

# **ANALYSE THERMOGRAVIMETRIQUE ET FRAUDES SUR LES ORIGINES DANS LA FABRICATION DES FROMAGES**

*J. M. Resa and T. Quintana*

Department of Chemical Engineering Faculty of Pharmacy, University of the Basque Country, Vitoria, 01007, Spain

## **Abstract**

It has been performed a research of a quick method in order to verify adulterations in the manufacture of cheeses. In particular we have studied "Idiazabal", produced in Basque County of the milk of "latxa" sheep, which is spread on this area.

The principal and more common adulteration is caused by the mixture of sheep's milk with cow's milk, with the corresponding lost of quality. In this way, TG has been applied to several samples of probable fraudulent milk. TG and DTG curves and their respective standards bring a qualitative index of the presence or absence of cow's milk. Seeing the results, it can be deduced that the method is valid and quick for the qualitative analysis of milk mixtures.

**Keywords:** cheese, TG

## **Introduction**

Le lait de brebis, a toujours été considéré comme un produit à caractères spécifiques plus noble que les autres. Comparé au lait de vache, sa composition présente en effet d'importantes différences quantitatives. C'est ce qui justifie l'utilisation et l'extension de contrôles laitiers par des méthodes de routine comme celle qui est proposée dans cette étude ainsi que le prix du lait en fonction de sa composition.

L'importance acquise aujourd'hui par les normes légales et les dénominations d'origine dans la fabrication d'un produit alimentaire déterminé est connue par tous. Nous avons donc appliqué notre étude au cas particulier du fromage de dénomination d'origine "Idiazabal", obtenu à partir de lait de brebis élevées dans les pâturages de notre communauté afin de le protéger des fraudes éventuelles.

Ces dernières peuvent être multiples. Dans le cas du fromage il y a lieu de mettre l'accent sur la fraude par adultération qui consiste à additionner à un lait

un autre lait de valeur inférieure (lait de vache ajouté au lait de brebis, par exemple).

Plusieurs auteurs ont étudié et proposé des méthodes d'identification d'adultération. Ainsi Kuzdal-Savoie [1] utilise les différences en carotène des laits. D'autres comme López [2] exploitent la composition spécifique en acides gras et par chromatographie déterminent les rapports correspondants bien que les variations saisonnières diminuent la précision des résultats. Assenat [3] et Pierre et Portman [4] ont mis au point une méthode électrophorétique destinée à la mise en évidence des additions de lait de vache au lait de brebis. Pour leur part, Durand [5] et Levieux [6] utilisent une méthode immunologique adoptée officiellement par les services français de répression des fraudes. De plus, nous citerons la technique d'isoélectroenfoque de Ruiz et Santillana [7] pour la détermination des mélanges de laits. Nous n'avons trouvé dans la littérature aucune méthode semblable à la notre.

On doit donner en effet la préférence aux méthodes analytiques de détection des adultérations en tant que moyens convenables de préservation et d'amélioration de la qualité des laits et des produits dérivés.

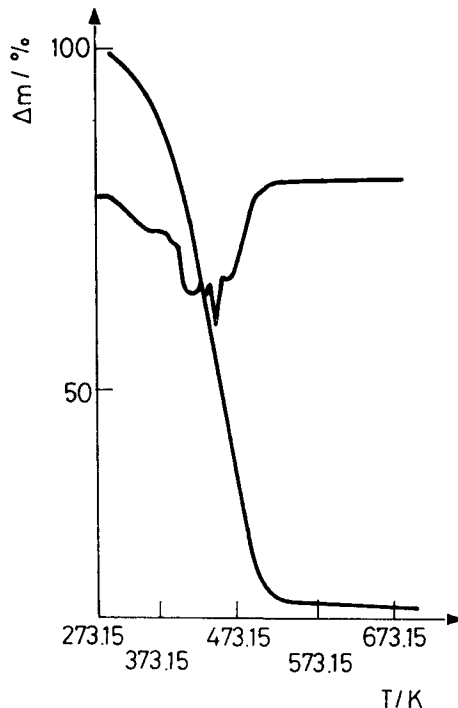


Fig. 1 Courbes thermoanalytiques du lait de brebis

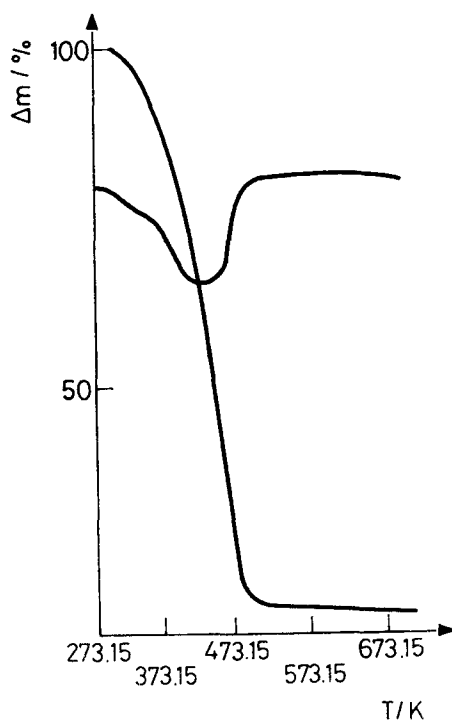


Fig. 2 Courbes thermoanalytiques du lait de vache

## Partie expérimentale

Nous avons analysé par thermogravimétrie 15 échantillons liquides de mélanges de lait ainsi que des étalons purs de vache et de brebis. La quantité à analyser a été dans tous les cas de 40 mg. Un équipement Perkin-Elmer composé d'une thermobalance modèle TGS-2 et d'un contrôleur microprocesseur System-4 a été choisi pour cette étude. La vitesse de chauffage a été de  $20 \text{ deg}\cdot\text{min}^{-1}$  sous atmosphère d'azote.

## Résultats

Les courbes thermoanalytiques obtenus dans le cas d'échantillons purs et d'échantillons frauduleux (mélange de laits de vache et de brebis) sont représentés par les figures 1 à 3.

La courbe TG de perte de poids de l'échantillon étalon de brebis (fig. 1) présente un brutal changement de pente à 413 K, moins net dans l'autre courbe thermoanalytique. La courbe dérivée DTG montre plusieurs pics marqués que

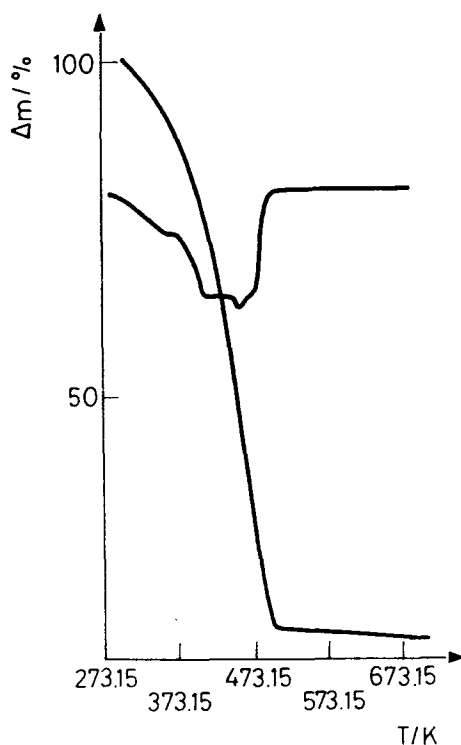


Fig. 3 Courbes thermoanalytiques du lait frauduleux

l'on n'observe pas dans le lait de vache étalon. Comme l'on pouvait s'y attendre, les échantillons de mélange ont un comportement intermédiaire dans leur forme quand on les compare aux étalons purs. La perte de poids à 673 K est la même pour les deux étalons, de l'ordre de 82%, et un peu plus forte pour le mélange (83 à 84%), ce qui n'est pas significatif et peut être dû à des pertes de poids accidentelles lors du chauffage.

### Discussion des résultats

Grâce à la méthode proposée, il nous est donc possible, à partir des courbes thermogravimétriques, de conclure quant à la présence ou l'absence de lait de vache dans les échantillons liquides utilisés dans la fabrication du fromage correspondant.

La méthode thermogravimétrique conduit à un indice qualitatif de fraude, du fait surtout de la quantité supérieure de matière grasse dans le lait de brebis due à une proportion plus élevée d'acides gras saturés (deux fois plus grande) tels

que les acide caprilique et caprique. Ces deux derniers, exprimés en % par l'index de Polenske, sont utiles pour la mise en évidence des mélanges dans les fromages mais la méthode n'est pas sensible.

En résumé, nous pouvons affirmer que la technique proposée présente l'avantage d'être un procédé analytique qualitatif très rapide et automatisé, valable pour les mélanges de laits alors que les autres méthodes, énumérées ci-dessus, sont longues et minutieuses. Elles offrent cependant la possibilité d'obtention de résultats quantitatifs.

## Bibliographie

- 1 S. Kuzdal-Savoie, *Annual. Nut. et Alim.*, 13 (1959) 207.
- 2 R. C. López, *Annual. Soc. Española. Fis. Qui.*, T. XXXII, 315 (1934) 872.
- 3 L. Assenat, *Le lait*, 47 (1967) 496.
- 4 A. Pierre and A. Portman, *Ann. Techn. Agric.*, 19 (1970) 107.
- 5 M. Durand, M. Meusnier, J. Delahaye et P. Prunet, *Bull. Acad. Vet.*, (1974) 247.
- 6 D. Levieux, *Dossiers de l'élevage*, 2.2 (1977) 37.
- 7 E. Ruiz, I. Santillana et T. Yuste, *Bienal de Química*, (1988) 553.

**Zusammenfassung** — Es wurden Methoden zur schnellen Bestimmung von Verfälschungen bei der Käseherstellung gesucht.

Die grundsätzliche und allgemeinere Verfälschung wird durch ein Vermischen der Schafsmilch mit Kuhmilch verursacht, was sich in einer verminderten Qualität zeigt. Die TG-Technik wurde an einigen Proben wahrscheinlich verfälschter Milch angewendet. Die TG- und DTG-Kurven und die entsprechenden Standards erbringen einen Qualitätsindex für den Gehalt oder die Abwesenheit von Kuhmilch. Angesichts der Resultate kann man darauf schließen, daß es sich um eine stichhaltige und schnelle Methode zur qualitativen Analyse von Milchgemischen handelt.