text{Caséines tot}) + 0,131.(\text{Ca ionisé}) + 0,764.(\text{Caséine } \beta) + 0,013.(\text{Pi soluble}) + 0,74 \quad [7]$$

$(R = 0,74)$

Tableau XII. Corrélations entre les paramètres de la coagulation par la présure.
Correlations between renneting parameters.

	Temps de prise	Vitesse de raff du gel	Fermeté du gel	Humid caillé centr	Poids sérum égoutté
Vitesse de raff du gel	-0,44				
Fermeté du gel		0,80			
Poids sérum égoutté				-0,63	
Coeff récup MS		0,70	0,79		-0,50
Poids fines	0,39				-0,51

NB : les coefficients de corrélation indiqués sont significativement différents de 0 au seuil $\alpha = 5\%$.

NB : the correlation coefficients indicated differ significantly from 0 at the threshold level of $\alpha = 5\%$.

Compte tenu des corrélations étroites qui existent entre le rendement fromager et le comportement du lait vis-à-vis de la présure (tableau XII), il était intéressant de préciser ces relations.

L'équation de régression reliant le coefficient de récupération de la matière sèche aux paramètres caractéristiques de la coagulation [8] confirme que la fermeté maximale du gel représente un critère d'appréciation des aptitudes fromagères des laits particulièrement significatif.

Coeff récup MS = 0,075. (Fermeté du gel) + 32,4 ($R = 0,79$) [8]

Relations entre les variables physico-chimiques et les paramètres caractéristiques des aptitudes fromagères en fabrication de pâte fraîche

Le tableau XIII présente les corrélations significatives entre les variables physico-chimiques et les paramètres caractéristiques des aptitudes fromagères en fabrication de pâte fraîche.

L'indice de viscosité est plus particulièrement influencé par la teneur en caséines et par certaines caractéristiques micellaires, l'hydratation et la minéralisation calcique notamment.

Quant au rendement en microfabrication de pâte fraîche, il apparaît être surtout influencé positivement par la teneur en caséines et le degré d'hydratation des micelles, et négativement par la minéralisation calcique de celles-ci.

L'analyse par régression multiple apporte certaines informations supplémentaires (équations [9]-[12] et tableau XI).

L'équation de régression de l'indice de viscosité des gels [9], confirme que cette caractéristique est avant tout déterminée par la teneur en caséines.

Indice viscosité = 0,116. (Caséines tot) + 0,273 ($R = 0,85$) [9]

L'équation de régression de l'indice de comportement [10] montre que sa valeur augmente lorsque les concentrations en caséines et en citrate soluble diminuent et lorsque les valeurs du diamètre moyen et

Tableau XIII. Corrélations entre les variables physico-chimiques et les paramètres de la coagulation acide.

Correlations between physico-chemical variables and acid coagulation parameters.

	Indice viscosité	Indice comportement	Coeff récup MS
Protéines	0,77		0,85
Caséines tot	0,85		0,88
Caséine sol	0,57		0,43
Variant β -lacto A		0,42	
Variant β -lacto B			0,36
Hydr micelles	0,39	0,34	0,42
Min° calcique	-0,42		-0,49
Ca ionisé		-0,34	-0,38
Cit soluble		-0,53	

NB : les coefficients de corrélation indiqués sont significativement différents de 0 au seuil $\alpha = 5\%$.

NB : the correlation coefficients indicated differ significantly from 0 at the threshold level of $\alpha = 5\%$.

du degré d'hydratation des micelles augmentent.

Indice comportement = $-0,051$. (Cit soluble) + $0,302$. (Hydr micelles) + $0,003$. (Diam micelles) - $0,011$. (Caséines tot) + $0,353$ ($R = 0,75$) [10]

L'équation de régression du coefficient de récupération de la matière sèche [11] fait apparaître deux paramètres physico-chimiques particulièrement déterminants : la teneur en caséines et la proportion de caséine β .

Coeff récup MS = $1,04$. (Caséines tot) + $0,251$. (Caséine β) + $5,15$ ($R = 0,90$) [11]

Le rendement en matière sèche, exprimé en fonction des paramètres de l'aptitude à la coagulation acide, se traduit par l'équation [12] :

Coeff récup MS = $7,25$. (Indice viscosité) + $5,59$. (Indice comportement) + $13,4$ ($R = 0,86$) [12]

À priori, cette équation peut surprendre dans la mesure où les indices de viscosité et de comportement interviennent avec le même signe, alors que ces 2 paramètres varient en sens inverse; sa validité a pu cependant être vérifiée sur des échantillons de laits individuels analysés dans les mêmes conditions que ceux qui ont servi à son calcul.

CONCLUSION

À partir d'échantillons de laits individuels, choisis selon un plan faisant intervenir plusieurs facteurs de variation, il a été procédé à la détermination des caractères physico-chimiques, de l'aptitude à la coagulation et du comportement en micro-fabrications fromagères.

Le traitement statistique des données a permis d'établir des liaisons entre variables et de sélectionner les paramètres physico-chimiques dont l'influence sur les aptitudes fromagères sont les plus grandes.

Les laits étudiés présentent une grande variabilité de composition dans les teneurs en caséines, en azote non protéique, en calcium soluble, ainsi que dans les proportions relatives des caséines et les caractéristiques micellaires : degré d'hydratation et diamètre moyen. Cette variabilité, qui justifie *a posteriori* le plan d'échantillonnage, permet de bien mettre en évidence l'incidence des caractères physico-chimiques sur le comportement technologique des laits.

Certaines relations entre les variables physico-chimiques ont pu être établies; s'il en est qui sont déjà bien connues (teneurs en protéines et en caséines, teneurs en caséines et en calcium colloïdal, proportions de caséine κ et dimensions des micelles), d'autres sont moins évidentes. Il en est ainsi, par exemple, de la liaison positive entre le pourcentage de caséines α_s et la dimension des micelles.

L'identification des variants génétiques des caséines a permis de mettre en évidence les relations associant le variant B de la caséine κ à l'accroissement de la proportion de caséine κ et à la diminution du pourcentage des caséines α_s ainsi qu'à celle du diamètre moyen des micelles.

La grande variabilité de composition se traduit par une variabilité également grande dans le comportement vis-à-vis de la présure, et des corrélations significatives sont observées entre variables physico-chimiques et technologiques. Parmi les plus intéressantes, on citera les liaisons positives entre la fermeté du gel et la teneur en caséines ou la proportion de caséine β , les corrélations négatives entre cette variable rhéologique et la proportion de caséines α_s , ou la dimension des mi-

celles. La vitesse de raffermissement, quant à elle, est corrélée négativement avec le pourcentage de caséines α_s et le diamètre moyen des micelles, et positivement avec la proportion de caséine κ .

On voit ainsi que parmi les paramètres qui déterminent l'aptitude du lait à la coagulation par la présure, figurent outre la teneur en caséines, les teneurs en calcium colloïdal et ionisé, ou la minéralisation des micelles (dont les influences favorables sont bien connues), la composition des caséines et le diamètre moyen des micelles. Il apparaît clairement que l'accroissement de la proportion de caséines α_s et celui de la dimension des micelles se traduisent par une moindre aptitude du lait à la coagulation par la présure, notamment par une réduction de la vitesse de raffermissement du gel et de sa fermeté maximale.

Le comportement des laits en microfabrication de pâte pressée présente lui aussi d'importantes variations et des corrélations assez étroites entre les critères de comportement fromager, et les caractères physico-chimiques des laits ont été mises en évidence. Ainsi, l'équation de régression [6] montre que parmi les paramètres ayant une influence marquante sur le rendement en matière sèche, on relève, à côté de la teneur en caséines évidemment déterminante, d'autres variables moins connues, telles la proportion de caséines α_s , le diamètre moyen des micelles (corrélations négatives) et leur degré de minéralisation calcique (corrélations positives).

Par ailleurs, les relations observées entre les critères de rendement et les paramètres caractéristiques de l'aptitude à la coagulation par la présure méritent d'être soulignées et l'équation [8] permet une appréciation du coefficient de récupération de la matière sèche, avec un coefficient de détermination ($R^2 \times 100$) de 62,4%, par une simple mesure de la fermeté du gel.

Des variabilités d'amplitude marquée ont été également observées dans les caractéristiques de la coagulation acide et le comportement des laits en microfabrication de pâte fraîche.

Les corrélations entre les paramètres de la coagulation acide et les variables physico-chimiques ainsi que l'équation de régression [11] montrent, là encore, qu'outre la teneur en caséines, la proportion relative de caséine β exerce une influence positive sur le rendement de fabrication. En outre, l'existence d'une corrélation assez étroite entre les caractères rhéologiques du gel acide et le rendement rend possible une estimation indirecte de ce dernier, ce que confirme l'équation [12] ($R^2 \times 100 = 72,2\%$).

Cette étude des relations entre les caractères physico-chimiques des laits et leur aptitude fromagère met ainsi en évidence :

- l'incidence de la composition des caséines, notamment du rapport caséines α_s /caséine β ; un rapport de valeur faible sera favorable pour la fermeté du gel présure et les rendements en fabrications de pâte pressée et de pâte fraîche.

- l'intérêt d'une prise en compte des caractéristiques de structure des micelles de caséines, notamment leurs dimensions et leur degré de minéralisation calcique; il apparaît, en effet, que ces 2 paramètres interviennent dans la détermination du comportement des laits vis-à-vis de la présure, des micelles de faible diamètre et d'un degré de minéralisation élevé sont à l'origine de gels plus fermes et de meilleurs coefficients de récupération de la matière sèche;

- certaines relations entre la nature des variants génétiques des protéines et la qualité technologique des laits; il est notamment confirmé que les laits contenant le variant B de la caséine κ présentent des

aptitudes fromagères supérieures à ceux contenant la forme A de cette protéine.

Les prolongements technologiques de ces observations sont dans l'immédiat limités. Certes, il est possible d'améliorer les aptitudes fromagères de laits déficients par un enrichissement en caséines ou par ajout d'un sel de calcium assurant un accroissement de la teneur en calcium ionisé et de la minéralisation des micelles, mais ce sont là des corrections déjà connues et largement pratiquées. En revanche, on voit encore mal comment il serait possible d'intervenir par voie technologique sur les proportions relatives des caséines. C'est donc, semble-t-il, davantage par le canal de la sélection des animaux que l'on devrait pouvoir agir; celle-ci ne devrait sans doute plus être fondée sur la seule richesse en protéines ou en caséines, mais prendre également en compte la nature des variants et, dans la mesure où il s'agit de caractères liés au génotype, les proportions relatives des caséines et les dimensions des micelles.

Retenons, par ailleurs, que les corrélations établies entre certains paramètres caractéristiques de la coagulation et les rendements de fabrication rendent possible une estimation convenable des aptitudes fromagères des laits par la mise en œuvre de techniques d'exécution relativement simple et rapide, par exemple la mesure de la vitesse de raffermissement du gel présure et de sa fermeté maximale, ou celle de la viscosité du gel acide.

À la lumière de ces données, il reste certains points qui mériteraient une étude complémentaire :

- les formules d'établissement des rendements fromagers devraient être vérifiées sur des fabrications pilote, et si possible, en vraie grandeur;
- les rapports entre variants génétiques, composition des caséines, caractéristi-

ques micellaires d'une part, et aptitudes fromagères de l'autre, devraient être précisés par la mise en œuvre de laits de petit mélange, laits de races différentes, typés sur la base de la nature des variants et des proportions respectives des fractions caséiniques.

REMERCIEMENTS

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'un contrat entre l'INRA et l'Association pour le développement de la recherche dans l'industrie laitière (Arlait), avec une aide financière de la Direction générale de l'alimentation du ministère de l'Agriculture.

Il a été réalisé avec la collaboration de B Auberger et l'assistance technique de A Normand et M-T Le Tilly; leur concours a été déterminant et nous les en remercions.

Le dosage des caséines α_s , β et κ a été effectué par la Station de recherche laitière INRA de Jouy-en-Josas, et l'identification des variants génétiques des protéines par le laboratoire de génétique biochimique INRA du même centre. Nous adressons nos remerciements à M-F Mahé, G Miranda et JP Pélissier pour leur active coopération.

Nos remerciements vont également à G Staub et P Le Tilly, de la Ferme expérimentale de l'INA-Paris-Grignon, qui ont facilité cette étude en permettant une bonne organisation des prélèvements d'échantillons.

RÉFÉRENCES

- Alais C (1984) *Science du lait*, 4^e éd., Sepaic, Paris
- Amram Y, Delespaul G, Vandeweghe J, Schneid N, Lenoir J (1982) Le refroidissement du lait et son comportement en fromagerie. *Rev Lait Fr* 404, 53-57
- Banks JM, Muir DD (1984) Coagulum strength and cheese yield. *Dairy Ind Int* 49, 17-21, 36
- Berridge NJ (1952) An improved method of observing the clotting of milk containing rennin. *J Dairy Res* 19, 328-329

- Brulé G, Lenoir J (1987) La coagulation du lait. In: *Le Fromage*, 2^e éd'n (Eck A, ed) Lavoisier, Tec & Doc, Paris
- Buchberger J, Kiermeier F, Kirchmeier O, Graml R, Pirchner F (1982) Effect of genetic variants of milk protein on milk composition. In: *XXI Int Dairy Congr* (brief commun), Vol 1, Book 1, 40-41. Mir, Moscou
- Burnett J, Scott Blair GW (1963) A speed-compensated torsionmeter for measuring the setting of milk by rennet. *Dairy Ind* 28, 220-223
- Chahed S (1985) Rapports entre les dimensions des micelles de caséine, leur composition, et leur comportement vis-à-vis de la présure. Mémoire DEA Univ Caen, INA Paris-Grignon
- Donnelly WJ, McNeill GP, Buchheim W, McGann TCA (1984) A comprehensive study of the relationship between size and protein composition in natural bovine casein micelles. *Biochim Biophys Acta* 789, 136-143
- Ekstrand B, Larsson-Raznikiewicz M, Brännäng E, Swensson C (1981) Size distribution of casein micelles related to coagulation properties. *Swed J Agric Res* 11, 57-61
- El-Negoumy AM (1972) Effects of polymorphic composition of calcium caseinate sols on their stability to rennin. *J Dairy Res* 39, 373-379
- Fueller O (1978) Neue Erkenntnisse über die Labträchtigkeit der Milch (I). *Schweiz Milch-wirtsch Forsch* 7, 45-54
- Ford GD, Grandison AS (1986) Effects of size of casein micelles on coagulation properties of skim milk. *J Dairy Res* 53, 129-133
- Gervais A, Vermeire D (1983) A critical study and improvement of the cheese curd torsionmeter. *J Texture Stud* 14, 31-45
- Grandison AS, Ford GD, Owen AJ, Millard D (1984a) Chemical composition and coagulating properties of renneted Friesian milk during the transition from winter rations to spring grazing. *J Dairy Res* 51, 69-78
- Grandison AS, Ford GD, Millard D, Owen AJ (1984b) Chemical composition and coagulating properties of renneted milks from cows during early lactation. *J Dairy Res* 51, 407-416
- Grandison AS, Ford GD, Millard D, Anderson M (1985) Interrelationships of chemical composition and coagulating properties of renneted milks from dairy cows grazing ryegrass or white clover. *J Dairy Res* 52, 41-46
- Grosclaude F (1988) Le polymorphisme génétique des principales lactoprotéines bovines. *INRA, Prod Anim* 1, 5-17
- Guillou H, Miranda G, Pélissier JP (1987) Analyse quantitative des caséines dans le lait par chromatographie liquide rapide d'échange d'ions (FPLC). *Lait* 67, 135-148
- Holt C, Muir D (1979) Inorganic constituents of milk. I. Correlation of soluble calcium with citrate in bovine milk. *J Dairy Res* 46, 433-439
- Holt C, Parker TG, Dalgleish DG (1975) Measurement of particle size by elastic and quasi-elastic light scattering. *Biochim Biophys Acta* 400, 283-292
- Jen JJ, Ashworth US (1970) Factors influencing the curd tension of rennet coagulated milk. Salt balance. *J Dairy Sci* 53, 1201-1206
- Jenness R, Patton S (1959) *Principles of dairy chemistry*. J Wiley & Sons Inc, New York
- Kosikowski FV, Mocquot G (1958) *Progrès de la technologie du fromage*. FAO Rome
- Lenoir J, Schneid N (1987) L'aptitude du lait à la coagulation par la présure. In: *Le Fromage*, 2^e éd'n (Eck A, ed) Lavoisier Tec & Doc, Paris
- Lombard SH (1982) Factors affecting enzymatic coagulation of milk and syneresis. In: *Miles Annual Cheesemakers Symposium*. Dep of Food Science, Univ Pretoria, South Africa
- Losi G, Capella P, Castagnetti GB, Grazia L, Zambonelli C, Mariani P, Russo X (1973) Influenza delle varianti genetiche della caseina K sulla formazione e sulle caratteristiche della cagliata. *Sci Technol Aliment* 3, 373-376
- McLean DM, Graham ERB, Ponzoni RW, McKenzie HA (1982) Association between milk protein genotypes and milk yield and composition. In: *XXI Int Dairy Congr* (Brief commun), Vol 1, Book 1, 54-55, Mir, Moscou
- McLean DM, Graham ERB, Ponzoni RW, McKenzie HA (1984) Effects of milk protein genetic variants on milk yield and composition. *J Dairy Res* 51, 531-546
- McMahon DJ, Brown RJ, Richardson GH, Ernsstrom CA (1984) Effects of calcium, phosphate, and bulk culture media on milk coagulation properties. *J Dairy Sci* 67, 930-938

- Mariani P, Losi G, Russo V, Castagnetti GB, Grazia L, Morini D, Fossa E (1976) Prove di caseificazione con latte caratterizzato dalle varianti A e B della κ -caseina nella produzione del formaggio Parmigiano-Reggiano. *Sci Tec Latt-casearia* 27, 208-227
- Mariani P, Morini D, Losi G, Castagnetti GB, Fossa E, Russo V (1979) Ripartizione delle frazioni azotate del latte in vacche caratterizzate da genotipo diverso nel locus β -lattoglobulina. *Sci Tec Latt-casearia* 30, 153-176
- Marziali AS, Ng-Kwai-Hang KF (1986a) Relationships between milk protein polymorphisms and cheese yielding capacity. *J Dairy Sci* 69, 1193-1201
- Marziali AS, Ng-Kwai-Hang KF (1986b). Effects of milk composition and genetic polymorphism on coagulation properties of milk. *J Dairy Sci* 69, 1793-1798
- Maubois JL, Mocquot G (1967) Comment ramer à la même teneur en substance sèche des fabrications de fromage en vue de comparer les «rendements» respectifs du lait en fromage. *Rev Lait Fr* 239, 15-18
- Ménard JL, Tusseau S (1986) *Incidence des variants génétiques de certaines protéines sur l'aptitude fromagère des laits*. Étude ESA Angers, GIE Pays de Loire, ITEB
- Mietton B (1986) La préparation des laits de fromagerie en technologie de pâtes molles. *Ind Alim Agric* 103, 951-963
- Mocquot G, Alais C, Chevalier R (1954) Étude sur les défauts de coagulation du lait par la présure. *Ann Technol Agric* 3, 1-44
- Ng-Kwai-Hang KF, Hayes JF, Moxley JE, Monardes HG (1984) Association of genetic variants of casein and milk serum proteins with milk, fat, and protein production by dairy cattle. *J Dairy Sci* 67, 835-840
- Ng-Kwai-Hang KF, Hayes JF, Moxley JE, Monardes HG (1986) Relationships between milk protein polymorphisms and major milk constituents in Holstein-Friesian cows. *J Dairy Sci* 69, 22-26
- Niki R, Arima S (1984) Effects of size of casein micelle on firmness of rennet curd. *Jpn J Zootech Sci* 55, 409-415
- Okigbo LM, Richardson GH, Brown RJ, Ernstrom CA (1984) Estimation of syneresis, and cheese yield of bovine milk of different coagulation properties. *J Dairy Sci* 67 (suppl 1), 74
- Okigbo LM, Richardson GH, Brown RJ, Ernstrom CA (1985a) Variation in coagulation properties of milk from individual cows. *J Dairy Sci* 68, 822-828
- Okigbo LM, Richardson GH, Brown RJ, Ernstrom CA (1985b) Casein composition of cow's milk of different chymosin coagulation properties. *J Dairy Sci* 68, 1887-1892
- Okigbo LM, Richardson GH, Brown RJ, Ernstrom CA (1985c) Effects of pH, calcium chloride, and chymosin concentration on coagulation properties of abnormal and normal milk. *J Dairy Sci* 68, 2527-2533
- Pearse MJ, Linklater PM, Hall RJ, Mackinlay AG (1986) Effects of casein micelle composition and casein dephosphorylation on coagulation and syneresis. *J Dairy Res* 53, 381-390
- Peterson RF (1963) High resolution of milk proteins obtained by gel electrophoresis. *J Dairy Sci* 46, 1136-1139
- Peterson RF, Kopfler FC (1966) Detection of new types of β casein by polyacrylamide gel electrophoresis at acid pH : a proposed nomenclature. *Biochem Biophys Res Commun* 22, 388-392
- Pierre A, Brulé G (1981) Mineral and protein equilibria between the colloidal and soluble phases of milk at low temperature. *J Dairy Res* 48, 417-428
- Pierre A, Brulé G (1983) Dosage rapide du citrate dans l'ultrafiltrat de lait par complexation cuivrique. *Lait* 63, 66-74
- Pyne GT, Mc Gann CA (1962) The influence of the colloidal phosphate of milk on the rennet coagulation. In: *XVI Int Dairy Congr*, Vol B. Andelbogtrykkeriet i Odense, Danemark, 611-616
- Ramet JP, Weber F (1980) Contribution à l'étude de l'influence des facteurs de milieu sur la coagulation enzymatique du lait reconstitué. *Lait* 60, 1-13
- Remeuf F, Lenoir J, Duby C (1989) Étude des relations entre les caractéristiques physico-chimiques des laits de chèvre et leur aptitude à la coagulation par la présure. *Lait* 69, 499-518

- Rose D (1969) A proposed model of micelle structure in bovine milk. *Dairy Sci Abstr* 31, 171-175
- Schaar J (1984) Effects of κ -casein genetic variants and lactation number on the renneting properties of individual milks. *J Dairy Res* 51, 397-406
- Schaar J (1985) Effects of genetic variants of κ -casein and β -lactoglobulin on cheesemaking. *J Dairy Res* 52, 429-437
- Schmidt DG (1980) Colloidal aspects of casein. *Neth Milk Dairy J* 34, 42-64
- Sood SM, Gaiind DK, Dewan RK (1979) Correlation between micelle solvation and calcium content. *N Z J Dairy Sci Technol* 51, 1897-1902
- Storry JE, Ford GD (1982) Some factors affecting the post clotting development of coagulum strength in renneted milk. *J Dairy Res* 49, 469-477
- Storry JE, Grandison AS, Millard D, Owen AJ, Ford GD (1983) Chemical composition and coagulating properties of renneted milks from different breeds and species of ruminant. *J Dairy Res* 50, 215-229
- Swaisgood HE (1982) Chemistry of milk protein. In: *Developments in Dairy Chemistry*, Vol 1 (Fox PF, ed). Applied Science Publishers, London
- Tervala H, Antila V, Syväjärvi J (1985) Factors affecting the renneting properties of milk. *Meijeritiet Aikak* 43, 16-25
- Thompson MP, Boswell RT, Martin V, Jenness R, Kiddy CA (1969) Casein-pellet solvation and heat stability of individual cows milk. *J Dairy Sci* 52, 796-799
- Tomassone R (1987) *Comment interpréter les résultats d'une régression linéaire*. ITCF, Paris
- Tomassone R, Lesquoy E, Millier C (1983) *La régression : nouveaux regards sur une ancienne méthode statistique*. Masson-INRA, Paris
- Waagner-Nielsen WE, Berntsen G, Hansen S, Larsen BV, Edelsten D (1982) Rennet coagulation of casein micelles of different size. In: *XXI Int Dairy Congr* (brief commun, vol 1, book 2, 257-258. Mir Publ, Moscou
- Wake RG, Baldwin RL (1961) Analysis of casein fractions by zone electrophoresis in concentrated urea. *Biochim Biophys Acta* 47, 225-239
- Yun S, Ohmiya K, Shimizu S (1982) Role of β -casein in milk curdling. *Agric Biol Chem* 46, 443-449