



The 1st International Conference on Local Resource Exploitation

www.lorexp.org / info@lorexp.org
REF: LOREXP_2021_A1224 Pages: 582–602



Production de fromage à pâte fraîche : optimisation de la coagulation du lait et modélisation de l'égouttage du coagulum

Production of fresh cheese: optimization of milk coagulation and modelling of coagulum drainage

Rodrigue Poutong Tchassem¹ et Yvette Jiokap Nono^{1,*}

¹Département de Génie Chimique et Environnement, IUT, Université de Ngaoundéré-CAMEROUN, B.P. 455.

* Auteur Correspondant : jiokapnonoy@yahoo.fr

RÉSUMÉ :

L'objectif de ce travail était d'optimiser les paramètres de coagulation exclusivement lactique du lait et de modéliser l'égouttage du coagulum, en vue de la production de fromages frais. Du lait reconstitué à partir de la poudre de lait entier, et des bactéries lactiques ont été utilisés. L'égouttage des coagulums obtenus a été modélisé par les modèles de Weibull, de Weibull modifié et de Daviau. L'optimisation a été conduite en utilisant trois facteurs (concentration en extrait sec, température et temps d'incubation) et en mettant en œuvre le plan d'expérience de Box- Behnken. Les comportements du pH et de la force de pénétration des coagulums en fonctions des facteurs ont été étudiés. Les résultats montrent que le temps et la température ont des effets significatifs sur le pH tandis que pour la fermeté des produits finis, en plus du temps et de la température, la concentration en extrait sec a également une influence significative. Les résultats d'optimisation montrent qu'une température de 38 °C et un temps de 5 h d'incubation permettent l'obtention d'un coagulum aux bonnes propriétés physicochimiques et rhéologiques, partant d'un extrait sec de lait de 140 g/L. La modélisation de l'égouttage du coagulum optimum par les différents modèles montre que les modèles de Weibull et de Weibull modifié décrivent mieux la cinétique, avec, à un temps infini d'égouttage, une masse de lactosérum recueilli de 694,62 g par kilogramme de coagulum initial. Les modèles retenus présentent chacun un coefficient de détermination de 0,9997 et une racine carrée de l'erreur quadratique moyenne inférieure à 3,12 g.kg⁻¹.

Mots Clés : Lait, Coagulation, Optimisation, Egouttage, Modélisation, Fromage frais.

ABSTRACT:

The objective of this work was to optimize the parameters of exclusively lactic coagulation of milk and to model the drainage of the coagulum, with a view to produce fresh cheese. Milk reconstituted from whole milk powder, and lactic acid bacteria were used. The drainage of the resulting coagula was modeled by Weibull, Modified Weibull and Daviau models. The optimization was carried out using three factors (solids concentration, temperature and incubation time) and implementing the Box-Behnken experimental design. The behaviors of the pH and the penetrating force of the coagula as a function of the factors have been studied. The results show that time and temperature have significant effects on the pH while for the firmness of the final product, in addition to time and temperature, the solids concentration also has a significant influence. The optimization results show that a temperature of 38 °C and an incubation time of 5 hours allow obtaining a coagulum with good physicochemical and rheological properties, from a dry milk extract of 140 g/L. The modeling of the drainage of the optimal coagulum by the various models shows that the Weibull and modified Weibull models better describe the kinetics with a mass of whey collected, at an infinite draining time, of 694.62 g per kilogram of initial coagulum. Each of the selected models has a coefficient of determination of 0.9997 and a root mean squared error of less than 3.12 g.kg⁻¹.

Keywords: Milk, Coagulation, Optimization, Draining, Modeling, Fresh cheese.

1. INTRODUCTION

De nos jours les laits fermentés, fabriqués localement aussi bien à partir de lait frais qu'à partir de lait reconstitué, envahissent le marché camerounais, contrairement aux fromages qui restent très peu représentés. Bien que peu représentés, les fromages existants sont en général produits par coagulation à l'aide de la présure, alors que cette dernière est très onéreuse. Au niveau mondial, l'action combinée entre la présure et plusieurs souches microbiennes a été étudiée en vue de la production de fromage (Jeantet et al., 2008 ; Gouedranche et al., 2001 ; O'connor, 1993). En ce qui concerne la production de fromage par coagulation exclusivement lactique, quelques souches ont fait l'objet d'importantes études (Laithier et al., 2008 ; Tratnik et al., 2001). Toutefois, les applications industrielles restent limitées, en raison de mauvaises propriétés texturales des fromages obtenus (Gouedranche et al., 2001). Pourtant, ces ferments lactiques sont facilement accessibles et à bon prix.

La coagulation lactique, encore appelée coagulation acide, est celle dont le gel provient totalement ou majoritairement d'une acidification du lait par l'action des bactéries lactiques sur le lactose, lequel est transformé en acide lactique. Le coagulum obtenu a un pH compris entre 4,6 et 5,5. D'après Gouedranche et al. (2001) une faible dose de présure, généralement utilisée pour la coagulation enzymatique, est admissible (1 à 3 mL pour 100 litres de lait) et la température de maturation est relativement basse (18 à 28 °C). Pendant la production, l'activité de l'eau et la température sont des facteurs importants ayant une très forte influence sur la croissance bactérienne et l'activité des enzymes (Wedholm et al., 2006 ; Moreira et al., 1999). En général, la diminution de l'activité de l'eau a une action sélective sur certains micro-organismes, essentiellement ceux présents en surface. Quant aux températures d'affinage courantes, elles sont inférieures aux températures optimales de développement des bactéries lactiques (25 à 45 °C) et de l'activité des enzymes (30 à 45 °C). Cependant, il ne suffit pas d'augmenter la température pour accélérer uniformément toutes les réactions. Il convient plutôt de mettre en place un cycle de température permettant le développement optimal de la dégradation des protéines et de la matière grasse et des qualités gustatives propres à chaque fromage (Madadlou et al., 2006 ; Takashi et al., 1999). Le pH du fromage quant à lui, est un élément régulateur de la croissance des micro-organismes (Sung et Collins, 2020). Les levures et les moisissures sont souvent utilisées pour leur activité désacidifiante, permettant de remonter le pH de surface et ainsi permettre la croissance d'autres espèces.

De nombreux travaux ont été présentés dans la littérature, pour décrire la neutralisation des charges négatives des colloïdes du lait par l'acide lactique au cours de la fermentation du lait (Guinee et al., 2002). Néanmoins, à notre connaissance, aucun travail n'a été effectué en vue d'optimiser les paramètres de coagulation exclusivement lactique du lait pour la fabrication du fromage frais, à partir de lait reconstitué. Par ailleurs, la vitesse d'égouttage et la quantité de lactosérum obtenues lors de l'opération d'égouttage du coagulum, dépendent de plusieurs facteurs dont les plus importants sont la composition et les prétraitements du lait (Daviau et al., 2000). A cet effet, nous nous proposons dans ce travail, d'optimiser les conditions de coagulation lactique du lait reconstitué et de décrire par des équations mathématiques, l'égouttage du coagulum lactique obtenu, en vue de la production du fromage frais.

2. MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.1. Matériel biologique et chimique

Il se compose de lait en poudre entier 26 % (Pologne), de ferment lyophilisé de marque Yalacta, composé de *Lactobacillus delbrueckii* subsp *bulgaricus* et *Streptococcus salivarius* subsp *thermophilus*, de lait stérilisé UHT demi écrémé, fabriqué par Lactalis International SNC, France.

2.2. Procédé de fabrication et méthodes d'analyses

La Figure 1 présente le schéma simplifié de fabrication de fromage frais.

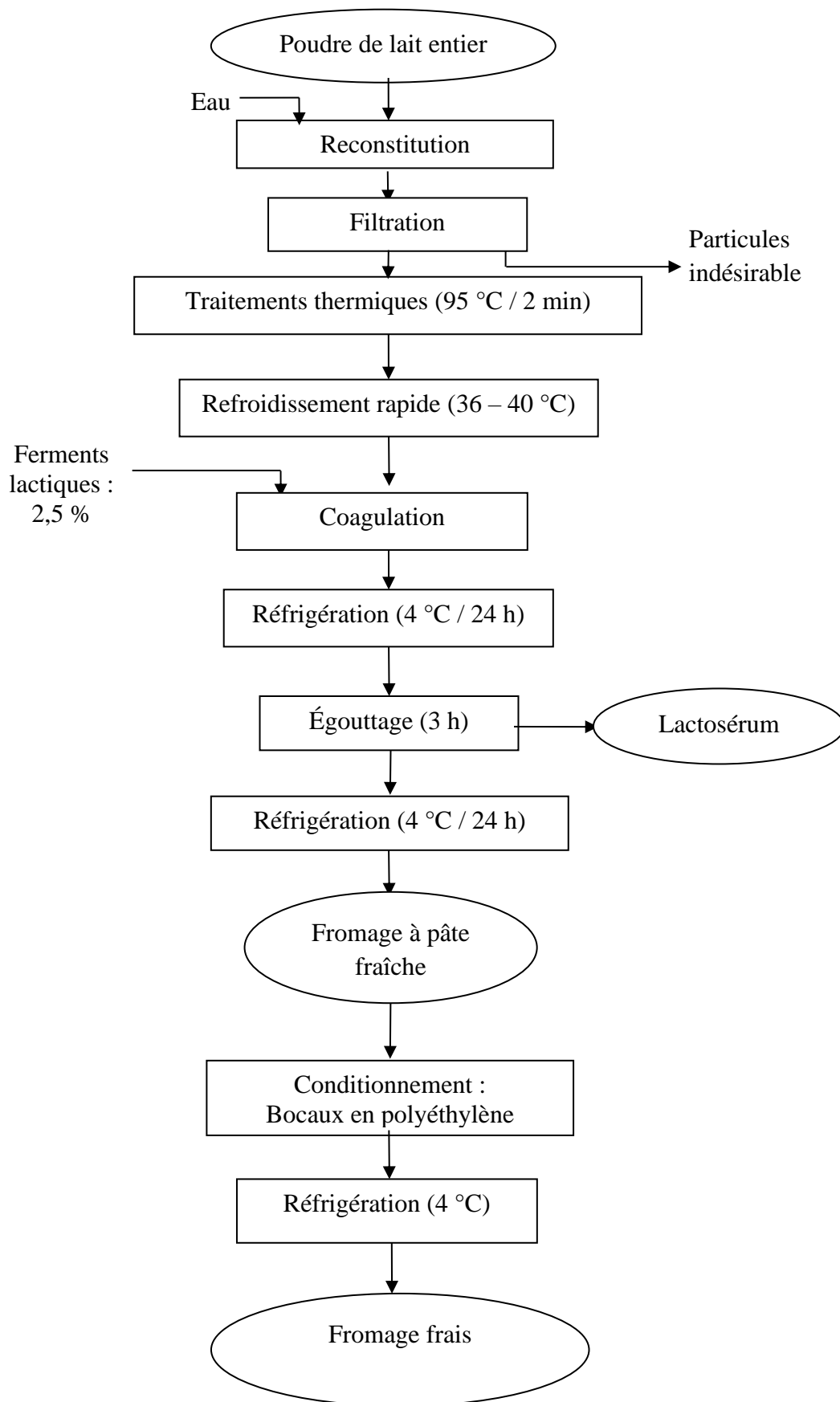


Figure 1 : Schéma simplifié de production de fromage frais

La détermination de l’acidité titrable s’est effectuée selon la norme AFNOR (1980). La détermination de la matière sèche, a été faite à l’étuve à 105 °C suivant la méthode AFNOR (1980). Le texturomètre BROOKFIELD LRFA Texturometer Analyser (Type LFRA 4500, Numéros de série : TD1115) a permis de mesurer la force de pénétration de divers produits semi-solides ou solides.

2.3. Optimisation de la coagulation du lait en vue de la production de fromage frais

Les expériences ont été conduites selon le plan d’expérience de Box-Benkhen (Droesbeke et al., 1997).

2.3.1. Choix des réponses expérimentales

Le pH du coagulum issus de la coagulation du lait et la force de pénétration du coagulum avant réfrigération et après 24 h de réfrigération à 4 °C ont été les trois réponses.

2.3.2. Choix des facteurs et du domaine expérimental

Les facteurs à faire varier d’une part et ceux qui sont constants tout au long des manipulations d’autre part, sont respectivement présentés par les Tableaux 1 et 2. La transformation des variables codées en valeurs réelles est donnée par l’équation 1 (Droesbeke et al., 1997) :

$$X_j = \frac{x_j - x_j^0}{\Delta U_j} \Leftrightarrow x_j = X_j \cdot \Delta U_j + x_j^0 \tag{1}$$

Avec X_j la valeur de la variable codée j , x_j la valeur de la variable réelle j , ΔU_j le pas de variation et x_j^0 la valeur de la variable réelle j au centre du domaine. Les trois facteurs étudiés X_1 , X_2 et X_3 représentent respectivement la concentration en matière sèche du lait, la température d’incubation et la durée d’incubation. Le domaine expérimental a été défini après des essais préliminaires effectués à trois températures d’incubation différentes (25, 35 et 38 °C), puis en déterminant le temps de coagulation du lait reconstitué à 140 g/L, ainsi que les paramètres texturaux (force de pénétration sur le coagulum final).

Tableau 1 : Facteurs variables lors de l’optimisation de la coagulation

Facteurs	Centre	Pas de variation
Matière sèche initial (g/L)	140	10
Température incubation (°C)	38	2
Temps incubation (h)	5	2

Tableau 2 : Facteurs constants lors de l’optimisation de la coagulation

Facteurs	Valeurs
Taux d’ensemencement	2,5 %
Couple température/temps de traitement thermique du lait	95 °C / 2 min
Température de réfrigération	4 °C
Temps de réfrigération	24 h
Temps d’égouttage	3 h

La matrice de Box-Benkhen utilisée est présentée dans le Tableau 3.

Tableau 3 : Matrice d'expérience pour l'optimisation de la coagulation du lait (Droesbeke et al., 1997).

N° d'expérience	Variables codées			Variables réelles		
	x1	x2	x3	X1 (g/L)	X2 (°C)	X3 (h)
1	0	0	0	140	38	5
2	0	0	0	140	38	5
3	0	0	0	140	38	5
4	+1	+1	0	150	40	5
5	+1	-1	0	150	36	5
6	-1	+1	0	130	40	5
7	-1	-1	0	130	36	5
8	+1	0	+1	150	38	7
9	+1	0	-1	150	38	3
10	-1	0	+1	130	38	7
11	-1	0	-1	130	38	3
12	0	+1	+1	140	40	7
13	0	+1	-1	140	40	3
14	0	-1	+1	140	36	7
15	0	-1	-1	140	36	3

2.3.3. Proposition d'un modèle

Nous proposons le modèle de degré 2, dont l'écriture est donnée par l'équation 2.

$$\beta = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{33} X_3^2 \tag{2}$$

L'estimation des coefficients du modèle est effectuée selon l'équation 3.

$$\beta = (X'X)^{-1} X'Y \tag{3}$$

Où β : Vecteur colonne des réponses théoriques ; Y : Vecteur colonne des réponses expérimentales ; X : Matrice $N \times p$ appelée matrice du modèle ou matrice des effets ; avec N et p étant respectivement, le nombre d'expérience de la matrice d'expérience et le nombre de coefficients du modèle postulé.

2.3.4. Validation du modèle

La détermination des coefficients du modèle empirique proposé et son analyse statistique se sont effectuées à l'aide des logiciels Statgraphic centurion 5.0. Le modèle est validé à l'aide de trois paramètres à savoir, le coefficient de détermination (équation 4), le paramètre Chi 2 réduit (équation 5), l'analyse absolue de déviation moyenne (AADM) (équation 6) et l'erreur quadratique moyenne (RMSE) (équation 7) où l'idéal serait d'avoir un coefficient de détermination le plus élevé avec un Chi 2 et un AAD et RMSE le plus faible (Bas et al., 2006).

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (Y_{i,obs} - Y_{i,theo})^2}{\sum_{i=1}^n \left(Y_{i,obs} - \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Y_{i,theo} \right) \right)^2} \tag{4}$$

$$\chi^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (Y_{exp,i} - Y_{theo,i})^2}{N - n} \tag{5}$$

$$AADM = \frac{\sum_{i=1}^n \left(\frac{|Y_{i,obs} - Y_{i,theo}|}{Y_{i,obs}} \right)}{n} \tag{6}$$

$$RMSE = \left[\frac{\sum_{i=1}^N (Y_{exp,i} - Y_{theo,i})^2}{N} \right]^{1/2} \tag{7}$$

Où $Y_{exp,i}$ et $Y_{theo,i}$ sont respectivement les valeurs expérimentales et théoriques du ième point.

2.4. Modélisation de l'égouttage

Pour une masse de coagulum donnée, la quantité de lactosérum obtenues lors de l'opération d'égouttage dépend de plusieurs facteurs dont les plus important sont la composition et les prétraitements du lait (Daviau et al., 2000). La modélisation de l'égouttage est faite sur le coagulum optimum issu de l'optimisation de la coagulation. L'égouttage est une opération qui peut suivre les équations d'écoulement des fluides en milieu poreux et dont une schématisation est donnée par la Figure 2.

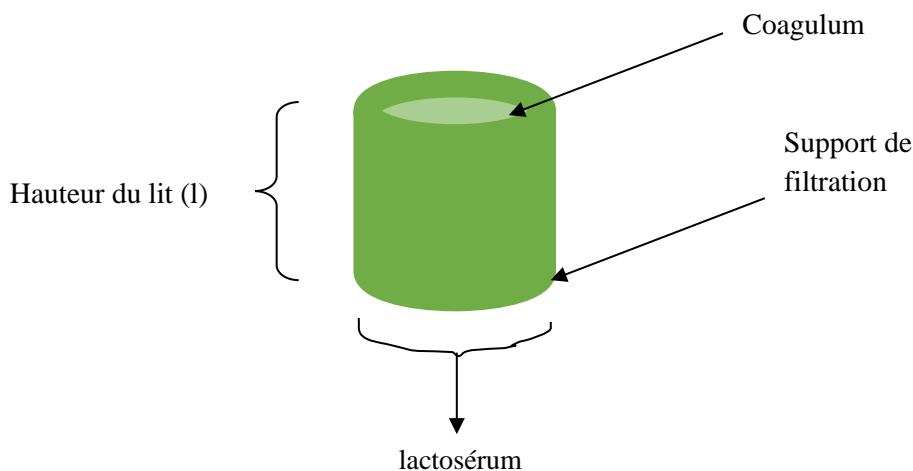


Figure 2 : Schématisation du dispositif d'égouttage du coagulum

La loi de Darcy peut être appliquée à l'écoulement du lactosérum du coagulum (Daviau et al., 2000). Cette loi est donnée par l'équation 8 (Coulson et Richardson, 2002) :

$$U_c = K \cdot \frac{(-\Delta P)}{l} = B \cdot \frac{(-\Delta P)}{\mu \cdot l} \tag{8}$$

Où U_c est la vitesse moyenne d'écoulement du lactosérum défini par l'équation 9 :

$$U_c = \frac{1}{A} \cdot \frac{dV_f}{dt} = \frac{1}{\rho \cdot A} \cdot \frac{dM_f}{dt} \tag{9}$$

K est une constante dépendant des propriétés physico-chimiques du coagulum et du lactosérum ; B représente la perméabilité du coagulum ; $(-\Delta P)$ est la chute de pression autour du coagulum ; l est l'épaisseur du coagulum ; A est la surface de la section d'égouttage ; V_f est le volume de lactosérum traversant le coagulum à un temps t ; ρ et μ sont respectivement la masse volumique et la viscosité du coagulum.

Les propriétés physico-chimiques du coagulum et du lactosérum évoluant dans le temps et étant difficilement accessibles, la modélisation de l'évolution du volume de lactosérum écoulé a été conduite en utilisant des modèles exponentiels présentés dans le Tableau 4.

Tableau 4 : Modèles pour l'égouttage du lactosérum

Modèle	Écriture	Références
Weibull	$R_f = R_\infty \cdot (1 - \exp(-k \cdot t^n))$	Bantle et al. (2011)
Daviau	$R_f = R_{\infty 1} \cdot (1 - a \cdot \exp(-t/\tau_1)) + R_{\infty 2} \cdot (1 - b \cdot \exp(-t/\tau_2))$	Daviau et al. (2000)
Weibull modifié	$R_f = R_\infty \cdot (1 - a \cdot \exp(-k \cdot t^n))$	Présent travail

Où R_f en $g.kg^{-1}$ est défini par l'équation 10 :

$$R_f = \frac{M_f}{M_i} \tag{10}$$

Avec M la masse de lactosérum écoulé à l'instant t et M_i , la masse initiale de coagulum. $a, b, k, n, R_\infty, R_{\infty 1}$ et $R_{\infty 2}, \tau_1$ et τ_2 sont les paramètres à déterminer par régression non linéaire, à partir des données expérimentales. R_∞ est le ration de masse de coagulum obtenu à un temps infini.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1. Résultats préliminaires

3.1.1. Influence de la température d'incubation sur l'acidité, la vitesse d'égouttage, la fermeté et le rendement fromager.

Des essais de coagulation à des températures différentes ont été conduites afin de déceler la plage de température d'incubation adéquate pour l'optimisation. Les Figure 3 (a) et (b) présentent respectivement, la disposition des échantillons dans chaque étuve pour le suivi des cinétiques et le type de sonde utilisé pour la mesure de la fermeté des coagulums.



Figure 3 : (a) : Disposition des échantillons dans l'étuve pour le suivi de l'évolution du pH. (b) : Douille du texturomètre, utilisée pour la mesure de la fermeté des fromages

La Figure 4 présente les résultats obtenus. Le coagulum obtenu par incubation à 38 °C donne une meilleure texture par comparaison à ceux de 35 °C et 25 °C (Figure 2b). Ces résultats traduisent donc une fermeté plus élevée à 38 °C du fait d'une meilleure agrégation des micelles de caséines, comme l'ont mentionné (Goueddranche et al., 2001). On remarque également que plus la température d'incubation est petite, plus le temps nécessaire pour la coagulation est grand (Figure 2a). Tratnik et al. (2001) ont également coagulé le lait à 22 °C par coagulation lactique à l'aide de culture spécifique et ont obtenu un temps d'incubation de 20h30min. Les résultats montrent également que les vitesses initiales d'égouttage sont différentes et évoluent de manière croissante avec la température de coagulation du lait. Nous avons obtenu des valeurs de vitesse initiale d'égouttage en gramme de lactosérum par kilogramme de coagulum initial et par unité de temps de 26,9 ; 57,0 et 60,0 g.kg⁻¹.min⁻¹, pour les températures de 25, 35 et 38 °C, respectivement.

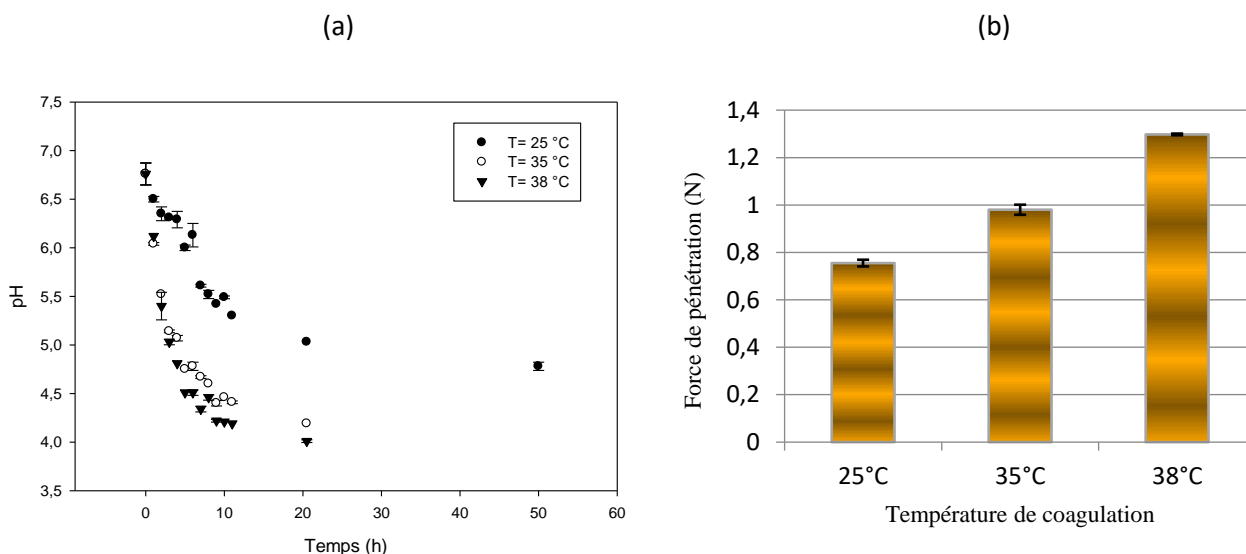


Figure 4 : Évolution du pH du lait à 25, 35 et 38 °C (a) et fermeté du coagulum obtenu (b)

Sur toute la plage de température testée, la densité d'égouttage est très élevée durant les quinze premières minutes d'égouttage ; ceci pourrait s'expliquer par le fait que la porosité du caillé par rapport à sa matière sèche est presque totalement occupée par de l'eau, en majeure partie libre (Daviau et al., 2000 ; Laithier et al. 2008). Par ailleurs, selon Goueddranche et al. (2001), les coagulums lactiques ont la particularité d'être déminéralisés et donc, conduisent à la faiblesse du réseau de maille de caséine. Ce qui sous-entend que la majeure partie de lactosérum contenue dans le coagulum occupe les espaces inter-micellaires de caséine. Au bout de 1h d'égouttage, toutes les vitesses d'égouttage tendent à être identiques et sont faibles, avec une valeur moyenne sur toutes les températures de $1,26 \pm 0,39$ g.kg⁻¹.min⁻¹, indiquant un resserrement protéique dans les différents coagulums presque identique.

La Figure 5 (a) présente les rendements fromagers obtenus par coagulation aux trois températures testées, ainsi que les résultats de l'analyse texturale des fromages obtenus. Une photo du fromage frais obtenu est présentée sur la Figure 5 (b) et permet d'apprécier visuellement le produit.

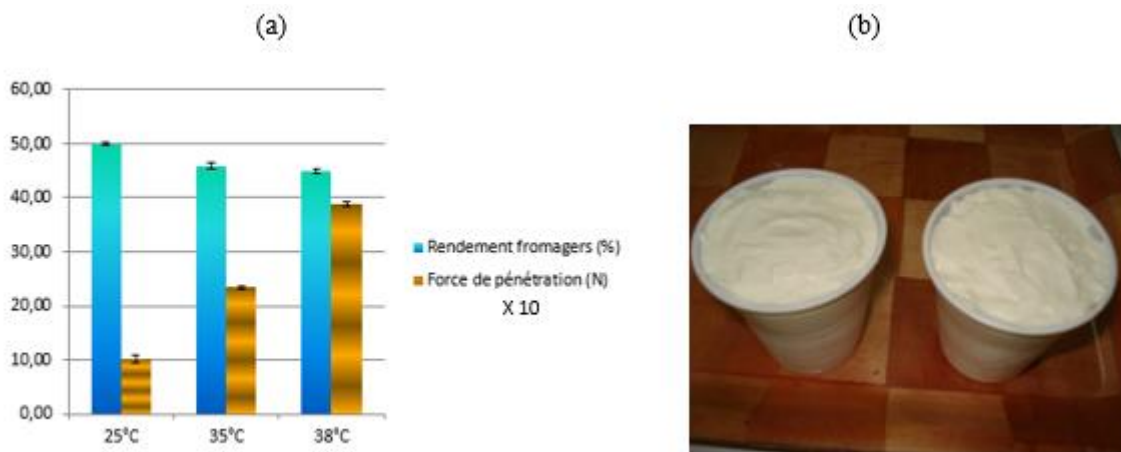


Figure 5 : (a) : Rendement fromager et texture des fromages obtenu à différentes températures de coagulation (25 ; 35 et 38 °C). (b) : Image du fromage frais obtenu à 38 °C.

La Figure 5 (a) montre une évolution décroissante du rendement fromager avec l’augmentation de la température d’incubation. Contrairement à cela, la fermeté des fromages obtenus évolue de manière croissante avec l’augmentation de la température de coagulation. Ce résultat pourrait s’expliquer par l’expulsion d’une plus grande fraction de lactosérum à 38 °C, suivie par un resserrement des espaces libérés, d’autant plus élevé que l’expulsion du petit lait est grande. Daviau et al. (2000) affirme que la porosité du coagulum diminue proportionnellement avec l’évacuation de lactosérum. Raison pour laquelle, la fermeté du coagulum augmente après égouttage comme le présente la Figure 6.

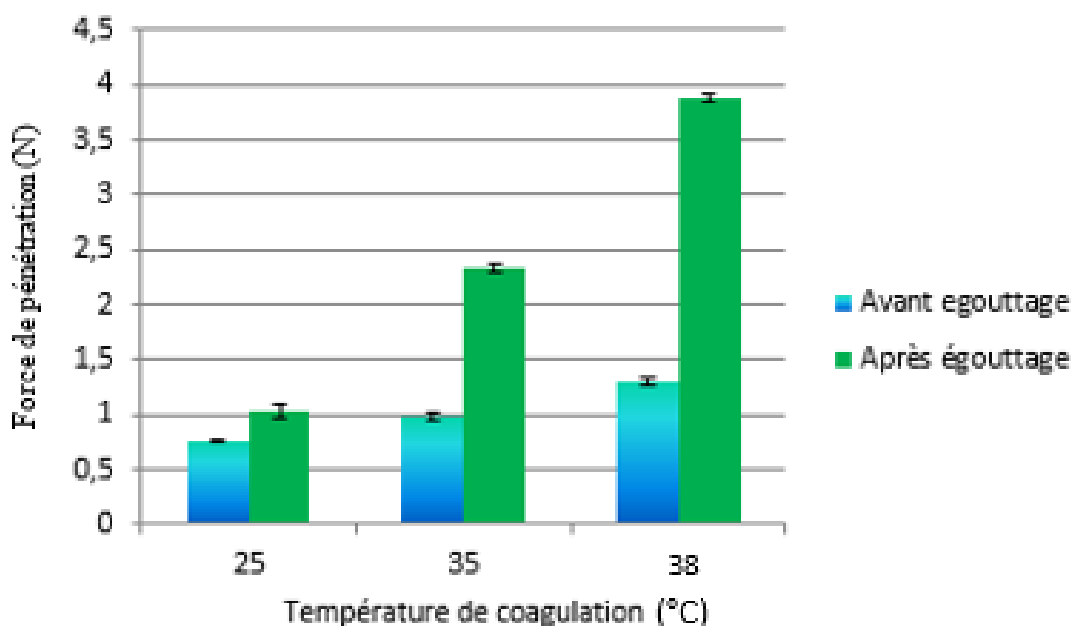


Figure 6 : Fermeté des coagulums avant et après égouttage.

Les teneurs en eau des fromages obtenus après coagulation à 25 °C, 35 °C et 38 °C varient de 77 à 80 % ; ils respectent les normes (maximum de 80 % d’humidité) du CODEX STAN 283-1978, relatives à l’humidité des fromages frais. On peut remarquer que l’augmentation de la température d’incubation, de même que l’augmentation de la fermeté des fromages ont pour conséquence la baisse de l’humidité des fromages obtenus. Ce résultat est en accord avec les travaux de Tratnik et al. (2001) lors de la coagulation du lait sans ajout de présure.

3.1.2. Influence de l'ajout de chlorure de calcium sur la fermeté et le rendement fromager

Nous avons testé l'influence de l'ajout de chlorure de calcium au lait reconstitué à différentes concentrations (variant de 0 g/L à 2,5 g/L). La Figure 7 présente l'évolution du pH et du degré Dornic au cours du temps. Cette figure montre que les temps d'incubation sont élevés par rapport à celui de la coagulation sans ajout de chlorure de calcium. La Figure 8 présente une comparaison des textures et rendements fromagers des fromages avec et sans ajout de chlorure de calcium. Cette Figure 6 montre que le chlorure de calcium n'a pas d'influence significative sur le rendement fromager, mais que par contre, il possède une influence significative sur la fermeté des fromages. En effet, Nous pouvons constater que la fermeté des fromages diminue avec l'augmentation de la teneur en chlorure de calcium du lait reconstitué. Ces résultats contredisent les propos de Vaillant (2003), de Guinee et al. (2002) et de Sung et Collins (2000) qui trouvent que le chlorure de calcium améliore la tenue et la fermeté des coagula, de même que le rendement fromager. L'utilisation de la présure comme agent coagulant ou la nature de la matière première pourrait justifier ces différences, car les constituants du lait reconstitué utilisé dans notre travail pourraient avoir subi des modifications irréversibles. Les résultats obtenus indiquent que le chlorure de calcium n'augmente pas la fermeté des fromages et par conséquent, serait sans utilité dans la fabrication des fromages frais à coagulation exclusivement lactique et à partir du lait reconstitué.

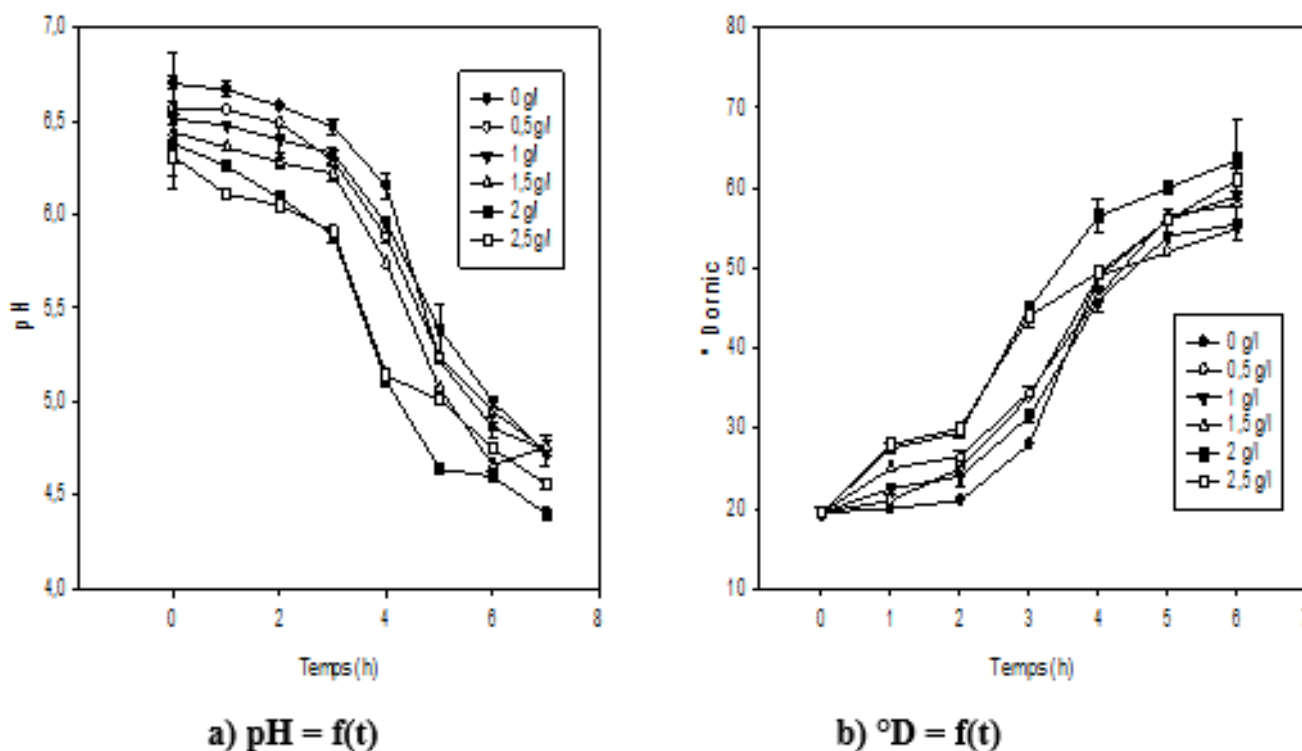


Figure 7 : Cinétique d'évolution du pH et du °Dornic en fonction du temps et de la concentration en chlorure de calcium.

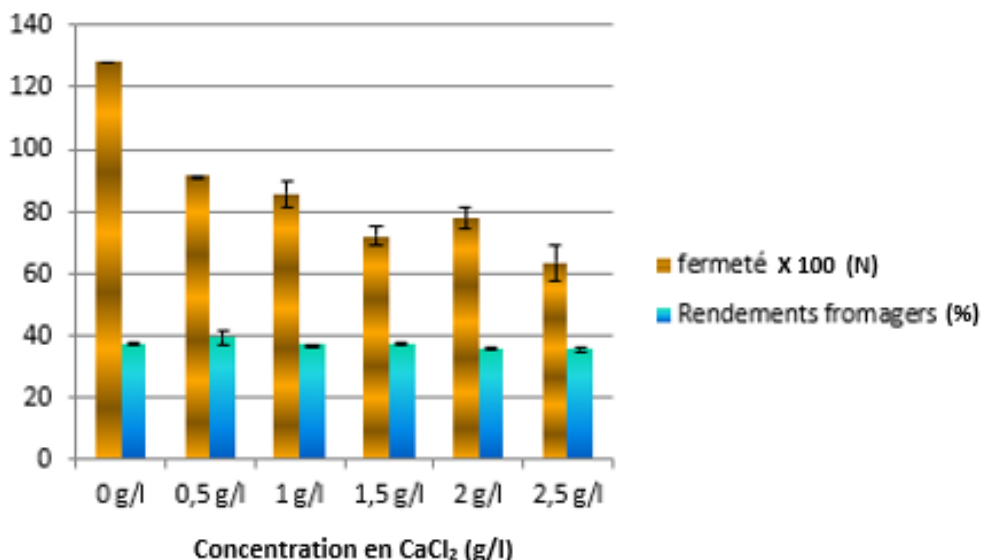


Figure 8 : Représentation des textures et rendements fromagers à différentes concentrations en CaCl₂

3.2. Modélisation du pH du lait après fermentation

3.2.1. Equation du modèle

L'équation du modèle donnée par l'équation 11 représente le comportement du pH face à la variation de concentration en extrait sec (X₁), de la température (X₂) et du temps d'incubation (X₃).

$$\begin{aligned}
 \text{pH} = & 4,64667 + 0,04875.X_1 - 0,14875.X_2 - 0,53.X_3 - 0,0845833.X_1^2 + 0,0425.X_1.X_2 \\
 & - 0,07.X_1.X_3 + 0,0204167.X_2^2 + 0,08.X_2.X_3 + 0,102917.X_3^2 \tag{11}
 \end{aligned}$$

3.2.2. Validation et interprétation du modèle

L'analyse statistique des résultats a donné une corrélation du modèle au résultat à hauteur de 95,75 % et une AAD de 0,01 %. Le modèle peut être considéré comme valide.

La Figure 9 présente le diagramme de Pareto des effets standardisés pour le pH.

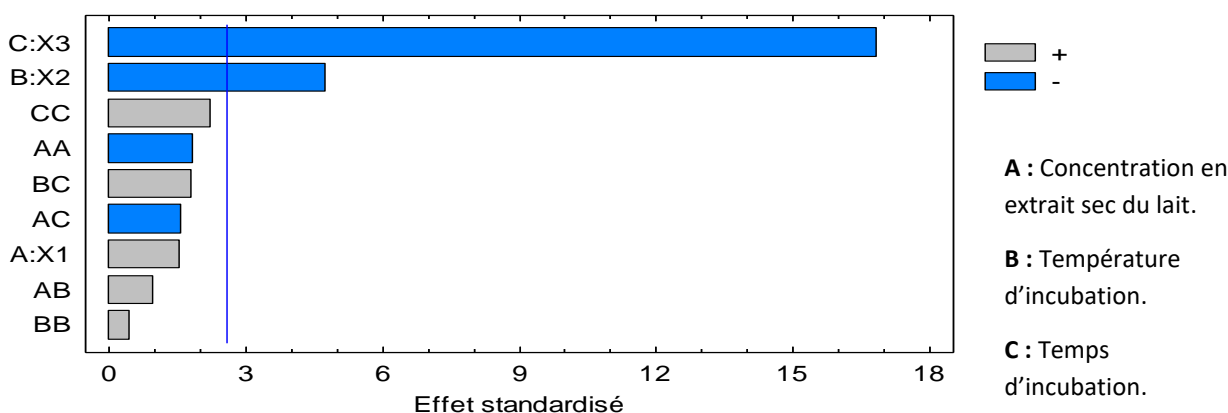


Figure 9 : Diagramme de Pareto des effets standardisés pour le pH

L'équation 11 montre que la concentration en extrait sec a une influence positive sur le pH tandis que la température et le temps d'incubation ont un effet négatif sur ce dernier. La Figure 9 montre que les facteurs ayant une influence significative à 5 % sont constitués de la température et du temps d'incubation significative à ce seuil. Ce qui est en accord avec les résultats de (Marchesseau, 1997). Par contre, l'interaction entre le temps et la température d'incubation semble avoir un effet positif sur le pH. Toutefois, cet effet n'est pas significatif à 5 % et l'effet négatif combiné de la température et du temps d'incubation est presque neuf fois supérieure à celui de l'interaction entre les deux facteurs. Quant aux facteurs quadratiques de la température et du temps, ils ont également un effet positif où, pour la température, le facteur quadratique a un effet positif de près de huit fois inférieur à l'effet négatif du facteur simple tandis que pour le temps d'incubation, il est inférieur de près de cinq fois inférieur à l'effet négatif de son facteur simple. Ces effets positifs des facteurs quadratiques de la température et du temps d'incubation peuvent être expliqués par le fait qu'il puisse arriver des moments où, les bactéries lactiques étant en phase stationnaire ou de déclin, ralentissent la production d'acide lactique au détriment de la dégradation des protéines en produits basiques et par conséquent, augmentent le pH du coagulum. Takashi et al. (1999) avait également trouver un résultat similaire. Parlant de l'effet de la concentration en extrait sec, les résultats montrent que, contrairement au facteur simple, son facteur quadratique a un effet négatif sur le pH et qui est d'ailleurs deux fois supérieur. Ce qui indique qu'une concentration en extrait sec trop élevé induira une diminution du pH. Ceci peut s'expliquer par l'apport d'une grande quantité de lactose. En effet, une quantité élevée de lactose signifie une plus grande quantité de substrat pour les bactéries lactique et donc, une meilleure multiplication de ces derniers du fait des conditions favorables. Toutefois, il ne faut pas négliger l'effet de la température même comme son interaction avec la concentration en extrait sec n'est pas significative à 5 %. En effet, nous remarquons que l'interaction entre cette concentration et la température d'incubation a un effet positif sur le pH comme pour la concentration prise seul tandis son interaction avec le temps a un effet négatif sur le pH.

3.2.3. Représentation graphique du modèle

La Figure 10 présente les surfaces de réponse du modèle empirique obtenu pour la variation de pH en fonction de la concentration en extrait sec du lait, la température et le temps d'incubation.

La représentation des surfaces de réponses montre que le pH du lait diminue presque linéairement avec l'augmentation de température. Par contre, le pH semble augmenter dans un premier temps avec l'augmentation de la concentration en extrait sec et ensuite, il a tendance à diminuer avec cette augmentation. En effet, Cela peut être dû au fait qu'à un moment donné, la concentration en lactose devient tellement élevée que l'action de bactéries lactique se voit inhiber. Le temps a une influence négative sur le pH où cette influence semble être linéaire. Cette influence semble être plus importante que celle de la température. Ainsi, nous pouvons arriver à la conclusion selon laquelle, nous pouvons avoir une assez bonne coagulation à toutes températures, cela à condition de trouver le temps adapté à ces dernières.

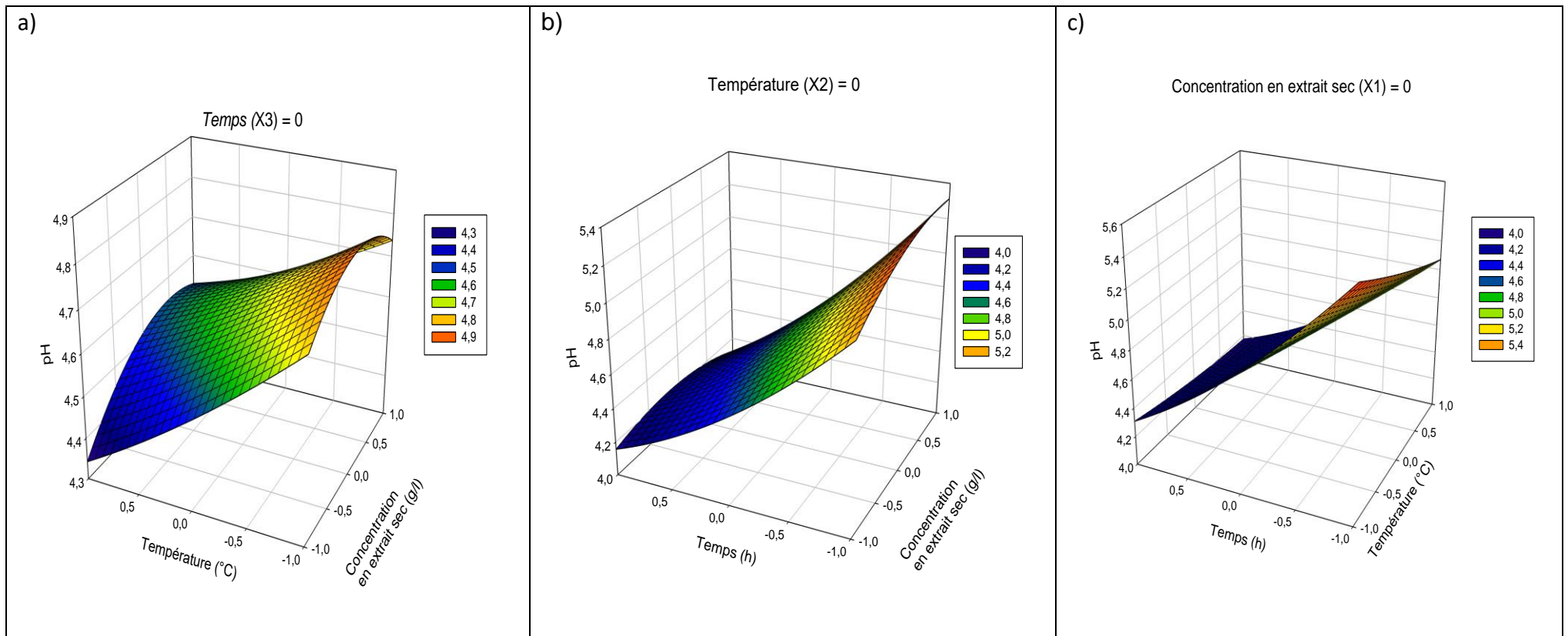


Figure 10 : Surfaces de réponse de l'évolution du pH en fonction des facteurs.

3.3. Modélisation de la force de pénétration après coagulation sans réfrigération

3.3.1.- Equation du modèle

L'équation du modèle se présente comme suit (équation 12) :

$$FPc = 0,59 + 0,065625.X_1 + 0,05875.X_2 + 0,245625.X_3 + 0,0025.X_1^2 - 0,04125.X_1.X_2 - 0,01.X_1.X_3 - 0,02875.X_2^2 - 0,03625.X_2.X_3 - 0,1825.X_3^2 \tag{12}$$

3.3.2. Validation et interprétation du modèle

L'analyse statistique du modèle proposé donne une corrélation de 90,56 % et une AAD de 0,96 %. Le modèle peut être considéré comme valide. Les résultats montrent que la concentration en extrait sec et le temps d'incubation présentent des effets positifs sur la force de pénétration de façon significative au seuil de 5 % tandis qu'à ce même seuil, le facteur quadratique du temps a un effet négatif sur la fermeté du coagulum (Figure 11).

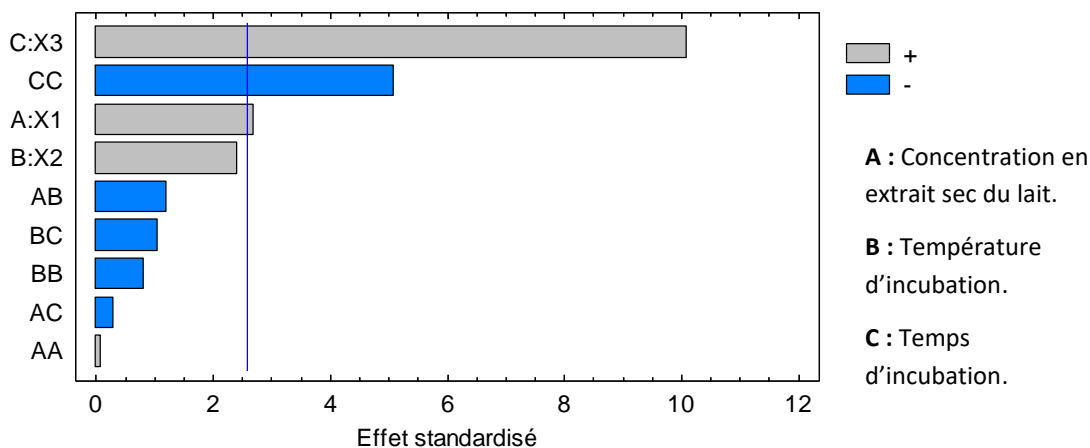


Figure 11 : Graphique de Pareto des effets standardisés pour la force de pénétration (FPc).

En effet, l'augmentation de la température et du temps d'incubation pour effet d'améliorer la formation de gel, de même que la teneur en protéine par l'intermédiaire de la concentration en extrait sec. Ce résultat est en accord avec les résultats de (Madadlou et al., 2006). Toutefois, l'influence négative du facteur quadratique du temps d'incubation peut s'expliquer par l'apparition du phénomène de synérèse qui, malgré le resserrement protéique qui augmente la fermeté (Daviau et al., 2000), induit la présence d'un peu de lactosérum au-dessus du coagulum, qui pourrait réduire la force de pénétration. La teneur en protéine a un effet positif sur la fermeté du coagulum de par le facteur simple de la concentration en extrait sec et le facteur quadratique de ce dernier. Ce qui signifie que la fermeté du fromage augmente avec l'augmentation de la concentration en extrait sec (Wedholm, 2006). Notons que nous avons montré que les coagulums les plus fermes conduisent aux fromages de meilleure fermeté. Les facteurs quadratiques de température et de temps d'incubation ont des effets négatifs sur la fermeté des coagulums qui sont inférieurs de près de deux fois à l'influence positive de leur facteur simple. Toutes les interactions présentent des effets négatifs sur la fermeté des fromages.

3.3.3. Représentation graphique du modèle

La Figure 12 présente les surfaces de réponse du modèle empirique obtenu pour la variation de pH en fonction de la concentration en extrait sec du lait, la température et le temps d'incubation.

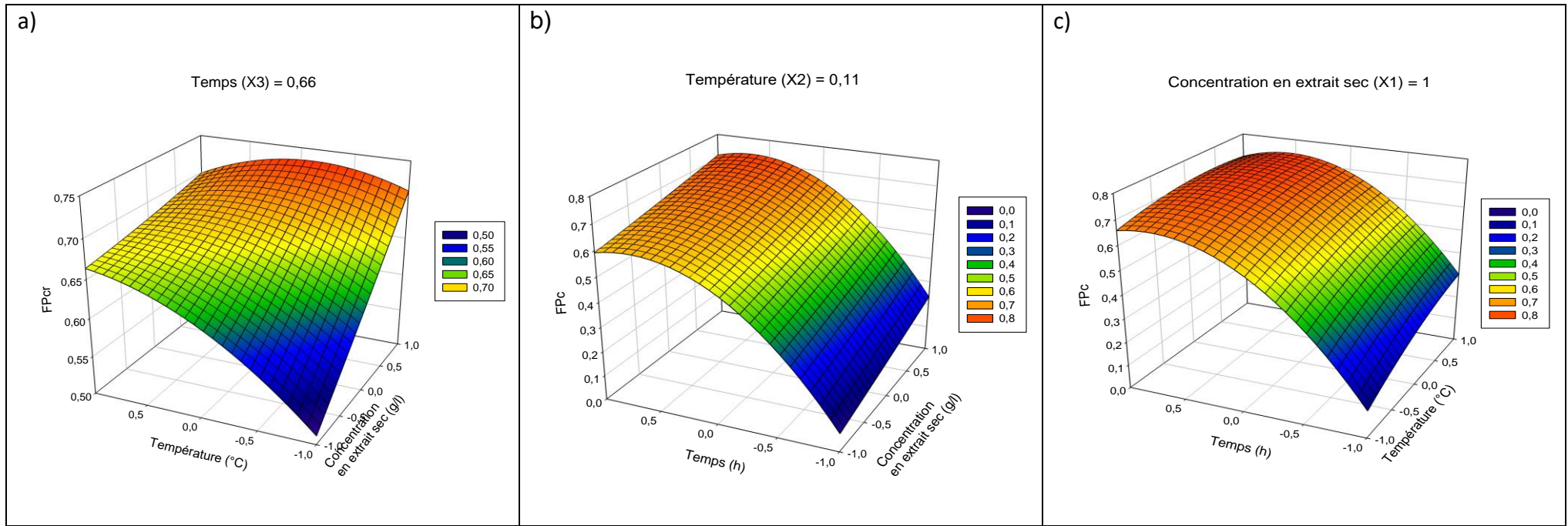


Figure 12 : Surfaces de réponse de la force de pénétration du coagulum non réfrigéré (FPc), en fonction des facteurs.

La Figure 12 (a) nous montre que la fermeté des coagulums augmente rapidement avec l'augmentation de la température et également de la concentration en extrait sec. De plus, elle semble être la plus élevée pour des grandes températures et de grandes concentrations en extrait sec. Toutefois, notons que le temps aussi a son apport. En effet, un temps trop élevé (Figures 12 b et c) a tendance à vouloir réduire la fermeté des coagulums. Ce constat pourrait s'expliquer par le fait qu'à des conditions de travail élevée, le phénomène de synérèse pourrait intervenir (Moreira et al., 1999) et la remontée du lactosérum vers le dessus du pot dans lequel s'effectue la mesure, va favoriser la fluidification du dessus et réduire la force de pénétration. Les Figures 12 (b et c) montrent également que le temps a une plus grande influence sur la fermeté du coagulum, comparé aux effets de la température et de la concentration en extrait sec.

3.4. Modélisation de la force de pénétration après coagulation et réfrigération

Le modèle obtenu pour l'évolution en fonction de la concentration en extrait sec (X_1), de la température (X_2) et du temps d'incubation (X_3) de la force de pénétration après réfrigération, est donnée par l'équation 13.

$$FP_{cr} = 1,005 + 0,085625.X_1 + 0,1475.X_2 + 0,473125.X_3 + 0,05.X_1^2 - 0,03625.X_1.X_2 + 0,0425.X_1.X_3 - 0,11125.X_2^2 - 0,01625.X_2.X_3 - 0,1925.X_3^2 \quad (13)$$

3.4.2. Validation et interprétation du modèle

L'analyse statistique du modèle proposé présente une corrélation de 95,13 % avec les valeurs expérimentales obtenus des mesures de textures effectuées à chaque expérience. L'AAD a une valeur de 1,55 ; ce qui valide le modèle. Cette corrélation est satisfaisante et indique le modèle explique le phénomène étudié de manière acceptable. La Figure 13 montre que tous les facteurs (Concentration en extrait sec, température et temps d'incubation) et ainsi que le facteur quadratique du temps ont une influence significative à 5 %. En effet, la concentration en extrait sec, la température et le temps d'incubation influence positivement la force de pénétration des coagulums et par conséquent, la fermeté des fromages (Madadlou et al., 2006, Wedholm et al., 2006) tandis que le facteur quadratique du temps influence négativement cette dernière. Ainsi, un temps trop élevé pourrait réduire considérablement la force de pénétration des fromages. Nous pouvons expliquer cela par le fait qu'après un temps assez long, la production de composés basiques qui s'installe (Takashi et al., 1999) entraine fragilise le réseau de micelle de caséine formé et déstabilise sa structure.

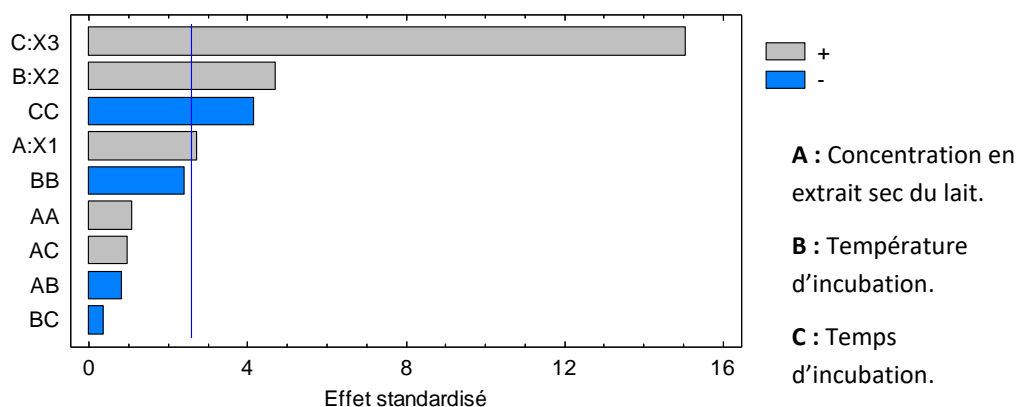


Figure 13 : Graphique des effets standardisés pour la force de pénétration (FP_{cr})

Quant au facteur quadratique de la concentration en extrait sec, elle évolue de la même manière que le facteur simple. L'interaction entre la concentration en extrait sec et le temps d'incubation semble avoir un effet positif malgré le fait qu'il soit inférieur aux effets des facteurs simples de près de treize fois. Les interactions entre cette concentration et la température, de même que celle entre la température et le temps d'incubation ont un effet négatif sur la fermeté des fromages.

3.4.3. Représentation graphique du modèle

Les surfaces de réponses résultantes des expérimentations effectuées sont données par la Figure 14 qui présente une esquisse des réponses de fermeté des coagulums obtenus suite aux variations de la concentration en extrait sec, de la température et du temps d'incubation. Les résultats sont similaires à ceux observés lors de l'étude de la force de pénétration du coagulum juste après coagulation, à la différence que, pour les coagula réfrigérés après coagulation, les valeurs mesurées des forces sont plus grandes, indiquant une fermeté plus importante du coagulum.

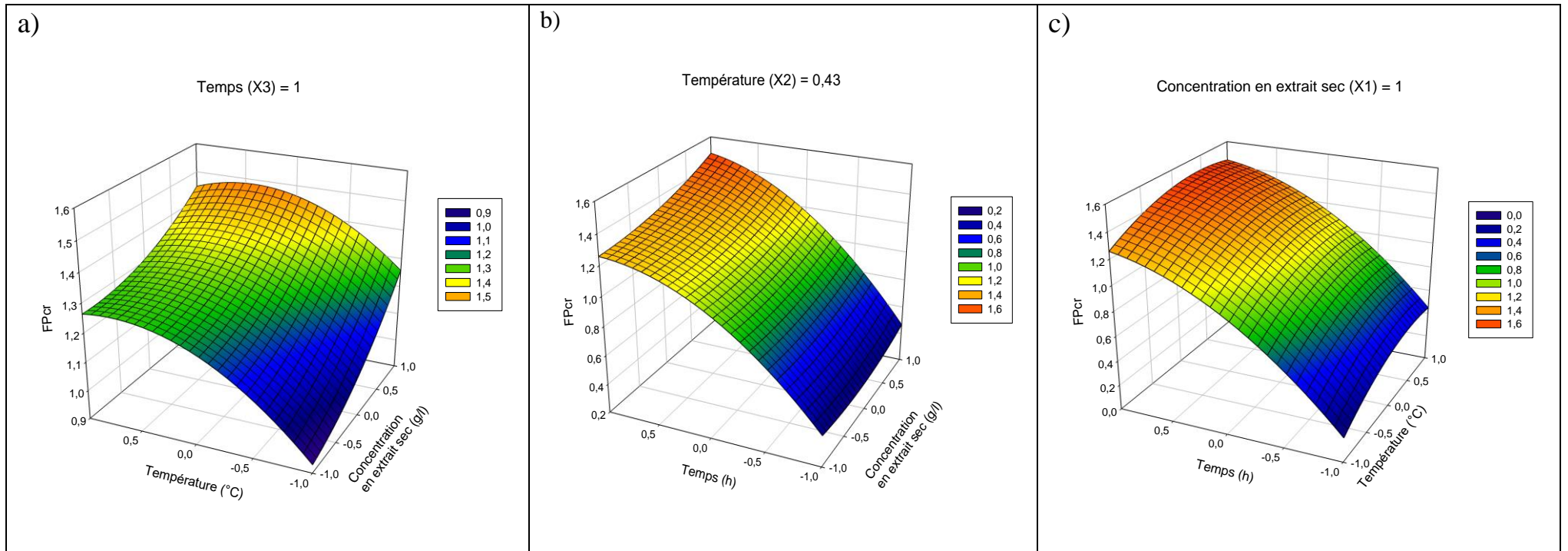


Figure 14 : Surfaces de réponse de la force de pénétration du coagulum réfrigéré (FPcr), en fonction des facteurs.

3.5. Optimisation

L'optimisation par la fonction de désirabilité a consisté à déterminer les valeurs des facteurs conférant des valeurs de forces de pénétration maximales et pour une réponse de pH du coagulum de 4,6. L'analyse des effets des facteurs sur les réponses nous a conduit à maintenir la concentration du lait reconstitué à sa valeur centrale de 140 g/L. La température optimale de coagulation et le temps d'incubation ont été respectivement, en valeur codée, de 0,4034 et de 1 soit en valeurs réelles de 38 °C et 5 h, avec une désirabilité de 0,8253. Les forces de pénétration avant et après réfrigération pour cet optimum sont respectivement de 0,6128 et 1,0463. Les résultats sont présentés sur la Figure 15.

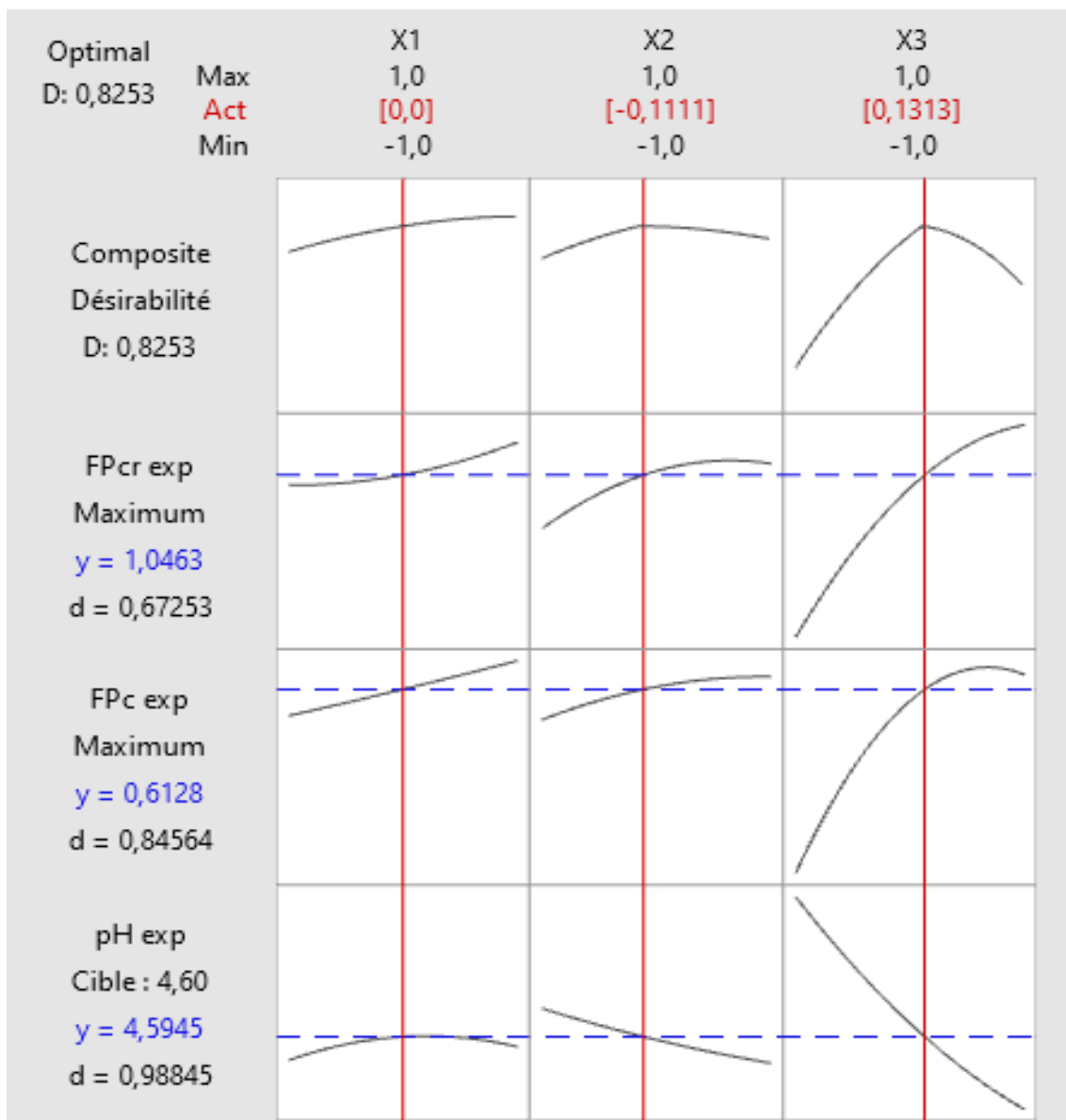


Figure 15 : Conditions optimales pour la production de fromage frais à coagulation exclusivement lactique, obtenues sur MINITAB 18.

3.6. Modélisation de l'égouttage du coagulum.

La cinétique d'égouttage du coagulum résultant de la coagulation à 38 °C pendant 5 heures suivi d'une réfrigération à 4 °C pendant 24 h a été étudiée. L'égouttage a été effectué pendant 3 h, à la pression atmosphérique, dans des mousselines contenant environ 750g de coagulum. A cet effet, la masse de lactosérum par intervalles de temps irréguliers a été mesurée. Les intervalles de temps des mesures ont varié de 15 secondes au début de l'égouttage à 15 minutes lorsque la masse de lactosérum ne variait plus beaucoup. Le Tableau 5 présente les caractéristiques des coagulums et fromages obtenus.

Tableau 5 : Caractéristiques des coagulums et fromages obtenus pour une incubation à 38 °C et pendant 5 h.

Caractéristique	Coagulum après réfrigération	Fromages frais après réfrigération
Force max de pénétration (N)	1,3 ± 0,003	3,88 ± 0,35
Humidité (%)	/	77,02 ± 0,24

Le Tableau 5 indique que le processus d'égouttage permet de tripler la force de pénétration du coagulum. Les résultats des paramètres des modèles de la cinétique d'égouttage sont présentés dans le Tableau 6. Il ressort du Tableau 5 que le modèle de Weibull et le modèle de Weibull modifié représentent le mieux, la cinétique d'égouttage du coagulum optimum, avec chacun un coefficient de détermination de 0,9997, des chis deux et racines d'erreurs quadratiques moyennes (RMSE) faibles. La Figure 16, présente les résultats de la cinétique expérimentale et modélisée.

Tableau 6 : Paramètres de validation des modèles d'égouttage.

Paramètres	Modèle de Daviau	Modèle de Weibull	Modèle de Weibull modifié
R_{∞}	-	694,6192	687,4206
k	-	0,8234	0,8332
n	-	0,5076	0,5150
a	1,3184		0,9960
b	0,5588		
$R_{\infty 1}$	308,3958		
$R_{\infty 2}$	231,1588		
τ_1	0,9948		
τ_2	0,0354		
R ²	0,9985	0,9997	0,9997
Chi 2 réduit	67,6077	11,9260	14,7319
RMSE	6,5004	3,1129	3,0344

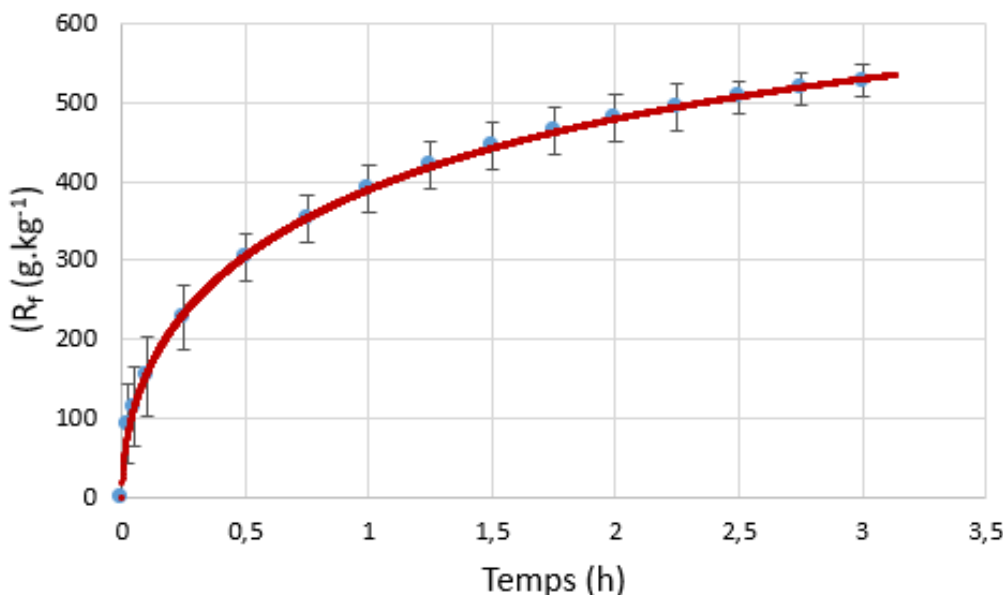


Figure 16 : Modélisation de la cinétique d’égouttage du coagulum optimum par le modèle de Weibull et le modèle de Weibull modifié.

Les modèles retenus pour l’égouttage du fromage optimum sont donnés par les équations 14 (Weibull) ou 15 (Weibull modifié) :

$$R_f = 694,6192 \cdot \left(1 - \exp(-0,8234 \cdot t^{0,5076})\right) \tag{14}$$

$$R_f = 687,4206 \cdot \left(1 - 0,9960 \cdot \exp(-0,8332 \cdot t^{0,5150})\right) \tag{15}$$

4. CONCLUSION

L’optimisation de la coagulation exclusivement lactique du lait en vue de la production de fromage à pâte fraîche a été effectuée. Les facteurs étudiés pour la détermination des paramètres à optimiser ont été la température d’incubation, le temps d’incubation et la matière sèche initiale du lait. Il ressort de nos travaux qu’une température de 38 °C et un temps de 5 h d’incubation sont suffisants pour l’obtention d’un coagulum aux bonnes propriétés physicochimiques et rhéologiques, pour une matière sèche du lait de 140 g/L. Les résultats ont également montré que la température et le temps avaient une influence significative sur le pH tandis que pour la fermeté des fromages, les influences significatives proviennent essentiellement du temps d’incubation, de la température d’incubation mais aussi de la concentration en extrait sec du lait dont les influences étaient positives. Nous montrons que la cinétique d’égouttage du coagulum exclusivement lactique suit le modèle de Weibull. Les résultats obtenus sont d’une grande utilité dans la mise en œuvre des petites unités de production de fromages frais à partir de lait reconstitué et de valorisation des sous-produits. En perspectives, il serait intéressant d’étudier le comportement en coagulation exclusivement lactique des laits frais issus des fermes locales, puis de les utiliser pour la production des fromages frais.

5. REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient le Ministère de l’Enseignement Supérieur de la République du Cameroun pour son soutien financier à travers le Compte du Fonds Spécial pour la modernisation de la recherche dans les Universités d’Etat (Décret Présidentiel N_2009/121 du 8 avril 2009).

6. CONFLITS D'INTÉRÊTS

Les auteurs n'ont déclaré aucun conflit d'intérêt.

7. RÉFÉRENCES

- AFNOR (Association Française de Normalisation), 1980. Recueil des Normes Françaises des produits dérivés des fruits et légumes. Jus de fruits, 1 ère édition. Paris (France), 327p.
- Bantle M., Kolsaker K. & Magne Eikevik T., 2011. Modification of the Weibull Distribution for Modeling Atmospheric Freeze-Drying of Food. *Drying Technology: An International Journal*, **29**(10), 1161–1169
- Bas D., Dudak F. C., Boyacı I. H., 2006. Modeling and optimization IV: Investigation of reaction kinetics and kinetic constants using a program in which artificial neural network (ANN) was integrated. *Journal of Food Engineering*, **79**, 1152–1158.
- CODEX STAN, 1978. Codex Alimentarius, International Food Standards. General standard for cheese, CXS 283-1978, 6p.
- Coulson J.M. and Richardson J.F., 2002. Coulson & Richardson Chemical engineering, **2**, Particle technology and separation processes. Backhurst, Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Daviau C., Pierre A., Famelart M-H., Goudédranche H., Jacob D., Garnier M., Maubois J.L., 2000. Characterisation of whey drainage kinetics during soft cheese manufacture in relation with the physicochemical and technological factors, pH at renneting, casein concentration and ionic strength of milk. INRA, EDP Sciences. *Lait*, **80**, 417– 432.
- Droesbeke J.J., Fine J. and Saporta G., 1997. Plans d'expériences: Applications à l'entreprise. Edition technip.
- Goudédranche H., Camier-caudron B., Gassi J.Y. and Schuck P., 2001. Procédés de transformation fromagère : F 6305, techniques de l'ingénieur.
- Guinee T. P., Feeney E. P., Auty M. A. E., Fox P. F., 2002. Effect of pH and Calcium Concentration on Some Textural and Functional Properties of Mozzarella Cheese. *Journal of Dairy Sciences*, **85**, 1655–1669.
- Jeantet R., Croguennec T., Schuck P. and Brule G., 2008. Science des aliments : Technologie des produits alimentaires. Lavoisier TEC & DOC, Lassay-les-châteaux (France).
- Laithier C., Barrucand P., Duchesne C., 2008. Evaluer et maîtriser la texture des fromages de chèvre jeunes à coagulation lactique. Compte rendu office de l'élevage – Synthèse, Institut Technique des Produits Laitiers, ENILIA de Surgères.
- Madadlou A., Khosroshahi A., Mousavi S. M., Djome Z. E., 2006. Microstructure and Rheological Properties of Iranian White Cheese Coagulated at Various Temperatures. *Journal of Dairy Sciences*, **89**, 2359–2364.
- Marchesseau S., Gastaldi E., Lagaude A., Cuq J. L., 1997. Influence of pH on Protein Interactions and Microstructure of Process Cheese. *Journal of Dairy Sciences*, **80**, 1483–1489.
- Moreira M., Abraham A. and De Antoni G., 1999. Technological Properties of Milks Fermented with Thermophilic Lactic Acid Bacteria at Suboptimal Temperature. *Journal of Dairy Sciences*, **83**, 395–400.
- O'Connor C B. 1993. Traditional cheesemaking manual. ILCA (International Livestock Centre for Africa), Addis Ababa, Ethiopia, 50p.
- Sung N. and Collins M.T., 2020. Effect of Three Factors in Cheese Production (pH, Salt, and Heat) on *Mycobacterium avium* subsp. *paratuberculosis* Viability. *American Society for Microbiology, Applied and Environmental Microbiology*, **66**(4), 1334–1339.
- Takashi Morishita, Natsuko Tamura, Takashi Makino, Satoshi Kudo, 1999. Production of Menaquinones by Lactic Acid Bacteria. *Journal of Dairy Sciences*, **82**, 1897–1903.
- Tratnik L., Bozanic R., Miokovic G., Subaric D., 2001. Optimisation of Manufacture and Quality of Cottage Cheese. *Food Technology and Biotechnology*, **39**(1), 43–48.
- Vaillant E., 1924. L'emploi du chlorure de calcium dans la fabrication du fromage de maroilles. *Le Lait*, INRA Editions, **4**(31), 7–10.
- Wedholm A., Larsen L. B., Lindmark-Mansson H., Karlsson A.H., and André A. 2006. Effect of Protein Composition on the Cheese-Making Properties of Milk from Individual Dairy Cows. *Journal of Dairy Sciences*, **89**(9), 3296–3305.