



HAL
open science

Version analytique brute de la prestation pour les fromageries Tessier “Cartographie et microscopie électronique de fromage” en novembre 2005

Marie-Hélène Famelart, Eric Beaucher

► To cite this version:

Marie-Hélène Famelart, Eric Beaucher. Version analytique brute de la prestation pour les fromageries Tessier “Cartographie et microscopie électronique de fromage” en novembre 2005. [Rapport Technique] Fromagerie Tessier. 2005. hal-02198133

HAL Id: hal-02198133

<https://hal.science/hal-02198133>

Submitted on 30 Jul 2019

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.

Version analytique brute de la prestation pour les fromageries Tessier “Cartographie et microscopie électronique de fromage” en novembre 2005

Rédaction : MH Famelart et dosages physico-chimiques : E. Beaucher

Objectifs / Contexte de l'étude :

Les fromageries Tessier, sur la base des hypothèses issues du contrat INRA-STLO/fromageries Tessier (travail de John Hannon), ont réalisé un plan d'expériences sur des fromages présentant un problème de croûte. Ils ont fabriqué à 3 reprises en novembre/décembre 2005 des fromages dont les problèmes de croûte ont été réduits de façon satisfaisante. Afin d'identifier les paramètres biochimiques améliorés sur ces fromages, l'UMR-STLO est chargée à 2 temps d'affinage (J+2- J+25) :

- de la cartographie du pH, de l'EST, des minéraux (cations Na, Ca, K et Mg et anions) sur 4 zones du fromages (croûte – sous-croûte – intermédiaire – cœur) ;
- de la caractérisation rhéologique de la croûte des fromages ;
- des photos numériques des fromages ;
- de faire sous-traiter les observations de la croûte en microscopie à balayage par J.P. Tissier (INRA Lille).

1. Matériel et méthodes

1.1. Les échantillons

Les fromages

- un témoin (appelé *Géramont*),
- un échantillon affiné à 10°C (appelé *Géramont 10°C*),
- un échantillon affiné à 13°C avec pulvérisation de lactate (appelé *Géramont 13°C+lact*),

ont été fabriqués les semaines :

- 43 (fab 1) et réceptionnés les 27/10/2005 (J+2) et 17/11/2005 (J+23) (Il manquait l'échantillon *Géramont 10°C*)
- 46 (fab 2) et réceptionnés les 17/11/2005 (J+2) et 7/12/2005 (J+23),
- 47 (fab 3) et réceptionnés les 24/11/2005 (J+2) et 15/12/2005 (J+23).

Nous avons analysés les fromages *Géramont* à J+2 (il n'y a que le témoin, que nous avons appelé *Géramont J+2* puisque les 2 modifications interviennent après J+2) et les fromages à J+23.

Nous avons rajouté des fromages « Caprice des Dieux » (appelé *Caprice*), comme témoin sans problème de croûte, fabriqués semaine 48 et réceptionnés et les 1/12/2005 (J+2) et 21/12/2005 (J+23), sachant que la technologie *Caprice* est très différente de la technologie *Géramont*.

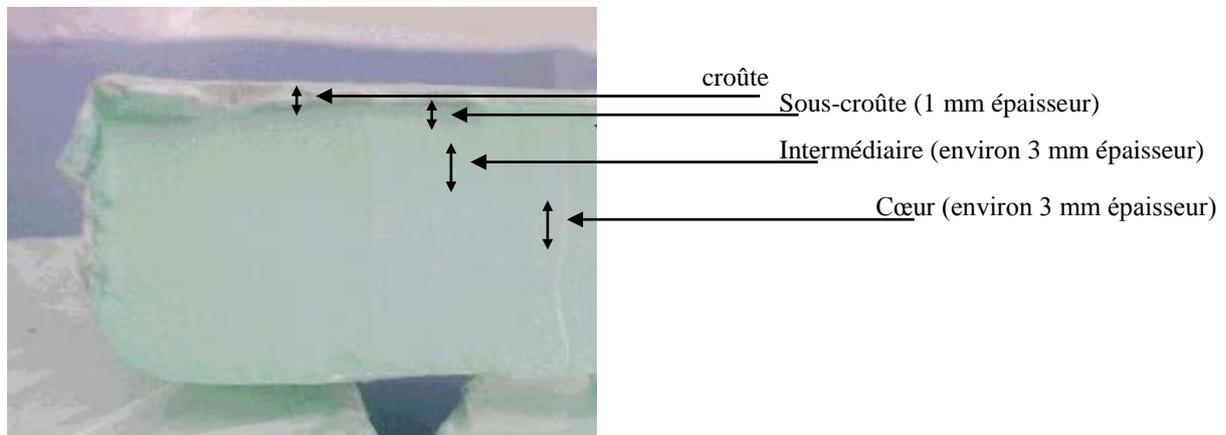
1.2. Méthodes

Ce sont rigoureusement les mêmes méthodes analytiques que dans le rapport de John Hannon (« Report on elucidation of factors affecting surface growth on UF Camembert type cheese », 21/10/2005). A chaque analyse, 2 échantillons provenant de 2 lots de fromages différents ont été utilisés. Pour la croûte, il fallait prélever 3-4 fromages par lot et 3 fromages par lot pour les autres zones.

Les prélèvements dans les fromages sont pratiqués comme ci-dessous (Fig. page suivante) :

- Grattage de la **zone croûte** sur 3 fromages
- **Sous-croûte** de 1-2 mm d'épaisseur juste en dessous de la croûte et découpée avec trancheur à jambon (découpe sur les 2 faces du fromage sur la position 1)

- Découpe sur les 2 faces du fromage d'une tranche de 1-2 mm sur la position 1 du trancheur → éliminée
- **Zone intermédiaire** d'environ 3 mm (découpe sur les 2 faces sur la position 2)
- Découpe sur les 2 faces d'une tranche de 1-2 mm sur la position 1 (ou 2 selon épaisseur du fromage et son affinage) → éliminée
- **Zone cœur**, centrale, d'environ 3 mm.



Nous avons calculé les rapports molaires calcium/phosphore en divisant les concentrations massiques en phosphate dosé en chromatographie ionique par le poids moléculaire du phosphate (PO_4 $M_w=95\text{g/mole}$).

Pour la rhéologie, on a mesuré la force maximale en Newtons atteinte au cours de l'enfoncement d'une tige de 4 mm de diamètre. A J+2 : 10 mesures environ par fromage et 2 à 3 fromages mesurés (sur le *Caprice*, on peut faire environ 17 mesures par fromage). A J+23 : 6 mesures sur la moitié d'un fromage avec la croûte et 6 autres sur la deuxième moitié de l'échantillon préalablement écroûté (et sur *Caprice* 17 avant et 17 après écroûtage et 17 sur chaque face qui se sont pas forcément équivalentes au niveau de l'intensité du feutrage).

Sur la 1^{er} fab., on a ainsi fait 5 comparaisons (avant/ après écroûtage) sur 5 fromages différents, 2 sur la deuxième fab. et 3 sur la 3^{ème}. Quatre comparaisons ont été réalisées sur le *Caprice*.

Nous avons comparé les valeurs de *Géramont* à celles obtenues par John Hannon (« Report on elucidation of factors affecting surface growth on UF Camembert type cheese », 21/10/2005) et les valeurs sur *Caprice* à celles fournies par M. Calco (Synthèse *Caprice* des dieux, secteur analytique, dernière mise à jour : 09/11/2005).

2. Résultats

2.1. Les photos des fromages (Fig 1-3)

La taille des photos a été standardisée selon la règle graduée.

On ne voit pas de différence sur les fromages à J+2, en dehors du fait que *Caprice* est un peu plus gros que les *Géramont* et présente des pores dus aux jointures des grains de caillé. De même, pas de différences visibles sur les fromages non coupés.

Sur les fromages coupés, la croûte de *Géramont* apparaît dense, lisse et régulière. On a l'impression que la modification *Géramont 13°+lact* a entraîné des petites irrégularités sur la face interne de la croûte que l'on a entourées de cercles sur la Fig. 3. L'autre modification n'a pas modifié l'aspect de la croûte. La croûte de *Caprice* est très irrégulière aussi.

Dans la deuxième fab, on aperçoit une rupture dans la pâte du fromage *Géramont* (mais il faut noter que cette fab a été observée à J+30 au lieu de J+25 pour la microscopie et les photos mais pas pour les analyses qui ont été faites normalement à J+23) entre les zones sous-croûte

et intermédiaire (encadré sur la Fig 3). Elle a donc 5 jours d'affinage supplémentaire par rapport aux autres fab.

La pâte fromagère, de la zone sous-croûte au cœur du fromage, dans les fromages *Géramont* et *Géramont* modifiés est homogène : tout juste arrive t'on à voir une couche en sous-croûte jaune un peu plus foncé (zones entourées d'un carré à bord rond). *Caprice* montre un vrai gradient sous la croûte avec une zone jaune plus foncée de plusieurs mm d'épaisseur, surtout dans les coins.

2.2. Analyses physico-chimiques

2.2.1. pH (Table 1 et Fig 4)

Le *Géramont* donne les mêmes résultats que dans le rapport de John à J+2 et à J+23.

A J+23, *Caprice* a un gradient plus fort que *Géramont* entre croûte et cœur : même valeur de pH en surface (7.2), mais le pH au cœur est plus bas dans *Caprice* (4.8 contre 5.3 dans *Géramont*). Par contre, il existe un fort gradient de pH dans *Géramont* entre croûte et sous-croûte qui est beaucoup plus faible dans *Caprice*.

Le fromage 10°C a la même évolution que *Géramont*, mais il est un peu plus acide (0.3 unités plus bas en surface et 0.1 unité pH plus bas au cœur). De même, le fromage *Géramont* 13°C+lact a la même évolution et des pH proches de *Géramont*.

Les modifications n'ont donc aucun effet notable sur le pH.

Le pH des croûtes à J+23 est le même pour tous les fromages.

2.2.2. L'extrait sec (Table 2 et Fig 5)

Les extraits secs des fromages *Géramont* à J+2 sont proches des valeurs de John (373 contre 384 g/kg chez John pour la zone cœur). Par contre à J+23, l'extrait sec est plus fort que dans ceux analysés par John : 365 contre 339 chez John (pour zones cœur). Donc cette fabrication a davantage séché que les fabrications précédentes analysées par John.

Le fromage *Caprice* est beaucoup plus sec que *Géramont* à J+2 (466 contre 373 g/kg pour *Géramont* dans le cœur) et son extrait sec augmente encore au cours de l'affinage à J+23 (501 contre 365 g/kg pour *Géramont* dans le cœur). *Géramont* ne gagne quasiment pas d'extrait sec au cours de l'affinage, en cœur et en zone intermédiaire. Il en gagne un peu en sous-croûte comme l'ont observé Le Graet et Brulé (Le Graët et Brulé, 1988), probablement par évaporation d'eau.

Les 2 modifications ont produit des fromages avec un extrait sec à J+23 un peu plus faible que le témoin *Géramont*. **Avec les modif, les fromages ont moins séché.** Ils ont même perdu de l'extrait sec au cours de l'affinage par rapport à J+2 dans les zones cœur et intermédiaire (comment expliquer cette « dilution » au cours de l'affinage ?).

L'extrait sec de la croûte des fromages *Géramont*, *Géramont* 13°C+lact et *Caprice* à J+23 est très proche (resp. 273,273, 287 g/kg), tandis que la croûte du fromage *Géramont* 10°C est un peu plus sèche que les autres (316 g/kg). **La modif *Géramont* 10°C a entraîné une croûte un peu plus sèche.**

2.2.3. Sodium dans les fromages (Table 3 et Fig 6)

Le fromage *Géramont* est plus salé d'environ 20% que les fromages des fabrications analysées par John à J+2 et à J+23.

Caprice est moins salé que *Géramont* à J+2 (5.5, 4.5, 4.9 contre 6.7, 6.7, 5.4 g/kg pour *Géramont*) et aussi moins salé à J+23 (2.5, 5.5, 6.1, 5.7 contre 3.4, 6.0, 7.3, 7.3 g/kg pour *Géramont*) dans les couches successives (de la surface au cœur).

Caprice à J+23 ne présente pas de gradient en sel notable entre les zones sous-croûte et cœur, tandis qu'il y a un gradient dans *Géramont* à J+23 (il y a plus de sel au cœur du fromage qu'en surface, ce qui est inhabituel).

Les 2 modifications ont entraîné une augmentation de la teneur en sel dans toutes les couches de la pâte du fromage, mais n'ont pas changé l'évolution d'une couche à l'autre du fromage : **il y a un gradient de sel identique pour les fromages *Géramont* et les 2 modifications**, avec des teneurs plus fortes au cœur qu'en surface (mais, à la fois, les écart-types sont plus grands que les différences entre zones, donc est-ce significatif ?). On s'attendrait à un gradient dans l'autre sens, le cœur étant moins salé que la surface. Le fromage *Géramont* à J+2 présentait bien un gradient de sel avec des teneurs plus importantes en surface qu'en cœur.

Si on rapporte les teneurs en sel à 100 g d'extrait sec, les gradients sont très proches entre *Géramont*, ses 2 modifications et beaucoup plus faibles pour *Caprice*. L'essentiel du gradient s'observe entre la sous-croûte et la zone intermédiaire et peu de gradient visible entre la zone intermédiaire et le cœur.

Il y a davantage de sodium dans la croûte des fromages *Géramont* et *Géramont 13°C+lact* que dans les fromages *Géramont 10°C* et *Caprice* qui ont la même teneur en sodium.

On est plus salé dans cette fabrication de *Caprice* que dans les fabrications analysées par Tessier, à J+2 et à J+23. Par contre, on n'a pas de gradient de sel à J+23 dans cette fabrication alors que dans celle analysées par Tessier, il semble rester une différence de concentration de sel entre cœur et la sous-croûte (avec une teneur plus forte en surface que dans cœur).

2.2.4. Chlorure dans les fromages (Table 4 et Fig 7)

Le Chlorure pour *Géramont* est un peu plus faible que chez John, mais cette différence n'est probablement pas significative. Compte tenu des écart-types, les modifications n'ont pas changé grand chose.

Caprice a un peu moins de chlorure que *Géramont* (1 à 2 g/kg de moins).

Caprice a une croûte moins riche en chlore que les autres fromages et les modifications n'ont pas eu d'incidence significative sur la teneur en chlore de la croûte.

2.2.5. Potassium dans les fromages (Table 5 et Fig 8 A et B)

On retrouve des tendances qu'ont observées Le Graët et Brulé (Le Graët et Brulé, 1988) et John : le potassium s'accumule dans la croûte du fromage ou il est pompé, car il est consommé par le *Penicillium* en surface. Il augmente dans la croûte du camembert dès J+5 (1.25 g/kg) pour atteindre son maximum vers J+9 (3.37 g/kg) (Le Graët et Brulé, 1988). A partir de J+9, on pense que la lyse du mycélium ou une modification de la perméabilité de la membrane du mycélium va entraîner une libération de potassium qui va alors migrer vers l'intérieur du fromage sous l'effet du gradient de concentration. Sa concentration diminue alors dans la croûte et en fin d'affinage, sa concentration devient homogène dans le fromage. La courbe de la Fig 8B montre l'évolution du potassium au fil de l'affinage pour les fromages à problèmes de croûte analysés par John (*Géramont* et *cœur à cœur*). On voit que la concentration en potassium diminue effectivement au cours de l'affinage. D'après la courbe de la Fig 8B, on devrait avoir environ 5 g/kg de potassium dans la croûte du *Géramont* à J+23. Nous avons plutôt autour de 8 g/kg, comme ci ce fromage présentait un retard de croissance du *penicillium*. *Caprice* a moins de potassium dans la croûte (environ 4 g/kg), ce qui est encore assez élevé, comparé aux valeurs citées dans le camembert. **La croûte des *Géramont* et *Géramont* modifiés est beaucoup plus riche en potassium à J+23 que la croûte du *Caprice*.**

Dans la pâte, il y a les mêmes quantités de potassium pour tous les fromages, environ 1 g/kg. **Les modifications n'ont pas entraîné de modification significative des teneurs en potassium dans la croûte**, compte tenu des écart-types (on aurait pu viser une diminution de la teneur en potassium dans la croûte, comme dans *Caprice*, par exemple).

2.2.6. Magnésium dans les fromages (Table 6 et Fig 9)

Il y a davantage de magnésium dans ces fromages que dans ceux analysés par John et cette différence est maintenue si on l'exprime pour 100 g d'extrait sec : John à J+23 avait 0.12 et 0.03 g/100 g d'extrait sec de Mg (resp. dans zones croûte et cœur) et ici, on a 0.19 et 0.06 g/100 g. Les évolutions d'une couche à l'autre sont très proches pour tous ces fromages et la concentration en Mg de la croûte entre les fromages est peu différente d'un fromage à l'autre.

2.2.7. Calcium dans les fromages (Table 7 et Fig 10)

On est beaucoup plus riche en calcium dans la pâte fromagère de cette fabrication que dans celles qu'avait analysées John : à J+2, on a multiplié la teneur en calcium par 1.4 et 1.5 (resp. dans zones intermédiaire et cœur) et à J+23 par 2.2 et 2.3 par rapport aux valeurs de John. C'est assez important. Cette différence est maintenue si on exprime les résultats pour 100 g d'extrait sec. Les concentrations en calcium dans le *Géramont* sont peu différentes de celles du *Caprice* et donc la répartition dans les différentes zones est assez équivalente.

Les modifications ont entraîné une augmentation de calcium dans la croûte à J+23, tandis que la modification *Géramont 13°C+lact* a aussi entraîné une augmentation de calcium dans la sous-croûte.

On a trouvé une forte augmentation de la teneur en calcium dans la sous-croûte entre J+2 et J+23, alors que Le Graet et al. (Le Graët et al., 1983) ont plutôt trouvé une diminution. Mais les couches sont différentes entre nous et cette publi.

On est plus riche en calcium dans le *Caprice* à J+2 que dans les fabrications analysées par Tessier (autour de 4g/kg contre 3.3 chez Tessier). Par contre, les résultats de Tessier dans le *Caprice* à J+23 ne montrent pas de gradient de calcium entre les zones sous-croûte et cœur, (qui sont les seuls résultats dont nous disposons) alors que ce gradient est visible dans cette étude.

2.2.8. Phosphate dans les fromages (Table 8 et Fig 11 et 11bis)

On retrouve des résultats classiques pour un fromage avec un pH plus haut en surface qu'au cœur : la précipitation de phosphate de calcium en surface provoque une migration de calcium et de phosphate et une accumulation de ses minéraux dans la croûte. La concentration en phosphate est plus forte dans cette fabrication que dans celles analysés par John et surtout la pâte est beaucoup plus riche en phosphate que dans les analyses de John comme pour le calcium (d'ailleurs, John dit que calcium et phosphate dans ses fromages analysés sont corrélés) : dans les zones intermédiaires et au cœur, la concentration de phosphate est de 2.5 g/kg en moyenne à J+23 alors que John mesurait une concentration de 0.9 g/kg de fromage (multiplié par 2.8). Exprimé pour 100 g d'extrait sec, nous obtenons 0.7 contre 0.33 pour John (multiplié par 2.1), donc les différences de minéralisation ne s'expliquent pas par des teneurs en extrait sec différentes.

Le gradient en phosphate entre croûte et cœur vaut 14.5, 14.7 et 20 g/kg (calculé comme la $[Ca]_{\text{surf}} - [Ca]_{\text{cœur}}$) dans le *Géramont*, les *Géramont* analysés par John et le *Caprice*, respectivement. Ce gradient vaut 24.6 pour la modif *Géramont 10°C* et 19.6 (une valeur proche de *Caprice*) pour la modif *Géramont 13°C+lact*. **Comme pour le calcium, les modifications ont entraîné une augmentation de la concentration en phosphate dans la croûte et pour la modification *Géramont 13°C+lact* une augmentation aussi dans la sous-croûte.**

Nous avons tracé les rapports molaires Ca/P dans les zones croûte et sous-croûte (Fig 11 bis). On trouve des valeurs de ces rapports molaires supérieures à celles de John pour le *Géramont* à J+23 (John a des valeurs de 1.5 et nous avons entre 2 et 2.5). Une valeur de 1.5 correspond à du phosphate tricalcique, tandis que des valeurs supérieures peuvent s'expliquer par de l'hydroxyapatite ou un phosphate tétracalcique ou un pH plus haut dans ces zones (et donc une

minéralisation supérieure). Le *Caprice* a aussi un rapport Ca/P plus fort que le *Géramont*. Or, nous n'avons pas observé un pH plus haut dans les zones croûte et sous-croûte pour le *Géramont* que dans les fromages de John, et pas non plus pour le *Caprice*. Les modifications ont peu d'effet sur ce rapport. Rien, à priori, n'explique ces rapports Ca/P plus forts que dans les fab précédentes.

Les mêmes observations sont faites pour le phosphate que pour le calcium pour la composition du *Caprice* entre les 2 études : on n'observe pas de gradient de phosphate dans les analyses faites par Tessier entre les zones sous-croûte et cœur.

2.2.9. Lactate dans les fromages (Table 9 et fig 12)

Les valeurs de lactate sont proches de celles de John. On est juste un peu plus riche à J+23 (valeurs de John multipliées par 1.2-1.3). On a des valeurs proches pour *Géramont* et *Caprice* à J+2. **Les quantités initiales de lactate dans les fromages sont proches pour les 2 technologies** (UF et tradi).

On voit un important gradient de lactate entre le cœur et la croûte du fromage à J+23, du à la consommation du lactate par les microorganismes de surface et la nécessité de faire migrer le lactate du cœur vers la surface. Les valeurs de *Géramont* sont plus fortes que celles du *Caprice* sur les différentes couches (environ X2), indiquant une diffusion moins importante du lactate. Par contre tous les fromages ont une teneur proche dans la croûte. A remarquer que dans le fromage *Géramont 13°C+lact*, la teneur en lactate dans la croûte de la première fabrication est faible et les 2 suivantes sont fortes. Mais même sans pulvérisation de lactate, les teneurs en lactate sont variables d'une fab. à l'autre (c'est aussi vrai pour *Géramont* dans la croûte à J+2). **Les 2 modifications ont eu des effets sur ce gradient : *Géramont 10°C* présente des concentrations de lactate dans la pâte (dans toutes les zones hors croûte) significativement plus importante que le témoin, indiquant peut-être une moindre diffusion, tandis que *Géramont 13°C+lact* montre une concentration de lactate dans la pâte plus faible que le témoin, et donc peut être une meilleure diffusion.** Et pourtant, la pulvérisation de lactate en surface va entraîner une réduction du gradient en lactate entre le cœur et la surface du fromage et aurait pu entraîner une moindre diffusion. Le fait est que **l'apport en lactate en surface pourrait aussi servir à la croissance correcte de la flore de surface et produire une croûte satisfaisante**, c'est-à-dire qui ne gêne pas la diffusion du lactate dans les stades suivants de l'affinage. Ceci est une supposition. Dans les essais de John, il apparaissait que les fromages à problèmes (*Géramont* et cœur à cœur) avaient un gradient supérieur en lactate et que celui sans problème (ligne et plaisir), n'avait quasiment plus de gradient à une vingtaine de jours d'affinage. Le fromage *Géramont 13°C+lact* est donc le plus proche des fromages sans problème de croûte.

Les résultats du lactate dans *Caprice* sont conformes entre les 2 études à J+2. Par contre, il reste davantage de lactate au cœur du fromage à J+23 dans cette étude que dans celle analysée par Tessier. (4.5 g/kg de lactate au cœur du fromage contre 1.8 en moyenne dans les valeurs de Tessier).

2.2.10. Citrate dans les fromages (Table 10 et Fig 13)

John ne faisait pas le dosage des citrates. Il n'y en a quasiment que dans la croûte. Les valeurs ne sont pas très fiables car on fait souvent une moyenne entre 0 et une valeur non nulle. Ceci s'explique par le fait que l'on se trouve proche du seuil de détection du citrate en chromatographie ionique. Les modifications pourraient avoir entraîné une concentration plus élevée de citrate dans la croûte des fromages (mais attention aux écart-types élevés). Il peut s'agir d'une précipitation de citrate de calcium en surface, due aux pH plus élevés dans la croûte, tout comme on peut observer un dépôt de phosphate de calcium, ces 2 sels étant faiblement solubles si le pH remonte.

2.3. Rhéologie des fromages et de la croûte

On voit sur la Fig 14 que les 3 fab. de *Géramont* caractérisées à J+2 sont peu différentes (la fabrication 1 est significativement différente de la deuxième) et qu'elles sont proches de *Caprice* en terme de fermeté du fromage. L'effet des modifications sur la dureté de la croûte est variable d'une fab. à l'autre.

- Lors de la 1^{er} fab., la modification *Géramont 13°C+lact* a entraîné une réduction de la dureté de la croûte. Nous n'avons pas de fromage J+23 10°C pour cette fab.

- Lors de la 2^{ème} fab., les 2 modifications ont entraîné une réduction de moitié de la dureté de la croûte.

- Lors de la 3^{ème} fab., les modifications n'ont pas eu d'effet car la dureté de la croûte du témoin était beaucoup plus faible qu'aux 2 autres fabrications. Il faut noter que la dureté de la pâte de cette fab était significativement plus faible à J+2 (Fig 14).

La tendance est que la dureté de la croûte est soit non modifiée soit réduite par les 2 modifications apportées. Il est à noter que la dureté de la croûte de *Géramont* est la même que celle de *Caprice*. La dureté de la croûte de *Géramont* est par ailleurs assez mal maîtrisée puisque sa valeur est 2 fois plus faible dans la fab. 3 que dans les 2 autres fab.

Références bibliographiques

Le Graët Y, Brulé G (1988). Migration des macro et oligo-éléments dans un fromage à pâte molle de type Camembert. *Lait*, **68** : 219-234.

Le Graët Y, Lepienne A, Brulé G, Ducruet P (1983). Migration du calcium et des phosphates inorganiques dans les fromages à pâte molle de type camembert au cours de l'affinage. *Lait*, **63:317-332** : 317-332.