الجمهورية الجزائرية الديمقر اطية الشعبية وزارة التعليم العالي والبحــث العلمي REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE Ministère de L'Enseignement Supérieur Et De La Recherche Scientifique



Université Ibn-Khaldoun, Tiaret Faculté des sciences de la nature et de la vie Département de Biologie جامعة ابن خلدون – تيارت كلية علوم الطبيعة والحياة قسم البيولوجيا

## Thèse de Doctorat

Présentée par

## **Bachir BENSALAH**

En vue de l'obtention du

## Diplôme de Doctorat L.M.D

## Filière : Sciences Biologiques

Spécialité : Biologie Moléculaire et Cellulaire

## Thème

# Caractérisation et valorisation des caséines du lait camelin dans le domaine des émulsions

Soutenue publiquement le 24/06/2023, devant le jury composé de :

Présidente:	Leila AIT ABDERRAHIM	MCA	Université de Tiaret
Directeur de Thèse:	Kamel ACEM	Professeur	Université de Tiaret
Examinateur:	Bekhaled FETTOUHI	MCA	Université de Tiaret
Examinateur:	Mohammed ZIANE	Professeur	U. Ain témouchent

Année universitaire 2022/2023

#### **REMERCIEMENTS**

Je dois remercier Allah le tout puissant pour toute la volonté et le courage qu'il m'a donné pour l'achèvement de ce travail.

J'exprime ma gratitude à mon directeur de thèse, Monsieur Kamel ACEM, Professeur à l'université de Tiaret et Directeur de Laboratoire de physiologie végétale appliquée aux cultures hors-sol, Université Ibn-khaldoun, Tiaret, pour la confiance qu'il m'a accordée en acceptant d'encadrer ce travail, ses nombreux conseils scientifiques et ses encouragements qui m'ont permis d'avancer au mieux dans ce travail, pour son soutien et ses qualités humaines. Je vous remercie pour tous vos conseils toujours pertinents et attentifs et pour l'intérêt que vous avez toujours porté sur l'avancée de mes travaux.

Je tiens sincèrement à remercier les membres du jury pour le temps qu'ils ont consacré à l'évaluation de ce travail, notamment Madame Ait abderrahim Leila, maitre de conférence à l'université de Tiaret, en tant que présidente, ainsi que, Monsieur Ziane Mohammed, Professeur à l'université de Ain témouchent, et Monsieur Fettouhi Bekhaled, maitre de conférence à l'université Ibn-khaldoun, Tiaret, en tant qu'examinateurs.

Je tiens également à exprimer mes plus vives reconnaissances à tous les membres de CFD, et à l'équipe de la formation doctorale pour leur précieux soutien et pour les pertinentes notions fournis afin d'enrichir nos connaissances dans différent sujets de la biologie. Ainsi, Je tiens à remercier tout le personnel de la faculté et de département des sciences de la nature et de la vie, Université Ibn-khaldoun, Tiaret, pour son accompagnement et les efforts déployés tout au long du cursus.

Je tiens à remercier Dr. Mohamed Kraimat, Doyen du la faculté des sciences de la nature et de la vie, université de Ghardaïa, pour avoir mis à ma disposition tout le matériel nécessaire pour la réalisation de ce travail ainsi que pour ses conseils précieux et son aide durant ce projet de thèse.

Je voudrais remercie généreusement M. Noureddine Bouras, Professeur à l'université de Ghardaïa, pour leur soutien moral et ses conseils précieux.

Mes remerciements s'adressent également à Mlle Yasmine Khane, Maitre de conférences à l'Université de Ghardaïa pour ses précieux conseils qui m'ont permis de réaliser ce travail dans des bonnes conditions.

Mes remerciements s'adressent finalement à toutes les personnes qui m'ont apporté leur aide pour la réalisation de ce travail. Que toutes ces personnes soient assurées de ma reconnaissance.

#### Résumé

Le lait de chamelle constitue l'une des principales ressources alimentaires pour les peuples nomades. Malgré sa richesse en différents composants et sa production non négligeable au niveau mondial, ce produit demeure relativement peu transformé à cause du manque d'études menées sur leurs caractéristiques et aptitudes technologiques.

La présente étude a porté sur la caractérisation microscopique, spectrale, et thermique des poudres de caséine du lait de chamelle (caséine acide et caséine présure) et l'évaluation de leurs propriétés émulsifiantes (stabilité, index de stabilité, surface inter-faciale, indice de crémage, et la taille moyenne des gouttelettes lipidiques). Les profils spectraux sont déterminés en utilisant la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), la diffraction des rayons X (DRX), et la spectroscopie photo-électronique des rayons X (XPS). Le microscope électronique à balayage (MEB) a été utilisé pour la caractérisation morphologique. Concernent les propriétés thermiques, les deux méthodes (DSC et ATG) sont appliquées. Les propriétés émulsifiantes sont évaluées en appliquant la méthode spectrophotométrique et microscopique. Des émulsion (H/E) concentrés ( $\phi = 0,4$ ) sont préparées à base des deux types de caséines camelin (acide et présure) avec des concentrations (0,5%, 1%, 1,5%, et 2%). Selon les mesures d'XPS ; les proportions atomiques de O et C des surfaces de caséine cameline générées par acidification étaient supérieures à celles obtenues par la coagulation induite par la présure, tandis que le pourcentage d'atomes de (N) était inférieur et le rapport oxygène/carbone (O/C) sur la surface de la caséine cameline produite par les deux méthodes de coagulation était comparable, où la méthode de coagulation enzymatique a donné un rapport (N/C) élevé pour la caséine de lait de chamelle. Les résultats suggèrent que la coagulation induite par la présure pourrait influencer les composants C, O, et N sur la surface de la caséine de lait de chamelle. En outre, les données de (DRX et MEB) ont révélé que l'agrégation acide a affecté la morphologie des micelles de caséine, provoquant des structures ont un taux élevé de feuillé ( $\beta$ ). D'autre part, caséines présure, ont une surface colloïdale poreuse, ainsi que, la présence de dents. A cet effet, les meilleurs indices de stabilité des émulsions (stabilité et indice de crémage) sont notés dans celles préparées à base de caséine cameline présure à 2%, par rapport à celles confectionnées à base de la caséine cameline acide.

**Mots clés** : Lait de chamelle, caséine acide, caséine présure, caractérisation, émulsion, valorisation.

#### Abstract

Camel milk is one of the main food resources for nomadic peoples. Despite its richness in different components and its significant production worldwide, this product remains relatively little transformed because of the lack of studies carried out on their characteristics and technological aptitudes.

The present study focused on the microscopic, spectral, and thermal characterization of camel milk casein powders (acid casein and rennet casein) and the evaluation of their emulsifying properties (emulsifying stability, stability index, interfacial surface, creaming index, and average lipid droplet size). The spectral profiles are determined using Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). The scanning electron microscopy (SEM) was used for morphological characterization. Concerning the thermal properties, the two methods (DSC and TGA), are applied. Emulsifying properties are evaluated by applying spectrophotometric and microscopic methods. Concentrated (O/W) emulsions ( $\phi = 0,4$ ) are prepared and stabilized by both types of caseins (acid and rennet) with concentrations (0.5%, 1%, 1.5%, and 2%). According to the XPS measurements; the atomic proportions of O and C on the camel casein surfaces generated by acidification were higher than those obtained by rennet-induced coagulation, While the percentage of (N) atoms was lower, and the oxygen/carbon (O/C) ratio on the surface of camel casein produced by both coagulation methods was comparable, where the enzymatic coagulation method gave a high (N/C) ratio for camel milk casein. The results suggest that rennet-induced coagulation could influence the C, O and N components on the surface of camel milk casein. In addition, XRD and SEM data revealed that acid aggregation affected the morphology of case in micelles, causing structures have more  $\beta$ -sheet. On the other hand, rennet caseins have a porous colloidal surface and the presence of teeth. To this end, the best emulsion stability indices (stability and creaming index) are noted in those prepared with 2% camel rennet casein, compared to those made with acid camel casein.

Keywords: camel milk, rennet casein, acid casein, characterization, emulsion, valorization

ملخص

حليب الناقة هو واحد من الموارد الغذائية الرئيسية للشعوب البدوية. على الرغم من ثراءه بمكونات مختلفة وإنتاجه الهام في جميع أنحاء العالم، لا يزال هذا المنتج غير مستغل بشكل كبير في المجالات الصناعية بسبب نقص الدراسات التي أجريت على خصائصه.

ركزت الدراسة الحالية على التشخيص المجهري، الطيفي، والحراري لمسحوق بروتينات الكازيين الخاصة بحليب الناقة (كازيين حامضي وكازيين المنفحة) وركزت الدراسة أيضا على تقييم الخصائص الاستحلابية (استقرار الاستحلاب، مؤشر الدسم، ومتوسط حجم وعدد قطرات الدهون). تم تحديد الخصائص الطيفية للكازيين الحامضي والمنفحة باستخدام جهاز "فورييه" لتحويل طيف الأشعة تحت الحمراء (IRTF)، حيود الأشعة السينية (DRX) ، التحليل الطيفي للأشعة السينية (XPS). وتم استخدام المجهر الإلكتروني (MEB) من أجل فحص الملامح الخارجية. فيما يتعلق بالخصائص الحرارية ، تم تطبيق الطريقتين (DSC و ATG). وقد تم تقييم خصائص الاستحلاب من خلال تطبيق طرق القياس الطيفي وباستعمال المجهر الضوئي، بحيث تم تحضير المستحلبات (H/E) المركزة  $(0,4)=\phi$ ) عن طريق كلا النوعين من الكازبين (الحامضي والمنفحة) مع التركيزات (0.5 ٪ ، 1 ٪ ، 1.5 ٪ ، و 2 ٪). وكانت نتائج الدراسة كما يلي: وفقًا لقياسات XPS ؛ كانت النسب الذرية للأكسيجين - O والكاربون C على سطح الكازيين الناتجة عن التخثر الحمضي أعلى من تلك التي تم الحصول عليها عن طريق التخثر الناجم عن طريق المنفحة، بينما كانت النسبة المئوية لذرات الأزوت أقل. أما نسبة الأكسجين/الكربون (O/C)على سطح الكازيين الناتج عن كل من الطريقتين للتخثر متقاربة، وأيضا أعطت طريقة التخثر الأنزيمية نسبة عالية من (N/C) . وتشير النتائج إلى أن التخثر الناجم عن المنفحة أي الإنزيمات يمكن أن يؤثر على نسبة المكونات الذرية C ، O و N على سطح الكازيين. بالإضافة إلى ذلك، كشفت بيانات DRX و MEB أن طريقة التخثر بو اسطة الحمض تأثر على الشكل الخارجي للكازيين، مما تسبب في أن الهياكل البنيوية للبروتين لديها نسبة عالية من النوع eta. من ناحية أخرى، فإن الكازيين المستخلص بالمنفحة لها سطح به ثغور ووجود أشكال محدبة. وفيما يخص خاصية الإستحلاب، لوحظ أن استقرار للمستحلب ومؤشر الدهن كان أفضل بالنسبة للمستحلبات التي تم تحضير ها بو اسطة كازيين المنفحة وبنسبة 2 ٪، مقارنةً بتلك التي حضرت بالكازين الحمضي.

الكلمات المفتاحية: حليب الناقة، كازيين حامض، كازيين المنفحة، خصائص، مستحلب، تثميين.

## Liste des abréviations

AFNOR : Association française de normalisation	IR : Infrarouge
ATG : Analyse thermogravimétrique	UV : Ultraviolet
CA : Caséine acide	α-CN : Caséine alpha
Ca : Calcium	$\alpha$ -La : Alpha-lactalbumine
CMP : Caséino-macropeptide	$\alpha S_1$ -CN : Caséine alpha type $S_1$
CN : Caséine	$\alpha S_2$ -CN : Caséine alpha type $S_2$
CP : Caséine présure	β-CN : Caséine bêta
CPS: Cycle par second	$\beta$ -Lg : Beta-lactoglobuline
C.O.I: Conseil oléicole international	к-CN : Caséine kappa
DRX : Diffraction des rayons X	$\phi$ : Fraction volumique
DSA : Direction des services agricoles	
DSC : Calorimétrie à balayage différentiel	
E/H : Emulsion eau dans huile	
EST : Extrait sec totale	
FAO : Organisation pour l'alimentation et	
l'agriculture	
GDL : Glucono-Delta-Lactone	
H/E : Emulsion huile dans l'eau	
HCL : Hydrochlorique	
IC : Indice de crémage	
Ig : Immunoglobulines	
IRTF : Infrarouge à transformée de Fourier	
IgG : Immunoglobulines type G	
IS : Indexe de stabilité	
SE : Stabilité émulsifiante	
Lf : Lactoferrine	
MEB : Microscope électronique à balayage	
pH : Potentiel d'hydrogène	
pI : pH isoélectrique	
SA : Sérum albumine	
rpm: Round per minute	

{ v }

\_\_\_\_\_

XPS: X-ray photoelectron spectroscopy

## Liste des tableaux

N°	Titre	Page		
Tableau 1	Propriétés physiques de lait camelin, bovin, ovin, et caprin	07		
Tableau 2	Composition chimique de lait camelin dans différents payés			
Tableau 3	Composition proximale du lait de chamelle et d'autres animaux	10		
Tableau 4	Deux types d'émulsions simples			
Tableau 5	Deux types d'émulsions multiples	21		
Tableau 6	Différents types d'émulsions selon la taille des gouttelettes	21		
Tableau 7	Types de tensioactifs anioniques	28		
Tableau 8	Composition des émulsions à base de caséine cameline acide	47		
Tableau 9	Composition des émulsions à base de caséine cameline présure	47		
Tableau 10	Composition des émulsions à base de Tween 80			
Tableau 11	Paramètres physicochimiques des échantillons de lait camelin collectés	52		
Tableau 12	Pics d'IRTF et les groupes fonctionnels correspondants			
Tableau 13	Positions des principales bandes IRTF de la structure secondaire des protéines	60		
Tableau 14	Positions des principales bandes Raman de la structure secondaire des protéines	61		
Tableau 15	Composition élémentaire des poudres de la caséine cameline acide et présure	63		
Tableau 16	6 Paramètres de XRD des caséines camelines acides et présures			
Tableau 17	Propriétés thermiques de la caséine cameline acide et présure			
Tableau 18	Paramètres physicochimiques d'huile d'olive mesurés à 20°C			
Tableau 19	Caractérisation et description des émulsions formulées			

\_\_\_\_\_

## Liste des figures

N°	Titre			
Figure 1	Taxonomie de la famille <i>Camelidae</i>	03		
Figure 2	Aire de dispersion du dromadaire dans le monde	04		
Figure 3	Aires de distribution du dromadaire en Algérie	05		
Figure 4	Aspect visuel du lait de vache entier (a) et du lait de chamelle entier (b)	06		
Figure 5	Distribution de la taille des particules de graisse dans différents laits	11		
Figure 6	Schéma représentative de modèle de (A) micelle de caséine, et (B) sous-micelle	14		
Figure 7	Comparaison des régions sensibles à la chymosine de la caséine $\kappa$ du lait de chamelle et du lait de vache	15		
Figure 8	Proportions des différentes caséines $\alpha$ S1, $\alpha$ S2, $\beta$ et $\kappa$ des caséines totales du lait de vache ( <b>a</b> ) et du lait de dromadaire ( <b>b</b> )	15		
Figure 9	Proportions des différentes protéines du lactosérum du lait de vache ( <b>a</b> ) et du lait de dromadaire ( <b>b</b> )	17		
Figure 10	Représentation schématique des différences entre le lait de chamelle et le lait de vache : composition protéiques, tailles des micelles de caséines et des globules gras	18		
Figure 11	Mécanismes de déstabilisation des émulsions	22		
Figure 12	Etapes de l'installation du phénomène de coalescence	24		
Figure 13	Représentation schématique du mûrissement d'Ostwald	25		
Figure 14	Représentation schématique d'un agent tensioactif	26		
Figure 15	Protocole expérimental	33		
Figure 16	Photo de la caséine cameline lyophilisée (a) acide, (b) présure	57		
Figure 17	Images MEB de caséines camelines obtenus par coagulation avec (a) HCl ou (b) présure	57		
Figure 18	Spectre de l'IRTF de la caséine cameline acide et présure	58		
Figure 19	Spectre RAMAN de la caséine cameline acide et présure	61		
Figure 20	Profile d'XPS de (a) caséine cameline présure, et (b) caséine acide	64		
Figure 21	Spectres XPS de C1S, O1S et N1S de la caséine cameline acide (a, b, c) et de la caséine cameline présure (d, e, f)	65		
Figure 22	Profiles DRX des poudres de caséine cameline acide et présure	66		
Figure 23	Thermogrammes DSC de la caséine cameline acide (a) et présure (b)	67		
Figure 24	Profiles ATG de la caséine cameline acide (a) et présure	69		
Figure 25	Images microscopiques (grs. ×10) des émulsions à base de caséine cameline présure à différentes concentrations	73		
Figure 26	Images microscopiques (grs. ×10) des émulsions à base de caséine cameline acide à différentes concentrations	74		
Figure 27	Images microscopiques (grs. $\times 10$ ) des émulsions à base de Tween 80 à différentes concentrations	75		
Figure 28	Evolution du diamètre moyen les gouttelettes lipidiques en fonction du temps pour les émulsions	76		
Figure 29	Cinétique du nombre des gouttelettes lipidiques en fonction du temps	78		
Figure 30	Stabilité des émulsions étudiées en fonction du temps	<b>79</b>		
Figure 31	Evolution de l'index de stabilité au cours du temps			
Figure 32	Cinétique de la surface inter-faciale en fonction du temps			
Figure 33	Cinétique de l'indice de crémage au cours du temps			
Figure 34	Aspect macroscopique de l'indice de crémage au cours du temps	85		

- vii )

### Table des matières

Remerciements	Ι
Résumé	Π
Abstract	III
ملخص	IV
Liste des abréviations	V
Liste des tableaux	VI
Liste des figures	VII
Table des matières	
Introduction	01
Chapitre I : Synthèse bibliographique	
I.1. Aperçus sur le dromadaire	03
I.1.1. Origine du dromadaire	03
I.1.2. Répartition géographique et effectif des dromadaires	04
I.1.2.1. Répartition dans le monde	04
I.1.2.2. Répartition en Algérie	05
I.2. Aperçus sur le lait de chamelle	05
I.2.1. Production laitière du dromadaire	06
I.2.2. Propriétés spécifiques du lait de dromadaire	06
I.2.2.1. Propriétés organoleptiques	06
I.2.2.2. Propriétés physicochimiques	07
I.2.2.3. Propriétés nutritionnelles et fonctionnelles	07
I.2.2.4. Propriétés médicinales	08
I.2.3. Composition du lait de dromadaire	09
I.2.3.1. L'eau	10
I.2.3.2. Matières grasses	11
I.2.3.3 Lactose	11
I.2.3.4. Minéraux	12
I.2.3.5. Vitamines	13
I.2.3.6. Protéines	13
I.2.3.6.1. Caséines	13
I.2.3.6.2. Protéines du lactosérum	15
I.3. Comparaison générale du lait de dromadaire vs lait de vache	17
I.4. Coagulation du lait	18
I.4.1. Coagulation Acide	18
I.4.2. Coagulation Enzymatique	19
I.5. Les émulsions	19
I.5.1. Définition d'une émulsion	19
I.5.2. Types des émulsions	20
I.5.3. Stabilité des émulsions	22
I.5.4. Mécanismes de déstabilisation des émulsions	22
I.5.4.1. Crémage	23
I.5.4.2. Floculation	23
I.5.4.3. Coalescence	24
I.5.4.4. Mûrissement d'Ostwald	25
I.5.4.5. Inversion de phase	26
I.5.5. Agents émulsifiants	26
I.5.5.1. Caractéristiques des agents émulsifiants	27

I.5.5.2. Classification des agents émulsifiants	27		
I.5.5.2.1 Les agents émulsifiants naturels	27		
I.5.5.2.2 Les agents émulsifiants synthétiques	27		
I.5.6. Propriétés inter-faciales et émulsifiantes des protéines	29		
I.5.6.1. Caséines en tant qu'agent émulsifiant	31		
Chapitre II : Matériel et méthodes			
II.1. Description de la zone d'étude	32		
II.2. Matériel	32		
II.2.1. Lait camelin	32		
II.2.2. Caséines du lait camelin	32		
II.2.3. Huile d'olive	32		
II.2.4. Matériel du laboratoire	32		
II.3. Méthodes	32		
II.3.1. Protocole expérimental	35		
II.3.2. Lait camelin	34		
II.3.3. Caséines du lait camelin	34		
II.3.3.1. Ecrémage du lait camelin	34		
II.3.3.2. Caséines acides	34		
II.3.3.3. Caséines présures	34		
II.3.3.4. Lyophilisation des caséines	35		
II.3.4. Caractérisation du lait camelin	35		
II.3.4.1. Analyses physiques des échantillons de lait	35		
II.3.4.1.1. Détermination du potentiel d'hydrogène (pH)	35		
II.3.4.1.2. Détermination de la densité	35		
II.3.4.1.3. Détermination de la conductivité	35		
II.3.4.2. Analyses chimiques des échantillons de lait	36		
II.3.4.2.1. Détermination de l'acidité	36		
II.3.4.2.2. Détermination la teneur en matière sèche (extrait sec totale: EST)	36		
II.3.4.2.3. Détermination du taux de cendre	37		
II.3.4.2.4. Détermination la teneur en protéines totales	37		
II.3.4.2.5. Détermination la teneur en matière grasse	38		
II.3.4.2.6. Détermination la teneur en lactose	38		
II.3.4.2.7. Détermination la teneur en calcium	39		
II.3.4.2.8. Dosage de la vitamine C	39		
II.3.5. Caractérisation des caséines du lait camelin	40		
II.3.5.1. Analyse granulométrique	40		
II.3.5.2. Analyse morphologique par microscope électronique à balayage (MEB)	41		
II.3.5.3. Caractérisation spectrale	41		
II.3.5.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	41		
II.3.5.3.2. Raman	42		
II.3.5.3.3. Analyse de la composition de surface à l'aide de l'XPS	42		
II.3.5.3.4. Analyse cristallographique à l'aide d'un diffractomètre à rayons X (DRX)	43		
II.3.5.4. Caractérisation thermiques	43		
II.3.5.4.1. Analyses par calorimétrie à balayage différentiel (DSC)			
II.3.5.4.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)			
II.3.6. Analyses physicochimiques d'huile d'olive			
II.3.6.1. Acidité	44		
II.3.6.2. Densité	45		

II.3.6.3. Viscosité	45	
II.3.6.4. Indice de réfraction	46	
II.3.7. Caractérisation des propriétés émulsifiantes	46	
II.3.7.1. Préparation des modèles d'émulsions (H/E)	46	
II.3.7.2. Observations microscopiques des émulsions	<b>48</b>	
II.3.7.3. Mesure de la taille moyenne des gouttelettes	<b>48</b>	
II.3.7.4. Estimation du nombre de gouttelettes	<b>49</b>	
II.3.7.5. Surface inter-faciale	<b>49</b>	
II.3.7.6. Stabilité émulsifiante	<b>49</b>	
II.3.7.7. Index de stabilité émulsifiante	50	
II.3.7.8. Indice de crémage	50	
II.4. Analyses statistiques	51	
Chapitre III : Résultats et discussions		
III.1. Caractérisation du lait camelin	52	
III.1.1 Analyses physiques	52	
III.1.1.1 pH	52	
III.1.1.2. Conductivité électrique	53	
III.1.1.3. Densité	53	
III.1.2. Analyses chimiques	53	
III.1.2.1. Densité	53	
III.1.2.2. Matière sèche	54	
III.1.2.3. Cendres	54	
III.1.2.4. Protéine totale	55	
III.1.2.5. Matière grasse	55	
III.1.2.6. Lactose	55	
III.1.2.7. Calcium	56	
III.1.2.8. Vitamine C	56	
III.2. Caractérisation des caséines du lait camelin	57	
III.2.1. Analyse granulométrique	58	
III.2.2. Analyse morphologique par microscope électronique à balayage (MEB)	58	
III.2.3. Caractérisation spectrale	58	
III.2.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	59	
III.2.3.2. RAMAN	59	
III.2.3.3. Analyse de la composition de surface à l'aide de XPS	62	
III.2.3.4. Analyse cristallographique à l'aide d'un diffractomètre à rayons X (DRX)	65	
III.2.4. Caractérisation thermiques	66	
III.2.4.1. Analyse par calorimétrie à balayage différentiel (DSC)	66	
III.2.4.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)	68	
III.3. Caractérisation de l'huile d'olive	71	
III.4. Caractérisation des propriétés émulsifiantes	72	
III.4.1. Caractérisation des émulsions obtenues	72	
III.4.2. Observations microscopiques des émulsions obtenues	73	
III.4.3. Mesure de la taille moyenne des gouttelettes	76	
III.4.4. Estimation du nombre de gouttelettes		
III.4.5. Stabilité de l'émulsion	<b>79</b>	
III.4.6. Indexe de stabilité émulsifiante	81	
III.4.7. Surface inter-faciale	83	
III.4.8. Indice de crémage	84	

\_\_\_\_\_ X )\_\_\_\_\_

Conclusion générale et perspectives			
Références bibliographiques	90		
Annexes	111		
Publication & Communication			

## Introduction

#### Introduction

Le lait de chamelle est l'une des ressources alimentaires les plus importantes dans les zones climatiques chaudes (Ziaeifar *et al.*, 2018). Le lait camelin diffère du lait bovin en termes de contenu, de taux de protéines et de structure, et devrait donc avoir des propriétés fonctionnelles et bioactives uniques au lait de vache (Ereifej *et al.*, 2011). La teneur en protéines du lait camelin a fait l'objet de nombreuses recherches. Le lait de chamelle contient moins de  $\beta$ -lactoglobuline et plus de  $\beta$ -caséines, d' $\alpha$ -lactalbumine et d'albumine sérique que le lait de vache (El-Agamy, 2009). Les micelles de caséine représentent 75 à 80 % des protéines totales du lait de chamelle et sont des colloïdes d'association complexes composés de quatre phosphoprotéines naturelles,  $\alpha$ S1,  $\alpha$ S2,  $\beta$  et  $\kappa$ -caséine, ainsi que de colloïdal de phosphate de calcium (Markoska *et al.*, 2021). La  $\kappa$ -caséine forme une couche dite " poilue" à l'extérieur des micelles de caséine, d'une épaisseur d'environ 5 à 10 nm. Et elle est extrêmement sensible à la protéolyse et à la modification structurelle pendant la coagulation (Al-Shamsi *et al.*, 2018).

Différents traitements, y compris les méthodes de coagulation chimique (acide) et biologique (présure), pourraient influencer les caractéristiques structurelles et fonctionnelles des protéines de caséine telles que le comportement émulsifiant (Ortiz et al., 2004). L'acidification et l'emprésurage sont les deux procédures les plus courantes utilisés pour coaguler les micelles de caséine (Acem et al., 2018 ; Acem et al., 2020). Les deux processus qui provoquent la gélification sont un peu distincts ; la coagulation acide est généralement réalisée en ajoutant du HCL, du GDL (Glucono-Delta-Lactone) ou par la présence d'une culture bactérienne (Bjekić et al., 2021). De plus, l'agrégation acide affecte à la fois le noyau micellaire et la couche superficielle de κ-caséine (De Kruif et al., 2012). Et en raison de la perte de calcium colloïdal, les gels acides formés sont généralement plus fragiles que les gels produits par la présure (Li et Zhao, 2019). En revanche, la coagulation enzymatique est généralement effectuée par la présure, qui est un complexe enzymatique formé essentiellement par la chymosine. La réaction de cette enzyme est une hydrolyse particulière qui affecte la couche de k-caséine seulement et pas le noyau micellaire comme la coagulation acide (Li et Zhao, 2019). La présure est responsable du clivage spécifique entre la liaison Phe 97–Ile 98 de la κ-caséine de lait de chamelle (Hailu et al., 2016a). Ce clivage divise la κ-caséine en para-κ-caséine hydrophobe, qui reste à la surface de la micelle de caséine, et le caséino-macropeptide (CMP) hydrophile, qui est clivé de la micelle de caséine, entraînant l'instabilité des micelles de caséine et, comme conséquence, l'agrégation du lait (Freitas et al., 2019).

Les micelles de caséine font partie des protéines couramment utilisées comme émulsifiants dans la formulation des émulsions alimentaires en raison de leur nature amphiphile (Foegeding et Davis, 2011). La capacité des caséines à créer des contacts répulsifs entre les gouttelettes d'huile tout en formant une barrière inter-faciale résistante à la rupture, joue un rôle clé dans la prévention de la floculation et de la coalescence de l'émulsion pendant le stockage à long terme (Karaca *et al.*, 2011). De même, il est actuellement établi que les caractéristiques fonctionnelles des émulsifiants tels que les caséines sont fortement influencées par la composition de leur surface (Gaiani *et al.*, 2006). Cependant, en modifiant la couche superficielle de la κ-caséine par l'emprésurage ou l'acidification, les interactions entre les caséines ou avec les gouttelettes d'huile dans une émulsion peuvent être améliorées ou retardées. Par conséquent, la compréhension de la morphologie, des propriétés thermiques, et de la composition de surface des micelles de caséine acide et présure est essentielle pour améliorer leur stabilité au traitement et réguler leur fonctionnalités (Li et Zhao, 2019).

Selon la littérature ; les caractéristiques structurelles, et les propriétés émulsifiantes des protéines et leurs efficacité en tant que des agents émulsifiants ont été largement étudiées. Mais, peu d'études ont été menées et publiées sur les protéines du lait de chamelle lyophilisées, notamment les caséines, et aussi sur la mise en évidence de leurs caractéristiques structurelles et fonctionnelles (Murrieta-Pazos et al., 2012 ; Zouari *et al.*, 2020).

Dans ce contexte, il s'inscrit notre projet de thèse qui est subdivisée en deux grandes parties ; la première est une synthèse bibliographique résumant les principales notions présentées dans la littérature concernant le lait camelin et les émulsions, la deuxième est réservée pour la partie expérimentale dans laquelle nous avons réalisé les objectifs de notre étude qui s'articulant dans la caractérisation du lait camelin, extraction et lyophilisation des caséines camelines, analyse des propriétés morphologiques, spectrales et thermiques des caséines du lait camelin lyophilisées, et évaluation de leurs propriétés émulsifiantes, et en fin nous terminons par une conclusion générale et des perspectives.

## Chapitre I Synthèse bibliographique

#### I. Synthèse bibliographique

#### I.1. Aperçus sur le dromadaire

#### I.1.1. Origine du dromadaire

Le nom dromadaire est à l'origine dérivé du mot grec "dromeus" qui signifie coureur ou "droma" qui signifie course (Jassim et Naji, 2002). Les chameaux appartiennent à la famille des *Camelidae*, qui fait partie de l'ordre taxonomique des Artiodactyles (ongulés à doigts pairs) et du sous-ordre des Tylopodes (animaux à pieds plats) (Al-Swailem *et al.*, 2007). La famille des *Camelidae* se compose de trois genres principaux (figure 1) : le genre *Camelus* (les chameaux de l'ancien monde), le genre *Lama* et *Vicugna* (les chameaux de nouveau monde) (Khomeiri et Yam, 2015). Les espèces de chameaux du nouveau monde comprennent : *L. glama*, *L.guanicoe*, *L. pacos* et *V. vicugna* sont caractérisées par leurs petite taille et vivent dans les hauteurs des montagnes en Amérique du Sud. Tandis que les deux espèces de l'ancien monde : (*C. dromedarius*) et le (*C. bactrianus*) sont de grande taille et répandus en Afrique et en Asie. Les chameaux sont des ruminants, mais ils se distinguent des autres espèces qui appartiennent au sous-ordre des Ruminantia (en particulier la famille des bovins) par plusieurs aspects, notamment l'anatomie des pieds, le système stomacal et l'absence de cornes (Faye, 2015).



Figure 1 : La taxonomie de la famille *Camelidae* 

Les dromadaires (une bosse) vivent dans les zones chaudes arides et semi-arides du nord et de l'est de l'Afrique, ainsi qu'en Asie occidentale et en Australie (figure 2). Le chameau de Bactriane (deux bosses) habite généralement les régions froides d'Asie centrale, comme l'est et le nord de la Chine, la Mongolie, et le sud de la Russie. Le dromadaire est mince, a de longues jambes et un poil court, tandis que le chameau de Bactriane est plus trapu, a de courtes jambes

et un poil plus épais et plus long que le dromadaire (Farah, 1993). Les deux chameaux ont une grande capacité à retenir l'eau et à contrôler leur température corporelle, ce qui leur permet de résister aux conditions environnementales difficiles de ces régions (Hashim *et al.*, 2015).

Les chameaux grandissent lentement et atteignent la maturité sexuelle à l'âge de trois à cinq ans. Ils ont l'une des plus longues périodes de gestation parmi les mammifères. Les chamelles portent généralement un fœtus pendant 13 à 14 mois avant la parturition, et les naissances de jumeaux sont très rares (0,4 %) (Khanvilkar *et al.*, 2009). Une chamelle produit normalement huit petits au cours de sa vie, ce qui constitue un taux de reproduction très faible. Le dromadaire peut vivre jusqu'à 50 ans, avec une durée de vie moyenne de 28 ans.

#### I.1.2. Répartition géographique et effectif des dromadaires

#### I.1.2.1. Répartition dans le monde

Selon les statistiques de la FAO (FAOSTAT, 2021), la population mondiale des chameaux est d'environ 37,5 millions de têtes. On estime qu'environ 94 % de la population mondiale de chameaux est constituée de l'espèce *Camelus dromedarius*, tandis que les chameaux de l'espèce *Camelus Bacterianus* ne représentent que 6 %, et se trouvent principalement en Asie (Khomeiri et Yam, 2015). Cet animal désertique contribue à la survie des millions de personnes dans les régions arides et semi-arides, principalement en fournissant du lait presque toute l'année (El-Agamy, 2009).





#### I.1.2.2. Répartition en Algérie

En Algérie, le troupeau des chameaux est réparti sur 3 principales zones de reproduction : le sud-est, le sud-ouest et l'extrême sud avec respectivement 52 %, 18 % et 30 % de la population totale estimée de 379 094 têtes jusqu'à 2016 (Oulad Belkhir *et al.*, 2011). A Ghardaia, l'effectif de chameaux est d'environ de 18000 têtes selon la DSA Ghardaia (2022).



Figure 3 : Aires de distribution du dromadaire en Algérie (Saidi, 2018)

#### I.2. Aperçus sur le lait de chamelle

Le lait est un aliment complet et complexe adapté aux besoins spécifiques du chamelon pour sa croissance et son développement. Le lait de chamelle a une composition globale très proche de celle du lait bovin, notamment en ce qui concerne les macro-nutriments (protéines, matières grasses et lactose) (Walther et Sieber, 2011). Le lait de chamelle est l'un des produits les plus importants provenant des chameaux, et est considéré comme une alternative de haute qualité nutritionnelle au lait bovin, avec des qualités thérapeutiques potentielles (Khalesi *et al.*, 2017). Le lait de chamelle se caractérise par une teneur élevée en vitamine C.

#### I.2.1. Production laitière du dromadaire

La durée de lactation de la chamelle varie de 9 à 18 mois, selon les conditions environnementales et la gestion. Comme la plupart des autres espèces, les chamelles donnent la plus grande quantité de lait pendant la première période de lactation (Farah, 1993). Le rendement laitier est également influencé par plusieurs facteurs, notamment l'emplacement géographique des animaux, leur régime alimentaire, leurs conditions de vie, la forte variation génétique entre les individus, la fréquence de la traite, et la disponibilité de l'eau (Khan et Iqbal, 2001; Shehadeh et Abdelaziz, 2014). En général, le rendement laitier quotidien de la chamelle varie de 3,5 litres dans des conditions difficiles à 20 litres dans le cadre d'une gestion intensive (Khan et Iqbal, 2001).

Idrees *et al.* (2016) ont rapportés que les chamelles élevés dans le cadre d'un système d'alimentation semi-intensif étaient capables de produire plus de lait de bonne composition pendant une plus longue période de lactation, par rapport aux chamelles du système nomade.

#### I.2.2. Propriétés spécifiques du lait de chamelle

#### I.2.2.1. Propriétés organoleptiques

Le lait de chamelle se caractérise par sa couleur blanche opaque et son goût sucré et piquant, mais il peut parfois être salé (Farah, 1993 ; Al Kanhal, 2010). Le changement de son goût dépend du type de fourrage, de la disponibilité de l'eau potable, et aussi liée au type de plantes désertiques broutées (Patel *et al.*, 2016), tandis que sa couleur blanche opaque est due à la distribution fine de sa graisse dans tout le lait et à sa pauvreté relative en  $\beta$ -carotène (figure 4) (Jilo et Tegegne, 2016).



Figure 4 : Aspect visuel du lait de vache entier (a) et du lait de chamelle entier (b)

#### I.2.2.2. Propriétés physicochimiques

Les propriétés physiques du lait de chamelle et les valeurs correspondantes d'autres espèces animales sont présentées dans le tableau 1 ci-dessous. Les valeurs moyennes rapportées du pH, de la densité, et de l'acidité du lait de chamelle étaient de 6,77, 1,015 et 18 respectivement (Khaskheli *et al.*, 2005). Une valeur moyenne de pH légèrement inférieure de 6,56 et une densité moyenne plus élevée de 1,029 g/cm<sup>3</sup> ont également été rapportées pour le lait de chamelle (Farah, 1993). Ces deux valeurs étaient inférieures à celles du lait de bovin. Cette faible valeur de pH du lait de chamelle est corrélée à sa forte teneur en vitamine C, qui peut être masquée si l'animal mange des végétaux salés ou amers (Al-Juboori *et al.*, 2013).

Type de lait	Paramètres					
Type de lait	рН	Acidité (°D)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )			
Camelin	6.57 - 6.97	12 - 20	1,015 - 1,029			
Bovin	6.63 - 6.68	12 – 19	1,028 - 1,035			
Ovin	6.40 - 6.80	16 – 19	1,034 - 1,039			
Caprin	6.34 - 6.78	11 – 17	1,029 - 1,034			

Tableau 1 : Propriétés physiques de lait camelin, bovin, ovin, et caprin

Modifié à partir : (Kanwal et al., 2004 ; Khaskheli et al., 2005)

#### I.2.2.3. Propriétés nutritionnelles et fonctionnelles

Le lait de chamelle contient des niveaux importants d'agents antibactériens tels que le lysozyme, la lactoferrine et les immunoglobulines (Al Kanhal, 2010). En raison de cette abondance, il présente une grande résistance à la fermentation. Il a été observé que le lait de chamelle pasteurisé a une durée de conservation de plus de 10 jours à 4°C par rapport au lait d'autres espèces qui s'acidifie rapidement (Wernery et Gahlot, 2007). Le lait de chamelle contient un large éventail d'éléments vitaux, notamment des protéines, dans des quantités allant de 2,1 à 4,9 % (Konuspayeva *et al.*, 2009). Cette fraction protéique présente une concentration élevée d'acides aminés essentiels.

Le lait de chamelle a une concentration en matières grasses allant de 1,2 à 6,4 %, avec de faibles quantités d'acides gras à chaîne courte au prix d'acides gras à chaîne longue.

Les quantités élevées de vitamines (3,7 g/l) et de minéraux (7,9 g/l) du lait de chamelle en font un aliment diététique parfait (Konuspayeva *et al.*, 2009). Dans ce contexte, plusieurs chercheurs

ont constaté que les concentrations en Na, K, Fe, Cu et Mn sont supérieures à celles rapportées pour le lait de vache.

Plusieurs études ont indiqué que le lait de chamelle est riche en vitamines, particulièrement en vitamines D, C et celles du groupe B. Le lait de chamelle est connu pour sa concentration élevée en vitamine C, qui est trois à cinq fois supérieure à celle du lait de vache (Stahl *et al.*, 2006).

#### I.2.2.4. Propriétés médicinales

Le lait de chamelle comme le lait humain contient un pourcentage élevé de caséine- $\beta$ , qui est plus sensible à l'hydrolyse peptique que les caséines- $\alpha$ s, ceci reflète son taux de digestibilité plus élevé et une plus faible incidence d'allergie dans le tractus gastro-intestinal des nourrissons (El-Agamy *et al.*, 2009 ; Kaskous et Pfaffl, 2017). Le lait de chamelle est également dépourvu de la protéine de lactosérum  $\beta$ -lactoglobuline bovine allergique. Les personnes déficientes en lactase peuvent consommer du lait de chamelle sans réaction allergique (Sakandar *et al.*, 2018).

Le lait de chamelle est une source riche en protéines bioactives avec une activité biologique et protectrice telles que l'insuline, les lactoferrines, le lysozyme, la lactoperoxydase, l'albumine sérique, les petits peptides, et diverses classes d'immunoglobulines sont responsables à propos de ces effets (Mati *et al.*, 2017).

Des études ont prouvé que le lait de chamelle présente des avantages pour les patients atteints de diabète (Agrawal *et al.*, 2011 ; Mihic *et al.*, 2016 ; Izadi *et al.*, 2019), d'autisme (Al-Ayadhi et Elamin, 2013 ; Bashir et Al-Ayadhi, 2014) et d'allergie (Navarrete-Rodríguez *et al.*, 2018 ; Talarico *et al.*, 2021). L'effet adjuvant du lait de chamelle à l'insulinothérapie des patients diabétiques a été rapporté. Shori (2015) a rapporté que le lait de chamelle a un effet influent sur la réduction de la glycémie et donc sur les besoins en insuline et limite les complications diabétiques, telles que l'élévation du taux de cholestérol et le retard de cicatrisation des plaies. Une étude sur des rats diabétiques induits par l'alloxane a montré que le lait de chamelle a des avantages dans le traitement du diabète et joue un rôle dans la réduction de ses complications (Shehata et Moussa, 2014).

Ashraf *et al.* (2021) ont étudié la base moléculaire des propriétés antidiabétiques du lait de chamelle. Les recherches menées sur des lignées cellulaires ont montré que les protéines de lactosérum du lait de chamelle et leurs hydrolysats inhibent la dipeptidyl peptidase IV (liée à la progression du diabète) et activent positivement le récepteur de l'insuline humaine et l'absorption du glucose.

Le lait de chamelle a également démontré son efficacité chez les patients atteints d'hépatite C, la charge virale dans la majorité des sérums des patients a été réduite après la consommation de lait de chamelle (El-Fakharany *et al.*, 2017). Cette efficacité est due par les IgG camelines qui ont montré leur capacité à reconnaître et à inactiver les peptides du virus de l'hépatite C avec un effet significatif par rapport aux IgG humaines (Mullaicharam, 2014 ; El-Fakharany *et al.*, 2012). Le lait de chamelle a aussi favorisé la guérison de patients atteints d'hépatite B chronique, car il améliore la réponse immunitaire cellulaire et inhibe la réplication de l'ADN du virus (Saltanat *et al.*, 2009).

L'administration de lait de chamelle à des animaux expérimentaux a provoqué des effets de potentialisation immunitaire et a inversé la leucopénie et la perte de poids causées par le médicament cytotoxique anticancéreux Cyclophosphamide (Khan, 2017).

#### I.2.3. Composition de lait camelin

Bouhaddaoui *et al.* (2019) ont appliqué une analyse en composantes principales aux données sur le lait de chamelle provenant de différents pays d'Asie et d'Afrique, les résultats (tableau 2) ont montré que le lait de chamelle des pays d'Afrique du Nord (Mauritanie, Maroc, Algérie, et Tunisie) formait le pool 1 et était caractérisé par des niveaux élevés de graisses, de protéines et de lactose. Le pool 2 était formé par le lait de chamelle du Royaume d'Arabie Saoudite, du Pakistan et du Kazakhstan et était caractérisé par des niveaux élevés de vitamine C. Konuspayeva *et al.* (2009) ont rapporté des résultats similaires.

La composition proximale du lait de chamelle et d'autres animaux est présentée dans le (tableau 3). Le lait de chamelle, de vache et de chèvre a une composition similaire. Les variations observées dans la composition du lait de chamelle pourraient être attribuées à des facteurs génétiques (races) et à des facteurs non génétiques, c'est-à-dire les procédures de mesure analytique, les procédures d'échantillonnage du lait, les lieux et régions géographiques, le climat, la saison, les conditions environnementales, la disponibilité de l'eau, les conditions d'alimentation, le stade de la lactation, l'âge, le sexe, la condition physiologique de l'animal (Abdalla *et al.*, 2016 ; Nagy *et al.*, 2017 ; Nagy *et al.*, 2019).

	EA	SA	Maroc	Algérie	Tunisie	Soudan	Mauritanie	Ethiopie
Protéines	29,5	29	32,6	35,7	34,2	25,7	25,2	26,7
Matières grasses	25,8	32	34.9	28	37,5	25,3	29,2	24,7
Lactose	41,9	44	37,8	43,1	42,78	39,1	49,1	46,7
Cendres		7.9	8,3	7,2	7,5	5,7	11,3	

Tableau 2 : Composition chimique de lait camelin dans différents payés (g/L)

Références : (Nagy *et al.*, 2017 ; Bouhaddaoui *et al.*, 2019). EA : Émiraties Arabe, SA : Saudia Arabie.

Tableau 3 : Composition proximale du lait de chamelle et d'autres animaux

	Chamelle	Vache	Chèvre	Brebis
Protéines (%)	3,6	3,4	3,6	5,7
Matières grasses (%)	4,3	3,8	4,3	7,4
Matières sèche (%)	13	12,7	13,2	17,8
Lactose (%)	4,9	4,8	4,4	4,8
Cendres (%)	8	7	8	9

Références: (Konuspayeva et al., 2009;

Al Kanhal, 2010; Muehlhoff et al., 2013; El-Hatmi et al., 2015)

#### I.2.3.1. Eau

Parmi les composants du lait, la teneur en eau s'est avérée être le facteur le plus important affectant la composition globale du lait de chamelle. La quantité d'eau dans le lait de chamelle varie de 86 % en hiver, lorsque l'eau potable est abondante, à 91 % en été, lorsque la température varie entre 40 et 45 °C et que l'eau est rare (Farah, 1993 ; Haddadin *et al.*, 2008). Pendant les saisons sèches, la chamelle en lactation perd de l'eau dans le lait comme adaptation naturelle afin de fournir le fluide nécessaire au chamelon déshydraté, ce qui conduit à une augmentation de la quantité d'eau dans le lait de chamelle (Yadav *et al.*, 2015).

#### I.2.3.2. Matières grasses

La teneur en matière grasse du lait de chamelle varie normalement entre 1,8 et 4,3 %, cependant, il a été signalé qu'elle diminuait de 4,3 à 1,1 % dans le lait produit par les chamelles

assoiffées (Jilo et Tegegne, 2016). La matière grasse du lait des chamelles diffère de celle des autres animaux sur plusieurs aspects. Par rapport à la graisse du lait de bovin, la graisse de lait de chamelle contient une proportion plus élevée d'acides gras à longue chaîne et des quantités plus faibles d'acides gras à courte chaîne. En outre, la teneur en cholestérol de la graisse du lait de chamelle est inférieure à celle de la graisse du lait de bovin (Haddadin *et al.*, 2008). Le lait de chamelle à des globules gras caractérisés par une couleur blanche en raison de leur faible teneur en carotène (Al Kanhal, 2010). Et sont de petits taille par rapport au lait de vache (3,2 - 5,6 µm vs 4,3 - 8,4 µm), mais similaires à ceux du lait de chamelle (Meena *et al.*, 2014 ; Khalesi *et al.*, 2017).



Figure 5 : Distribution de la taille des particules de graisse dans différents laits. Modifiée à partir de (Khalesi *et al.*, 2017)

#### I.2.3.3. Lactose

La concentration de lactose dans le lait de chamelle varie de 3,3 à 5,4 %, avec une moyenne de 4,37 % (Ismaili *et al.*, 2016). Cette teneur est quasiment la même que celle du lait de vache (4,8 %). Cependant, le lait de chamelle est connu pour avoir moins d'effet sur les patients souffrant d'intolérance au lactose que le lait de vache. Le lactose du lait de chamelle est facilement digéré car il est plus exposé à l'action de la lactase (Shori, 2015). Une autre hypothèse est liée au type de lactate (D- ou L-) qui est le métabolite final de la fermentation du lactose dans le tube digestif. Dans le corps humain, le taux de métabolisme du D-lactate par la

D-hydroxy-acide déshydrogénase est un cinquième du taux de métabolisme du L-lactate par la L-lactate déshydrogénase (Ewaschuk *et al.*, 2005). La teneur en lactate total (g/L) est de 1,82 dans le lait de chamelle et de 2,49 dans le lait de vache, et la quantité de L-Lactate est 100 fois plus importante dans le lait de chamelle (2,21% du lactate total) que dans le lait de vache (0,02%). L'apparition de ces produits du métabolisme du lactose dépend principalement de la microflore du lait de chamelle et de vache. (Konuspayeva *et al.*, 2019 ; Konuspayeva, 2020).

Haddadin *et al.* (2008) ont signalé que la teneur en lactose du lait de chamelle restait presque inchangée tout au long de l'année, des premiers mois jusqu'à la fin de la lactation. La variation de la concentration de lactose dans le lait de chamelle est associée à la consommation d'eau et au type de plantes consommées par les chamelles dans les déserts. Les chameaux préfèrent les plantes halophiles telles que Atriplex, Salosa et Acacia pour satisfaire leurs besoins physiologiques en sels. C'est pourquoi le lait de chamelle est parfois décrit comme salé et d'autres fois comme amer (Al Kanhal, 2010). En cas de déshydratation, la teneur en lactose diminue dans le lait de chamelle, ainsi le goût du lait est moins sucré (Al-Juboori *et al.*, 2013).

#### I.2.3.4. Minéraux

La quantité totale de minéraux est généralement présentée comme des cendres totales et dans le cas du lait de chamelle, cette valeur se situe entre 0,60 et 0,90 % (Konuspayeva *et al.* 2009). Les teneurs en cendres des laits bovin et humain sont respectivement de 0,76 et 0,27 % (p/v) (Haenlein et Park, 2006).

Les fluctuations de la teneur en minéraux être dues aux différences d'alimentation, de race, de consommation d'eau (Haddadin *et al.*, 2008).

Les valeurs moyennes des principaux minéraux du lait de chamelle sont les suivantes : calcium, 111,4 mg/100 g, magnésium, 6,7 mg/100 g ; phosphore, 81,2 mg/100 g ; sodium, 57,8 mg/100 g ; potassium, 156. 3 mg/100 g, tandis que les concentrations dans le lait bovin sont de 119,9, 13,4, 95, 49,7 et 147,0 mg/100 g. Les concentrations de ces minéraux sont beaucoup plus faibles dans le lait humain, soit 32,4, 3,4, 14, 16 et 51,8 mg/100 g, respectivement (Soliman, 2005). En outre, la concentration de fer dans le lait de chamelle est six à dix fois plus élevée que celle du lait de bovin (Al-Awadi et Srikumar, 2001).

#### I.2.3.5. Vitamines

Haddadin, *et al.* (2008) ont rapporté que la teneur en vitamines liposolubles varie en fonction de la variation saisonnière, diminuant en été avec la diminution de la concentration en matières grasses dans le lait. Les teneurs en niacine (vitamine B3), en vitamine C et en vitamine

D sont plus élevées dans le lait de chamelle que dans le lait de vache (Khalesi *et al.*, 2017 ; Sboui *et al.*, 2016). Les teneurs en vitamine A, thiamine (B1), riboflavine (B2), acide folique et pantothénique sont plus faibles dans le lait de chamelle que dans le lait de vache et les teneurs en vitamine B12 et vitamine E sont les mêmes dans le lait de chamelle et de vache (Farah *et al.*, 1992). Le lait de chamelle a la particularité d'avoir une teneur très élevée en vitamine C par rapport au lait d'autres mammifères, ce qui contribue à abaisser le pH et donc à stabiliser le lait contre la détérioration. La concentration en vitamine C est de 184 ± 21 mg/l et 53 ± 14 mg/l dans le lait de chamelle et de vache, respectivement (Ahmed *et al.*, 2017). En moyenne, la quantité de vitamine C serait 3 à 5 fois plus élevée que dans le lait de vache (Stahl *et al.*, 2006). Et dans le lait humain (Wang *et al.*, 2011). La teneur en vitamine D serait 8 fois plus importante dans le lait frais de chamelle (15,6 ± 2,01 ng/ml) que dans le lait de vache (1,78 ± 0,99 ng/ml) (Sboui *et al.*, 2016). Le taux de β-carotène (précurseur de la vitamine A) dans le lait de chamelle a été signalé comme étant inférieur (< 3,2 µg/l) alors que le lait de vache contenait en moyenne 996 µg/l (Stahl *et al.*, 2006 ; Faye *et al.*, 2019).

#### I.2.3.6. Protéines

La teneur en protéines du lait de chamelle a été étudiée dans le monde entier et un grand nombre de références sont disponibles qui montrent une grande variabilité. Une méta-analyse de 82 références concernant la composition brute du lait de chamelle a été réalisée en 2008. Les variations de composition se sont principalement attribuée aux races des chamelles et aux conditions saisonnières (Ereifej *et al.*, 2011). La concentration moyenne en protéines du lait camelin a été enregistrée à  $3,03 \pm 0,76\%$  (p/v) (Konuspayeva, *et al.*, 2009). Les fourchettes de teneur en protéines du lait bovin et humain ont été rapportées comme étant de 3,2-3,8% (p/v) et de 1,1-1,5% (p/v), respectivement (Fuquay *et al.*, 2011).

Les protéines laitières camelin, comme celles des autres animaux, sont divisées en deux parties en fonction de leur solubilité : les caséines (insolubles dans un milieu acide) et les protéines de lactosérum (appelées protéines solubles). Les caséines précipitent à leur pH isoélectrique, qui est respectivement de 4,6 pour le lait de vache et de 4,3 pour le lait de chamelle, bien que les protéines sériques restent solubles dans cette zone de pH (Felfoul *et al.*, 2017).

#### I.2.3.6.1. Caséines

Comme dans le lait de vache, la caséine constitue la majeure partie des protéines du lait de chamelle. Le lait camelin contient de 1,63 à 2,76% de protéines de caséine qui constituent 52 à 87% des protéines totales du lait (Khaskheli *et al.*, 2005). Associées à des nano-amas de

phosphate de calcium avec les résidus sérine-phosphate et certains résidus glutamate dans les caséines  $\alpha$ S1 et  $\alpha$ S2, réticulant les protéines. Les caséines forment de grands agrégats colloïdaux stables, appelés micelles CN. Les caséines sont susceptibles de s'associer en raison des régions à forte hydrophobie et de la répartition des charges provenant de la séquence des acides aminés, de la phosphorylation et de la glycosylation. Les micelles contiennent également du magnésium, du sodium, du potassium et du citrate (Phillips *et al.*, 2009).



Figure 6 : Schéma représentative de modèle de (A) micelle de caséine, et (B) sous-micelle (Debry, 2001)

Les composants de la caséine du lait de chamelle, notamment l' $\alpha$ S<sub>1</sub>-CN, l' $\alpha$ S<sub>1</sub>-CN, la  $\beta$ -CN et la  $\kappa$ -CN sont des homologues des caséines bovines (Mati, *et al.*, 2017). La masse moléculaire estimée de la  $\beta$ -CN, de l' $\alpha$ -CN et de la  $\kappa$ -CN est respectivement de 32, 35 et 22 KDa, ce qui est considérablement plus élevé que celles rapportées pour la  $\beta$ -CN (24 KDa) et l' $\alpha$ -CN (22-27 KDa) bovines (Saliha *et al.*, 2013). La majorité des caséines camelines sont  $\beta$ -CN 65% suivies par 22%  $\alpha$ s1-CN, 9,5%  $\alpha$ s2-CN et 3,5%  $\kappa$ -CN de la caséine totale, tandis que, les caséines bovines contiennent un pourcentage élevé d' $\alpha$ -CN (38%) suivi par 36%  $\beta$ -CN et 13% de  $\kappa$ -CN de la caséine totale (Brezovečki *et al.*, 2015). Le lait de chamelle présente des concentrations plus faibles de  $\kappa$ -CN par rapport au lait bovin. En outre, le  $\kappa$ -CN de chamelle contient un résidu de proline supplémentaire dans sa séquence (Pro95), qui joue un rôle important dans sa stabilité, avec un site différent pour l'hydrolyse par la chymosine (Phe97-Ile98) par rapport au  $\kappa$ -CN bovin (Phe105-Met106) (figure 7) (Hailu *et al.*, 2016b).

Chamelle : Arg<sup>90</sup>- Pro-Arg-Pro-Arg-Pro-Ser-Phe<sup>97</sup>↓Ile<sup>98</sup>-Ala-Ile-Pro-Pro-Lys-Lys<sup>104</sup> Vache : His<sup>98</sup>-Pro-His-Pro-His-Leu-Ser-Phe<sup>105</sup>-Met<sup>106</sup>-Ala-Ile-Pro-Pro-Lys-Lys<sup>112</sup> ↓ Site de clivage de la chymosine

**Figure 7 :** Comparaison des régions sensibles à la chymosine de la caséine  $\kappa$  du lait de chamelle et du lait de vache (Lajnaf, 2017)

La distribution de taille des micelles de la caséine cameline a été rapportée comme étant entre 260 à 300 nm, ce qui est plus grand et significativement plus large que celle de la caséine bovine 100 à 140 nm. Ainsi, la faible teneur en  $\kappa$ -CN (3,5%) dans la caséine cameline par rapport à la caséine bovine (13%) pourrait être due à sa forte teneur en grandes micelles, puisque les petites micelles d'environ 60 nm contiennent 12% de  $\kappa$ -CN, les grandes micelles d'environ 200 nm contiennent seulement 2% de  $\kappa$ -CN (Omar, 2018).



**Figure 8 :** Proportions des différentes caséines  $\alpha$ S1,  $\alpha$ S2,  $\beta$  et  $\kappa$  des caséines totales du lait de vache (**a**) et du lait de dromadaire (**b**) ; CN : caséine (Lajnaf, 2017).

#### I.2.3.6.2. Protéines de lactosérum

Le lactosérum est le sous-produit fluide résultant de la précipitation des protéines du lait. La précipitation peut être facilitée par la croissance de micro-organismes, l'ajout d'acide ou d'enzymes. Mohamed (2021) a rapporté que la séparation des protéines de caséine et de lactosérum du lait de chamelle avait lieu à un pH de 4,3, tandis que pour le lait de bovin, le pH optimal pour la séparation était de 4,6.

La fraction lactosérique du lait de chamelle est très hétérogène. Contrairement aux caséines, les protéines du lactosérum ont des conformations globulaires avec des proportions élevées de leurs séquences dans des structures ordonnées. Les protéines du lactosérum présentent une plus grande hydrophilie, une moindre amphipathie et une tendance plus limitée à l'auto-association.

Elles ont une plus grande sensibilité à la chaleur mais sont moins sensibles aux changements de force ionique et de pH que les caséines. Comme caséines, les protéines de lactosérum présentent également une micro-hétérogénéité (Mohamed, 2021).

Les protéines de lactosérum cruciales trouvées dans le lait de chamelle représentent environ 20 à 25 % des protéines totales du lait de chamelle et sont l' $\alpha$ -lactalbumine ( $\alpha$ -La), la lactoferrine (LF), la sérum-albumine (SA) tandis que le lysozyme, la lactoperoxydase et les immunoglobulines font également partie des autres protéines de lactosérum trouvées dans le lait de chamelle (Khaskheli et al., 2005 ; Brezovečki et al., 2015). Les principaux composants des protéines du lactosérum de chamelle sont l' $\alpha$ -lactalbumine et la sérum-albumine d'ainsi que la lactoferrine (figure 8) (Zhao et al., 2015). Le SA, l'α-la et la LF de dromadaire ont été signalés comme ayant un poids moléculaire de 67, 15 et 79 KDa respectivement (El-Agamy, 2009 ; Saliha *et al.*, 2013). Le lactosérum de chamelle ne renferme pas le  $\beta$ -lactoglobuline ( $\beta$ -Lg) et contient une plus grande quantité d'( $\alpha$ -la) 27% et de (SA) 26% que le lactosérum bovin, alors que la (β-Lg) est la principale protéine du lactosérum bovin représentant 55% des protéines totales du lactosérum, suivie de l'( $\alpha$ -La) (20,1%). Ainsi, la concentration d'( $\alpha$ -La) dans le petitlait bovin (1,26g/L) s'est avérée plus faible que dans le petit lait de chamelle (3,5g/L) (Merin et al., 2001 ; El-Agamy, 2009 ; Hailu et al., 2016a). Le lactosérum de chamelle a également été signalé comme ayant une teneur plus élevée en LF que le lait de vache (El-Agamy, 2009). En termes de composition en acides aminés, la structure de la caséine du lait de dromadaire est similaire à celle du lait bovin ; seules quelques différences dans la structure primaire de la caséine ont été observées par rapport aux caséines bovines. La caséine cameline a une plus grande teneur en proline (9,2% dans l'αs1-CN, 4,5% dans l'αs2- CN, 17,1% dans le β-CN, et 13,6% dans le κ-CN) que la caséine bovine (8,5%, 4,8%, 16,7%, et 11,8% respectivement) (El-Agamy, 2009). Le nombre de résidus d'acides aminés des fractions de la caséine cameline a été estimé de : αs1-CN 207, αs2-CN 178, β-CN 217 et κ-CN 162 (El-Agamy, 2009). La teneur en acides aminés non essentiels à l'exception de l'arginine et les acides aminés essentiels dont : la méthionine, l'isoleucine, la leucine et la phénylalanine étaient plus élevés dans l'α-CN bovin que dans l'α-CN du lait de chamelle. En outre, la teneur en valine, phénylalanine, histidine, glycine et sérine s'est également avérée significativement plus élevée dans le  $\beta$ -CN bovin par rapport au β-CN du dromadaire. La κ-CN de chamelle contient une quantité plus élevée d'arginine et de lysine que la κ-CN bovine (Salmen et al., 2012).

La principale protéine de petit-lait cameline ( $\alpha$ -La) contient 123 résidus (similaires à l' $\alpha$ -La bovine) et un nombre plus élevé de résidus d'acides aminés antioxydants (cystéine, tryptophane

et méthionine) que l'α-La bovine (Salami *et al.*, 2009). Cependant, le nombre de résidus d'acides aminés dans la (LF) cameline est similaire à celui de la (LF) bovine (137 et 135 respectivement) (El-Agamy, 2009).



Figure 9 : Proportions des différentes protéines du lactosérum du lait de vache (a) et du lait de dromadaire (b) (Lajnaf, 2017).
β-Lg: β-lactoglobuline, α-La: α-lactalbumine, SA: Sérum Albumine, Ig: Immunoglobulines, Lf :Lactoferrine.

#### I.3. Comparaison générale du lait de chamelle vs lait de vache

Le lait de chamelle diffère du lait de vache en termes de proportions de protéines dans les phases soluble et colloïdale du lait, mais aussi en termes de taille des micelles de caséine et des globules gras (Figure 10). Outre la variation des quantités, les protéines du lait de chamelle (caséines et protéines sériques) ont une concentration en acides aminés différente de leurs équivalents bovins. Du fait de cette modification de la concentration en acides aminés, les caractéristiques physico-chimiques des protéines de lait de chamelle diffèrent de celles du lait de vache, notamment en termes de masse moléculaire, de pH isoélectrique etc.



Figure 10 : Représentation schématique des différences entre le lait de chamelle et le lait de vache : composition protéiques, tailles des micelles de caséines et des globules gras (Ereifej *et al.*, 2011, Lajnaf, 2017)

#### I.4. Coagulation du lait

La coagulation des protéines du lait est influencée par plusieurs facteurs (El-Agamy, 2009) :

- ✓ Type de coagulant : l'ajout d'acide ou une enzyme.
- ✓ La nature, la composition, et la concentration des protéines.
- ✓ La température.
- $\checkmark$  La teneur en sels de calcium.

#### I.4.1. Coagulation acide

Les produits alimentaires laitiers d'origine bovin, soit fermentés ou acidifiés ont été abondement étudiés. Ces produits ont un pH acide et sont en général obtenus suite à la dénaturation des micelles de caséines et la réorganisation des caséines dans une nouvelle matrice protéique coagulée. Des recherches sur la fermentation lactique du lait camelin ont été aussi menés. Ce lait a démontré de faible capacité à la production de gels acides (Kherouatou *et al.*, 2003 ; Hashim *et al.*, 2015). Le lait de chamelle semble avoir une stabilité physique contre une acidité accrue, contrairement au lait de vache. A pH acide, on observe un caillé hétérogène avec une structure fragile et hétérogène. Ce coagulum, semble être formé de flocons de caséine dispersés (Kherouatou *et al.*, 2003).

#### I.4.2. Coagulation enzymatique

La coagulation enzymatique du lait est principalement assurée par des enzymes protéolytiques. La première étape de cette protéolyse concerne l'hydrolyse d'un fragment de la  $\kappa$ -caséine. Ce fragment est un Glyco-macropeptide en C-terminal qui assure la stabilité des micelles de caséines, et entrave leurs agrégation à travers des répulsions électrostatiques. Ce fragment est scindé sous l'action de la présure (la Chymosine) au niveau de la région phénylalanine (en position 105) et méthionine (en position 106) dans le cas du lait vache (Figure 7). Alors que le site d'hydrolyse de la caséine- $\kappa$  du lait de chamelle est situé entre phénylalanine (en position 97) et isoleucine (en position 98). Cependant, en utilisant la même quantité de présure, le lait camelin coagule deux à trois fois plus lentement que le lait bovin (El-Agamy, 2009).

#### I.5. Les émulsions

#### I.5.1. Définition d'émulsion

Le terme (émulsion) est venu probablement du mot latin (emulgere) qui veut dire (traire) (Brochette, 2013). Les émulsions sont des dispersions fabriquées à partir de deux liquides non miscibles en présence de tensioactifs (Nielloud, 2000). Le liquide qui forme les gouttelettes est appelé phase dispersée ou phase discontinue, tandis que le second fluide est appelé phase dispersante ou phase continue. Généralement, la taille des gouttelettes des émulsions varie de 0,1 à 100  $\mu$ m (McClements, 2012). Sur la base de la dimension des gouttelettes, les émulsions sont divisées en trois groupes, les macroémulsion (> 1 $\mu$ m), les microémulsions (0,1 $\mu$ m - 1 $\mu$ m), et les nanoémulsions (<100 nm) (Shakeel *et al.*, 2012). Selon l'emplacement relatif des phases aqueuses et huileuses dans la dispersion, différentes structures d'émulsion peuvent être fabriquées (McClements et Decker, 2000).

Les émulsions se forment en induisant un cisaillement mécanique du mélange, soit à l'aide d'un homogénéisateur (haute pression) ou par barbotage, afin de créer de petites gouttelettes d'un liquide dispersées dans l'autre (Schultz *et al.*, 2004). Les émulsions sont également formées en présence d'un émulsifiant, qui comprend à la fois des composants hydrophobes et hydrophiles, qui s'intègrent à l'interface huile-eau ou eau-huile pour abaisser la tension interfaciale (Bos et van Vliet, 2001).

#### I.5.2. Types des émulsions

On peut classer les émulsions selon plusieurs critères, principalement selon la répartition des différentes phases employées. Deux types d'émulsions se distinguer :

#### • Les émulsions simples

Généralement, dans l'industrie agroalimentaire, les émulsions sont soit des mélanges huile dans eau (H/E) c'est à dire la phase dispersante est hydrophile et que la phase dispersée est lipophile, l'émulsion est dite directe, comme dans le cas du lait, des crèmes, des sauces pour salade, de la mayonnaise et des soupes. Soit des mélanges eau dans huile (E/H), ce sont des émulsions inverses se distingue par une phase dispersante lipophile et une phase dispersée hydrophile, comme dans le cas de la margarine et du beurre. Le tableau 4 représente les différentes types d'émulsions simples (Caullet *et al.*, 2017).

Tableau 4 : Deux types d'émulsions simples

Type d'émulsion	Phase dispersée	Phase dispersa	nte Représentation
Emulsion directe (H/E)	Lipophile	Hydrophile	L'huile est dispersée en gouttelettes L'eau forme la phase continue
Emulsion inverse (E/H)	Hydrophile	Lipophile	L'eau est dispersée en gouttelettes L'huile forme la phase continue

#### • Les émulsions multiples

Dans les systèmes plus avancés, les émulsions multiples (E/H/E ou H/E/H) où les nanoémulsions peuvent être formées, ce qui est particulièrement avantageux pour les applications d'administration ciblée de médicaments (Divsalar *et al.*, 2012 ; Shakeel *et al.*, 2012). Le tableau 5 représente les émulsions doubles correspondent au cas le plus simple des émulsions multiples mais qui sont les plus utilisés en tant que matrices d'encapsulation des molécules bioactifs pour éviter leurs dégradations.

Type d'émulsion	Phase dispersée	Phase dispersant	te Représentation
Dispersion d'une émulsion simple dans l'eau	simple	Hydrophile En	nulsion simple dispersé en gouttelette L'eau forme la phase continue
Dispersion d'une émulsion inverse dans l'huile	Inverse	Emu Lipophile L	lsion inverse dispersée en gouttelette 2'huile forme la phase continue

Tableau 5 : Deux types d'émulsions multiples

On peut aussi prendre en compte de l'aspect géométrique et classer les émulsions selon le critère granulométrique des gouttelettes lipidiques, soit en microémulsions, en nanoémulsions, ou bien en macroémulsions (tableau 6).

Les microémulsions sont thermodynamiquement instables, transparentes et homogènes. Ils se forment spontanément lorsque le rapport entre les différents composants est favorable (Aulton *et al.*, 2013).

Tableau 6 : Différents types	d'émulsions selon la taille de	s gouttelettes (Ad	jonu et al., 2014a)
------------------------------	--------------------------------	--------------------	---------------------

Type d'émulsion	Taille des gouttelet	tes Stabilité	Apparence
Macroémulsion	$> 1 \mu m$	Thermodynamiquement instable	Opaque
Microémulsion	0,1µm - 1µm	Thermodynamiquement instable	Transparente
Nanoémulsion	10 nm - 100 nm	Thermodynamiquement stable	Transparente

Selon certains chercheurs, la taille moyenne des gouttelettes lipidiques des microémulsions se situe entre 0,1 $\mu$ m et 1 $\mu$ m. Pour cela, elles nécessitent une forte proportion de tensioactifs, souvent associés à un second émulsifiant (Aulton *et al.*, 2013).

Contrairement aux microémulsions, les nanoémulsions sont des systèmes dont les gouttelettes sont ultrafines se situe entre 10 nm - 100 nm (Brochette, 2013). Elles nécessitent moins de tensioactifs dans leur préparation, ce sont des systèmes dont lesquels la forme des gouttelettes lipidiques est sphérique (Tadros, 2004). Aussi appelées (miniémulsions), les nanoémulsions ont suscité l'intérêt des chercheurs ces dernières décennies, que ce soit dans le domaine

pharmaceutique, cosmétique, ou encore agroalimentaire, grâce à leur stabilité et leur transparence (très faible turbidité) qui jouent avantageusement dans leur faveur (Shi, 2015; Tadros, 2004).

#### I.5.3. Stabilité des émulsions

La stabilité des émulsions est la capacité d'une émulsion à résister aux changements de ses propriétés physico-chimiques dans le temps (Hu, 2016). Plus une émulsion conserve ses propriétés longtemps, plus elle est stable. Cependant, en fait, les émulsions sont thermodynamiquement instables. Cela signifie que toute émulsion se décompose lorsque la zone de contact de deux phases est réduite. Les émulsions ont donc besoin de tensioactifs pour rester stables pendant le stockage, la manipulation, et l'utilisation. En outre, différentes technologies ont été utilisées pour améliorer la stabilité des émulsions. Les tensioactifs empêchent l'agglomération de la matière dispersée dans la phase liquide afin d'augmenter leur stabilité. Cela se fait en formant une bicouche autour de chaque particule des gouttelettes.

#### I.5.4. Mécanismes de déstabilisation des émulsions

Cinque phénomènes principaux peuvent conduire à l'instabilité de l'émulsion : (1) crémage ; (2) coalescence ; (3) floculation ; (4) Mûrissement d'Ostwald ; (5) inversion de phase.



Figure 11 : Mécanismes de déstabilisation des émulsions (Khedr, 2020)

Il existe deux formes d'instabilité, selon qu'elles sont réversibles ou irréversibles. Ainsi, la floculation et le crémage provoquent une séparation macroscopique des phases immiscibles de l'émulsion sans diminuer la quantité d'interface. Une simple agitation suffit pour que les gouttelettes de l'émulsion soient redistribuées. D'autres réactions, comme la coalescence, entraînent au contraire une réduction de la quantité d'interface et donc la destruction de l'émulsion (Tadros, 2011).
#### I.5.4.1. Crémage

Le crémage est un phénomène d'instabilité réversible qui survie obligatoirement, suite à une différence de densité entre les deux phases liquides (Springinsfeld, 2009). Dans lequel, le crémage est la séparation de l'huile de la phase aqueuse en raison de la différence de densité entre les deux phases (dispersée et continue) (Costa *et al.*, 2019). La figure 11 illustre la décomposition de l'émulsion par crémage, où la couche de gouttelettes d'huile remonte au sommet de la couche d'eau. Lorsqu'elle est sévère, elle conduit à une couche de crème en haut et de sérum en bas. A l'inverse, quand la densité de la phase dispersante se trouve élevée, cette dernière sédimente à une vitesse dépendante de la taille des gouttelettes qui la composent, de la viscosité de la phase dispersante, ainsi que de la différence de densité des deux phases (McClements, 2015). Le processus du crémage et de la sédimentation sont influencés par la taille des gouttelettes lipidiques, leurs concentrations, leurs rhéologies et leur états d'agrégation (Barkat *et al.*, 2011).

Plusieurs solutions sont discutées afin d'obtenir une émulsion stable :

- (1) minimiser la différence de densité entre la phase huileuse et la phase aqueuse.
- (2) réduire la tension inter-faciale en réduisant la taille des gouttelettes.
- (3) augmenter la viscosité de la phase continue en ajoutant un épaississant ou un gélifiant.
- (4) augmenter la concentration des gouttelettes pour empêcher le mouvement des gouttelettes.

## I.5.4.2. Floculation

La floculation est le processus d'agrégation des gouttelettes sans rupture de la couche stabilisante à l'interface huile-eau (Adams *et al.*, 2007). On pense que la floculation se produit en raison d'une insuffisance de stabilisant pendant l'émulsification. Les forces de Van der Waals, l'homogénéisation, les forces électrostatiques et stériques contribuent à la floculation (Maphosa et Jideani, 2018). Cependant, il peut également résulter de la présence d'un excès de tensioactif dans la phase continue en raison de l'effet de déplétion (Barkat *et al.*, 2011). La (figure 11) illustre la formation d'agrégats de gouttelettes par le mécanisme de floculation. En outre, le type de tensioactif et les interactions supplémentaires entre le film de tensioactif absorbé affectent également la floculation (Damodaran, 2005).

La floculation peut être réversible lorsque le système présente une faible floculation ou irréversible lorsque le système présente une forte floculation.

Ce processus provoque deux effets qui sont responsables de l'instabilité des émulsions :

- i) l'augmentation de la taille des gouttelettes qui accroît le taux d'écrémage.
- ii) l'augmentation de la probabilité de coalescence.

#### I.5.4.3. Coalescence

La coalescence est la principale cause d'instabilité de l'émulsion et se produit lorsque deux gouttelettes au contact forment un pont entre elles, fusionnant pour former une goutte plus grosse qui peut éventuellement entraîner une séparation de phase de l'émulsion (Chen *et al.*, 2013). La taille moyenne des gouttelettes augmente dans le temps, et finalement réduit la stabilité de l'émulsion (Binks *et al.*, 2000). La coalescence est irréversible et suit généralement la floculation. La (figure 11) montre l'illustration schématique de la coalescence où de petites gouttelettes dispersées s'accumulent pour former une gouttelette plus grosse. La fusion des gouttelettes entraîne le piégeage du film mince entre les gouttelettes dans la phase continue. Elle commence par la fusion du film et se termine par la rupture de celui-ci. Le processus est ainsi facilité par le taux de floculation, la faible teneur en huile, les viscosités des deux phases, la concentration en tensioactif à l'interphase, et la température élevée (Raya *et al.*, 2020).

La rupture du film liquide peut être divisée en trois étapes (figure 12) :

1- Les deux surfaces se rapprochent en drainant le liquide de la phase continue, aboutissant à la formation d'un film plat ;

2- Production de trous dans le film ;

3- Le diamètre de ce dernier grandit, entraînant la formation d'une goutte qui prend progressivement une forme sphérique.





# I.5.4.4. Mûrissement d'Ostwald

Le mûrissement d'Ostwald c'est l'augmentation progressive de la taille des gouttelettes, et se poursuivra théoriquement jusqu'à ce qu'une seule goutte soit créée, c'est-à-dire jusqu'à ce que le déphasage soit complet (figure 13) (Singh, 2017).

La polydispersité de la taille des gouttelettes est responsable de cet événement irréversible. De plus, la solubilité de la phase dispersée dans la phase continue est le moteur de cette action (McClements, 2015). En conséquence, la concentration de soluté dans les petites gouttelettes est plus élevée que dans les plus grosses gouttelettes, ce qui fait que le soluté se déplace des petites gouttelettes vers les plus grosses gouttes, en raison du gradient de concentration. En général, la mûrissement d'Ostwald est insignifiant dans les émulsions H/E car la plupart des huiles qui composent la phase dispersée sont insolubles dans l'eau (Salager, 2006).



Figure 13 : Schéma du phénomène de mûrissement d'Ostwald (Singh, 2017)

# I.5.4.5. Inversion de phase

Il s'agit d'un processus d'instabilité d'une émulsion qui se produit à partir d'un échange entre la phase dispersée et le milieu. Par exemple, une émulsion H/E peut s'inverser en une émulsion E/H, et inversement. Il existe deux types d'inversion de phase des émulsions : (1) inversion de phase transitoire, et (2) inversion de phase catastrophique. L'inversion de phase transitoire est induite par des facteurs liés au milieux tels que la température, le solvant et / ou la concentration d'électrolyte, tandis qu'une inversion de phase catastrophique est induite par l'augmentation du taux de la fraction volumique de la phase dispersée (Tadros,2011).

# I.5.5. Agents émulsifiants

Comme mentionné précédemment, les émulsions sont thermodynamiquement instables. Par conséquent, les agents émulsifiants, autrement appelés tensioactifs, sont généralement utilisés dans la formulation des émulsions pour les stabilisés, en réduisant la tension interfaciale entre les deux liquides non miscibles, en diminuant la force répulsive entre les liquides, et en diminuant l'attraction de chaque liquide pour ses propres molécules, selon la théorie de la tension superficielle de l'émulsification (Watson *et al.*, 2014).



Chaine carbonée hydrophobe

Tête polaire hydrophile

Figure 14 : Représentation schématique d'un agent tensioactif

# I.5.5.1. Caractéristiques des agents émulsifiants

Les qualités et les caractéristiques d'un agent émulsifiant idéal sont les suivantes :

1. Actif en surface et réduit la tension superficielle à moins de 0,01 n/m ;

2. S'adsorbe rapidement autour des gouttes dispersées sous forme de film condensé non adhérent qui empêche la coalescence ;

3. confère aux gouttelettes un potentiel électrique adéquat pour qu'une répulsion mutuelle se produise ;

- 4. Augmente la viscosité de l'émulsion ;
- 5. Efficace à une concentration raisonnablement faible ;
- 6. Inodore, insipide ou incolore, non toxique et non irritant ;

7. Compatible avec les autres ingrédients de la préparation ;

8. Stable et ne se détériore pas dans la préparation (Watson et al., 2014).

# I.5.5.2. Classification des agents émulsifiants

Le plus généralement, les émulsifiants ce sont des polymères utilisés à des proportions non toxiques. Il existe deux grandes catégories d'agents émulsifiants en fonction de leurs sources : les tensioactifs naturels et synthétiques.

## I.5.5.2.1. Agents émulsifiants naturels

Les émulsifiants naturels proviennent de sources naturelles telles que des végétaux ou des animaux. Ce sont principalement des protéines, des glucides, ou des polysaccharides (comprennent l'acacia, la gomme adragante, l'agar, le carragénane, et la pectine). Ces émulsifiants d'origine naturel sont ajoutés à l'eau et forment des colloïdes hydrophiles pour produire des émulsions H/E. Ils favorisent une bonne stabilité dans les émulsions alimentaires, cosmétiques, et pharmaceutiques ; cependant, ils présentent un risque élevé de développer une contamination. Par conséquent, il est nécessaire de conserver les émulsions qui sont formulées avec des émulsifiants naturels pour les protéger contre les attaques microbiennes (Watson et al., 2014). L'acacia est l'agent émulsifiant le plus courant utilisé dans la préparation d'émulsions en raison de sa capacité à fournir une stabilité à long terme sur une large gamme de pH. Il stabilise une émulsion en formant un film épais à l'interface huile-eau pour agir comme une barrière à la coalescence. De plus, la gomme adragante et la gélose sont généralement utilisées comme agent épaississant en augmentant la viscosité d'une émulsion et en empêchant le crémage. Les autres agents émulsifiants provenant de sources animales sont des substances contenant des stérols, telles que la cire d'abeille, le cholestérol, la lécithine, et la graisse de laine. Le cholestérol est un constituant majeur des alcools de laine qui sont obtenus par la saponification et le fractionnement de la graisse de laine. Il confère à la graisse de laine sa capacité à absorber l'eau et à former une émulsion E/H. La lécithine est utilisée comme agent émulsifiant obtenu à partir de sources végétales et animales. La lécithine donne les meilleurs résultats à un pH voisin de 8. Les dérivés de graisse de laine ou d'alcool de laine sont largement utilisés dans les formulations de crème pour le visage dans l'industrie cosmétique (Myers, 2020).

#### I.5.5.2.2. Agents émulsifiants synthétiques

La deuxième catégorie d'agents émulsifiants couramment utilisés pour formuler une émulsion est celle des tensioactifs synthétiques. Watson *et al.* (2014) ont classé les tensioactifs synthétiques en fonction de leurs groupes hydrophiles comme tensioactifs anioniques, cationiques, non-ioniques, et amphotères.

# > Tensioactifs anioniques

Selon (Myers, 2020), le groupe de la classification « anionique » est la plus grande classe de tensioactifs généralement utilisés aujourd'hui, en raison de son coût de fabrication peu coûteux, et de son application dans pratiquement tous les types de détergents. Ils constituent 70

à 75 % de la consommation mondiale totale de surfactants. Dans le sous-groupe des tensioactifs anioniques, l'ion tensioactif porte une charge négative dans les solutions aqueuses. Les anions chargés négativement sont responsables de leur pouvoir émulsifiant.

Les sulfates, carboxylates, les sulfonates, et les phosphates sont les groupements hydrophiles les plus souvent utilisés. Les tensioactifs anioniques peuvent se voir attribuer une formule générale basée sur le type de tête hydrophile (tableau 7).

Groupes hydrophiles	Formules générale
Carboxylates	$C_n H_{2n+1} COO^- Na^+$
Sulfates	$C_n H_{2n+1} OSO_3^- Na^+$
Sulfonates	$C_n H_{2n+1} SO_3^- Na^+$
Phosphates	$C_n H_{2n+1} OPO(OH)O^- Na^+$

**Tableau 7 :** Types de tensioactifs anioniques

Avec n = 8 à 16 atomes.

#### > Tensioactifs cationiques

Les tensioactifs cationiques se dissocient dans l'eau en un ion chargé positivement. La tête hydrophile est chargée positivement (cation). En raison de la charge positive du groupe de tête, les tensioactifs cationiques s'adsorbent fortement sur des surfaces chargées négativement telles que le tissu, les cheveux et la membrane cellulaire des bactéries. Par conséquent, ils sont utilisés comme adoucisseurs des tissus, et agents antibactériens.

En 1938, les tensioactifs cationiques ont été reconnus comme ayant des propriétés bactériostatiques. Depuis lors, ils sont devenus un ingrédient important et ont été introduits dans des centaines de produits commerciaux. Les tensioactifs cationiques jouent un rôle important en tant qu'agents antiseptiques, fongicides, germicides, et assouplissants. Contrairement aux tensioactifs anioniques, les tensioactifs cationiques portent une charge positive. En raison de leurs activités bactéricides, ils sont largement utilisés dans le nettoyage des plaies. Leurs solutions aqueuses peuvent être utilisées pour nettoyer les ustensiles. La raison de l'utilisations les agents émulsifiants cationiques dans les produits cosmétiques est qu'ils sont très efficaces à pH 4-6 qui comprend le pH normal de la peau. Ainsi, ils jouent un rôle important dans les formulations topiques (Myers, 2020).

# > Tensioactifs non-ioniques

Les tensioactifs non-ioniques, en revanche, ne se dissocient pas dans l'eau comparativement avec les tensioactifs anioniques, et la tête hydrophile à une charge neutre. Les groupements hydroxyle (R-OH), éther (R-OR'), et ester (R-CO-O-R') sont les groupements hydrophiles les plus répandus. Les tensioactifs non-ioniques sont couramment utilisés dans la formulation d'émulsions, et de détergents à basse température (Watson *et al.*, 2014).

## Tensioactifs amphotères

Selon le pH, la tête hydrophile des tensioactifs amphotères dans l'eau à des charges positives, négatives ou les deux (positives et négatives). Ce sont des cations dans des solutions acides, des anions dans des solutions alcalines, et des zwitterions (les deux groupes ioniques présentent une ionisation égale et se comportent non chargés) dans un pH intermédiaire. Les tensioactifs amphotères sont habituellement plus doux pour les yeux et pour la peau que les tensioactifs cationiques, anioniques, et certains non-ioniques. D'où l'intérêt, ils sont couramment utilisés dans les produits de toilette, les shampooings pour bébés, les nettoyeurs quotidiens et les détergents (Farn, 2008).

#### I.5.6. Propriétés inter-faciales et émulsifiantes des protéines

Les biopolymères comme les protéines et les polysaccharides sont largement employés dans les industries alimentaires et cosmétiques, et ils sont des candidats intéressants pour les émulsions pharmaceutiques (Bouyer *et al.*, 2012).

Les protéines sont des macromolécules amphiphiles, comme les agents émulsifiants de faible poids moléculaire. Cela résultent de leur structure polypeptidique (Foegeding et Davis, 2011). Cette amphiphilie augmente leur adsorption à l'interface H/E, et entraînant une diminution de la tension inter-faciale. La chaîne polypeptidique des protéines est constituée par les acides aminés, soit hydrophobes (valine, alanine, méthionine, leucine, isoleucine, tryptophane, phénylalanine, proline, et tyrosine), soit hydrophiles (méthionine, sérine, glycine, cystéine, lysine, glutamine, asparagine, aspartate, glutamate, arginine, et histidine).

Suite à l'adsorption de protéines à une interface d'émulsion, un changement conformationnel de la protéine est souvent requis pour assurer la stabilité d'émulsion. Par la suite, la protéine réarrange ses résidus d'acides aminés hydrophobes vers la phase huileuse et ses résidus d'acides aminés hydrophobes vers la phase huileuse et ses résidus d'acides aminés hydrophiles vers la phase aqueuse (Walstra, 2003). Dans quelques références, ce mécanisme est nommé « dénaturation inter-faciale » (Bos et Vliet, 2001).

À partir de molécules de protéines adsorbées sur l'interface, des films viscoélastiques solides peuvent être formés par des interactions intermoléculaires non covalentes telles que des interactions hydrophobes, et interactions covalentes comme des liaisons disulfures. Le film mince formé à l'interface assure la stabilité physique, empêchant les gouttelettes lipidiques de coalescer et de fusionner (Tcholakova *et al.*, 2006). De plus, des fragments protéiques majoritairement composés de résidus hydrophiles restent ancrés d'un côté à l'interface de la phase aqueuse, alors qu'ils sont libres de l'autre côté. Le réseau créé par cette configuration empêche l'approche entre les gouttelettes grâce à un mécanisme de stabilisation stérique (Tcholakova *et al.*, 2006).

En plus des groupes qui participent aux liaisons peptidiques, les protéines renferment des groupes carboxyle (-COOH), et amine (-NH<sub>2</sub>) libres ; L'aspartate et le glutamate emportent un groupe -COOH. Les acides aminés basiques (Lysine, l'histidine, l'arginine) et emportent un groupe -NH<sub>2</sub>. En fonction du pH du milieu, ces groupes peuvent être ionisés. A pH acide, les groupes amines sont chargés positivement (NH3<sup>+</sup>), tandis que les groupes carboxyle sont neutres. Avec l'augmentation progressive du pH du milieu, les groupes amines commencent à être neutralisés et les groupes carboxyle (-COOH) commencent à se dissocier et à se charger négativement (-COO<sup>-</sup>), en fonction de la valeur de pKa de chaque groupe. A un pH donné, la charge protéique totale devient nulle. Ce pH est unique à la protéine et est défini comme son point isoélectrique (pI). La valeur de pI est ensuite déterminée par la composition en acides aminés de la protéine et de la valeur de pKa de chaque acide aminé. Si pH < pI, la protéine est chargée positivement ; si pH > pI, la protéine est chargée négativement. Lors de la formulation d'émulsions H/E avec des protéines, la surface des gouttelettes lipidiques peut être chargée. La stabilisation électrostatique est essentielle pour les protéines (Guzey et McClements, 2007). De plus, la charge de la protéine influence également son adsorption interfaciale. Plus une protéine est chargée, plus elle est soluble dans l'eau, et plus elle diffuse et s'adsorbe rapidement aux interfaces (Karaca et al., 2011).

Par conséquent, le pouvoir émulsifiant des protéines dépend ainsi de toutes leurs caractéristiques physico-chimiques, telles que la taille, la séquence en acides aminés, la structure conformationnelle, l'hydrophobicité, le point isoélectrique, les groupements thiol libres (-SH) etc. Or, la capacité des protéines à stabiliser les émulsions à ses limites. L'un des principaux processus de stabilisation des protéines, par exemple, est la répulsion électrostatique, qui est sensible aux changements de pH et de force ionique du milieu. Il a été

noté que les émulsions ont tendance à floculer puis à s'émulsionner rapidement autour du point isoélectrique de la protéine (Qian *et al.*, 2012).

Les émulsions préparées à base des protéines sont sensibles aux changements de température. Il a été démontré que la dénaturation thermique des protéines adsorbées améliore l'hydrophobicité de la surface des gouttelettes d'émulsion, augmentant ainsi l'attraction hydrophobe entre les gouttelettes lipidiques. De plus, les protéines adsorbées sur l'interface sont dénaturées par la chaleur, exposant leurs groupes thiol à la phase aqueuse, favorisant ainsi l'élaboration de ponts disulfure entre différentes gouttelettes d'émulsion (Kim *et al.*, 2002).

Bien qu'une technique pour limiter la maturation d'Ostwald soit l'utilisation de polymères (comme les protéines), ce mécanisme de déstabilisation persiste lorsque la phase aqueuse a une forte solubilité dans la phase dispersée (comme les triglycérides à chaîne courte) pour la neutralisation des huiles essentielles dans les émulsions stabilisées aux protéines (Ahmed *et al.*, 2012). Plusieurs études ont recommandé divers traitements pour perfectionner et augmenter les capacités d'émulsification des protéines. Parmi celles-ci, on peut rapporter la dénaturation partielle par chaleur ou haute pression, ainsi que l'hydrolyse enzymatique partielle (Adjonu *et al.*, 2014b).

# I.5.6.1. Caséines en tant qu'agent émulsifiant

Comme toutes les protéines, la caséine peut se substituer les émulsifiants synthétiques. Leur pouvoir émulsifiant a été prouvé. Elle est capable de réduire la tension inter-faciale pendant la préparation de l'émulsion et de protéger les gouttelettes d'huile nouvellement formées, de la floculation, et de la coalescence. L'efficacité inter-faciale des caséines provient de leurs structures flexibles (Li zhai *et al.*, 2013). En fait, les fractions majoritaires des caséines ( $\alpha$ -caséine et  $\beta$ -caséine) n'ont presque pas de structure tertiaire en raison de l'absence de liaisons disulfures, contrairement à la  $\kappa$ -caséine, qui contient des liaisons disulfures. L' $\alpha$ -caséine et la  $\beta$ caséine contiennent peu de structure secondaire. L' $\alpha$ -caséine a 10% d'hélices  $\alpha$ , et 20% de feuillets  $\beta$ , tandis que la  $\beta$ -caséine, a 1-10% d'hélices  $\alpha$ , et 13-16% de feuillets  $\beta$ . Le reste de ces protéines se présente sous la forme de boules aléatoires. Cela les rend en fait non structurés et flexibles (Li zhai *et al.*, 2013).

# **Chapitre II Matériel et Méthodes**

# **Chapitre II : Matériel et méthodes**

# II.1. Description de la zone d'étude

La wilaya de Ghardaïa située à 600 km au sud de la capitale Alger, avec une superficie de 24,395 km<sup>2</sup>. Elle est délimitée au nord par la wilaya de Laghouat, au nord-est par la wilaya de Djelfa, au sud par la wilaya d'El-Ménéa, à l'ouest par la wilaya d'El-Bayadh, et à l'est par la wilaya d'Ouargla. La localisation géographique de la ferme d'élevage camelin où la collecte de lait a été effectuée est (32° 31'08 'N 3° 38'00'E).

L'élevage camelin est une activité prédominante dans la wilaya de Ghardaïa depuis longtemps. Elle abrite un troupeau camelin composé du point de vue racial de deux races importantes à savoir la race Sahraoui et la race Chaambi appartenant à l'espèce *Camelus dromedarius* (Oulad Belkhire *et al.*, 2013).

# II.2. Matériel

# II.2.1. Lait camelin

Les échantillons du lait frais de chamelle (*Camelus dromedarius*) utilisés dans cette étude ont été collectés dans la ferme locale décrite précédemment, selon des consignes éclaircies et notées dans la partie méthodes (section II.3.2).

# II.2.2. Caséines du lait camelin

Les caséines ont été préparées et lyophilisées à partir du lait camelin écrémé selon des procédés appropriés et qui sont décrites dans la partie méthodes (section II.3.3).

# II.2.3. Huile d'olive

Huile d'olive utilisée dans l'évaluation du pouvoir émulsifiant des caséines du lait camelin est une huile d'olive extra vierge qui a été obtenue auprès d'un fournisseur commercial local, production 2019, marque CHIALI, Sidi -Bel-Abbes, Algérie.

# II.2.4. Matériel du laboratoire

Les produits chimiques, les verreries, et les appareillages utilisés durant notre étude expérimentale sont cités dans l'annexe 1 et 2.

# II.3. Méthodes

# II.3.1. Protocole expérimental

La figure 15 présente le protocole expérimental générale qui récapitule les différentes étapes de notre étude.



Figure 15 : Protocole expérimental

#### II.3.2. Lait camelin

La collecte des échantillons du lait camelin a été faite le soir. Et pour éliminer la variabilité liée à la saison et à l'alimentation, le lait de chamelle a été collecté le mois de mars 2019 en une seule traite. Les trois (3) litres du lait collecté sont directement transvasés dans des récipients en plastique étanche et stérile. Ensuite, les échantillons ont été rapidement transportés dans une glacière et conservés au réfrigérateur à 4°C.

#### II.3.3. Caséines du lait camelin

#### II.3.3.1. Ecrémage du lait camelin

Le lait cru de chamelle préchauffé (30 °C) a été écrémé deux fois par centrifugation (Centrifugeuse Froilabo SW12RH, France) à 4000 g pendant 20 min à 4°C (Felfoul *et al.*, 2017). Et pour atteindre l'élimination complète de la matière grasse résiduelle, le lait de chamelle écrémé a été filtré trois fois à travers un filtre en papier Whatman (Whatman N°40, Maidstone, UK). Après cela, le lait écrémé a été stocké au réfrigérateur à 4 °C jusqu'à ce qu'il soit traité et analysé plus avant.

#### II.3.3.2. Caséines acides

Les micelles de caséines et les protéines de lactosérum ont été complètement séparées en utilisant une technique légèrement modifiée de Salami *et al.* (2011). Plus précisément, le lait écrémé a été acidifié en ajoutant quelques gouttes de (HCl 37%), pour réduire le pH à 4,3 qui est le point isoélectrique des caséines de lait de chamelle auquel la précipitation commence. Après la précipitation, les caséines camelines obtenues ont été mises en suspension dans de l'eau déminéralisée et centrifugées à (4000 g, 60 min, 4 °C). Cette opération a été répétée trois fois pour éliminer tout résidu de protéines de lactosérum (Gaiani *et al.*, 2005).

#### II.3.3.3. Caséines présures

La présure est un complexe enzymatique largement utilisé dans la fabrication du fromage. L'enzyme active dans la présure est la chymosine (Li et Zhao, 2019). Le lait de chamelle écrémé préchauffé (35 °C) a été coagulé en ajoutant 1 % (p/v) de présure commerciale d'origine animale (Chr-Max Powder Extra, 2235 IMCU/g ; Chr. Hansen Inc., Danemark). Les échantillons ont été agités pendant 40 min et conservés au réfrigérateur à 4 °C pendant 24 h. Après la précipitation, les caséines présures obtenues ont été traitées comme décrit précédemment pour la coagulation acide.

#### II.3.3.4. Lyophilisation des caséines

Pour une meilleure conservation, les fractions de caséine cameline obtenues (acide et présure) ont été lyophilisées à l'aide d'un lyophilisateur (CHRIST Alpha 2-4 LSCbasic) à (-72 °C, 0,1 Bar de pression), et ensuite, conservée dans un récipient hermétique à 4 °C pour une analyse future.

# II.3.4. Caractérisation du lait camelin

# II.3.4.1. Analyses physiques des échantillons de lait

Trois (03) paramètres physiques ont été évalués régulièrement ; Le pH, la conductivité, et la densité de chaque échantillon de lait.

#### II.3.4.1.1. Détermination du potentiel d'hydrogène (pH)

Le pH peut être mesuré en faisant passer l'électrode d'un pH-mètre dans une solution sous agitation. Le pH est mesuré après que la valeur se soit stabilisée.

Un pH-mètre numérique (Adwa AD 8000, Romania) est utilisé pour tester le pH des échantillons. Avant d'effectuer toute mesure, le pH-mètre doit être étalonné à l'aide de solutions tampons, conformément aux instructions du fabricant.

#### II.3.4.1.2. Détermination de la densité

La densité d'une solution nous renseigne sur sa teneur en matières solides et sa viscosité. La densité du lait est déterminée par l'ensemble de ses ingrédients. Elle varie en fonction de la quantité de la matière graisse et de la quantité de matière sèche dégraissée.

Un lactodensimètre est utilisé pour déterminer la densité du lait. Elle est calculée comme le poids d'un volume de lait à une température spécifique divisé par le poids d'une quantité identique d'eau à la même température. La densité est mesurée directement à l'aide d'un lactodensimètre à 20°C. Le principe consiste à plonger le lactodensimètre dans une éprouvette de 100 ml remplie de lait à analyser. Lorsqu'il se stabilise, le résultat est donné par une lecture directe.

### II.3.4.1.3. Détermination de la conductivité

La conductivité électrique ou bien connue sous le nom de conductivité est la mesure dans laquelle une solution peut conduire l'électricité, de sorte que la valeur de conductivité d'une solution est une mesure de la concentration totale d'électrolyte dans une solution (Yanthi *et al.*, 2018). La solution électrolytique est une solution composée d'ions négatifs et positifs. Dans la

solution d'électrolyte, ses molécules sont dissociées en particules chargées d'électricité positive et négative. Ces ions peuvent alors conduire l'électricité.

La mesure de la conductivité électrique du lait camelin a été effectuée à l'aide d'un conductimètre (Adwa AD 330, Romania) calibré avec des solutions tampons.

### II.3.4.2. Analyses chimiques des échantillons de lait

Les paramètres chimiques analysés permettent de déterminer la composition chimique du lait cru de chamelle, notamment l'acidité, la teneur en cendres totales, la teneur en matière sèche ou extrait sec total, la matière grasse, les protéines totales, le lactose, et les éléments minéraux, en particulier le  $Ca^{+2}$ .

## II.3.4.2.1. Détermination de l'acidité

L'acidité titrable du lait de chamelle a été déterminée selon la méthode cité par (Zarour *et al.*, 2012). Il s'agit de la neutralisation de l'acidité totale par une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH à 0.1N), en présence de quelques gouttes de phénolphtaléine, qui est un indicateur coloré (solution à 1% dans de l'éthanol à 95%).

Un échantillon précis de 10 ml de lait est mis dans un bécher de 100 ml avec quelques gouttes de phénolphtaléine à 1%. Après avoir ajouté la soude (0.1N) dans la burette graduée, on titre l'acidité de l'échantillon de lait en versant la soude goutte à goutte jusqu'à ce que la couleur devienne rose. La couleur rose doit durer au moins dix secondes. Dans ces conditions, l'acidité en degré Dornic (°D) est égale à la quantité de dixièmes de millilitre de soude mise pour faire basculer l'indicateur. Elle est exprimée en décigrammes d'acide lactique par ml. 1°D correspond à 0,1 g d'acide lactique par litre de lait.

# II.3.4.2.2. Détermination la teneur en matière sèche (extrait sec totale : EST)

L'obtention de la teneur en matière sèche du lait de chamelle est basée sur la perte d'eau suite à une dessiccation. Elle est déterminée par l'emplacement d'une capsule préalablement tarée et on introduit 5 ml de lait dans une étuve pendant 3h à une température de  $105\pm2^{\circ}$ C, après dessiccation la capsule refroidie est pesée (Gelareh *et al.*, 2010).

Le résultat est calculé selon la formule suivante :

$$\mathsf{EST}(\%) = \frac{\mathsf{M2} - \mathsf{M0}}{\mathsf{M1} - \mathsf{M0}} \times 100$$

Où :

M<sub>0</sub>: la masse en grammes de la capsule vide.

M1: la masse en grammes de la capsule et de la prise de lait.

M<sub>2</sub>: la masse en grammes de la capsule et du résidu après dessiccation.

# II.3.4.2.3. Détermination du taux de cendre

La teneur en cendres du lait de chamelle est déterminée en incinérant un échantillon du lait dans un four à moufle à 550°C pendant 6h et jusqu'à ce que la matière organique soit complètement brûlée, ce qui donne une cendre blanche de poids constant (Horwitz et Latimer, 2000). Le résultat final est représenté par la formule suivante :

Taux de cendre(%) = 
$$\frac{m1-m0}{P} \times 100$$

Où

**m**<sub>0</sub>: La masse du creuset vide.

**m**<sub>1</sub>: La masse du creuset incinéré avec l'échantillon.

**p** : La masse de la prise d'essai.

## II.3.4.2.4. Détermination la teneur en protéines totales

La teneur en protéines du lait de chamelle a été déterminée à l'aide de la méthode Kjeldahl et selon la norme (IDF 020-1, 2014). Une quantité de 1 ml d'échantillon de lait de chamelle a été pesée dans un tube de digestion, suivie de l'ajout de deux comprimés de catalyseur et de 5g de sulfate de sodium anhydre. Deux tubes contenant uniquement des comprimés de catalyseur et du sulfate de sodium anhydre comme blancs en double ont également été inclus. 12 ml d'acide sulfurique concentré ont ensuite été soigneusement ajoutés à partir d'un distributeur de sécurité dans le tube avant la digestion à 440°C pendant 1 h.

Les tubes ont été laissés dans l'unité de digestion pour refroidir pendant 20 min après l'arrêt du chauffage. Le support de tubes a ensuite été retiré de l'unité de digestion et laissé refroidir pendant 15 à 20 minutes supplémentaires dans la hotte à vapeur avant d'ajouter avec précaution 70 ml d'eau distillé. Le collecteur d'échappement de l'épurateur qui était fixé aux tubes de digestion a été maintenu en marche pendant le processus de digestion et de refroidissement jusqu'à ce que les vapeurs acides ne soient plus visibles dans les tubes de digestion. L'échantillon digéré a ensuite été distillé dans l'unité de distillation contre un ballon de 250 ml, qui contenait 30 ml d'une solution d'acide borique (4 %, avec le vert de bromocrésol et le rouge de méthyle comme indicateurs). Le distillat a été titré contre de l'acide chlorhydrique standardisé 0,1 M, et la teneur en protéines a été calculée à l'aide de l'équation ci-dessous :

Protéine (%) = 
$$\frac{(T - B) \times 14 \times 0, 1 \times 100}{m \times 1000} \times 6,38$$

Où T et B sont les volumes de titrage pour l'échantillon de lait et le blanc, respectivement (en ml), et m est le poids de l'échantillon de lait de chamelle (en g).

#### II.3.4.2.5. Détermination la teneur en matière grasse

La teneur en matières grasses des échantillons de lait de chamelle a été mesurée à l'aide d'un butyromètre Gerber (Wehr et Frank, 2004). Tout d'abord, 10 ml d'acide sulfurique à 90 % ont été pipetés dans le butyromètre, suivis de l'ajout lent de 10,75 ml d'échantillon de lait de chamelle, puis de 1 ml d'alcool amylique. De l'eau a été ajoutée si nécessaire pour s'assurer que le niveau de liquide était proche du col du butyromètre. Puis le butyromètre a été bouché et le contenu mélangé par retournement jusqu'à homogénéité. La centrifugation a été effectuée dans une centrifugeuse à 55°C pendant 15 min, et le butyromètre a ensuite été placé dans un bainmarie à 65°C pendant 10 à 15 min. La teneur en matière grasse était lue directement sur la tige du butyromètre.

#### II.3.4.2.6. Détermination la teneur en lactose

La teneur en lactose du lait de chamelle a été déterminée selon la norme (AS 2300.2.6. 2010). Une quantité de 10 ml d'échantillon de lait de chamelle a été pesée dans une fiole jaugée de 100 ml, suivie de l'ajout de 25 ml d'eau et de 40 ml d'acide tungstique. Le mélange a été agité doucement, dilué à 100 ml avec de l'eau et filtré dans un flacon Büchner sec. 10 ml du filtrat (ou de l'eau comme blanc) ont ensuite été mélangés avec 5 ml de solution d'iodure de potassium (100 g/L) et 20 ml de solution de Chloramine-T (5,7 g/L) dans un nouveau flacon. Le ballon a été enveloppé de papier d'aluminium et stocké dans l'obscurité pendant 1h. Après incubation, une quantité d'acide chlorhydrique (5 ml ; 2 M) et quelques gouttes de solution d'amidon ont été ajoutées, et l'iode libéré a été titré avec une solution de thiosulfate de sodium (0,04 M).

La concentration exacte de la solution de Thiosulfate de sodium a été déterminée en mélangeant 10 ml de la solution fraîchement préparée avec 5 ml de solution d'iodure de potassium, 5 ml d'acide chlorhydrique et quelques gouttes de solution d'amidon et en titrant avec une solution standard d'iodate de potassium (0,01 M). La teneur en lactose du lait de chamelle a été calculée à l'aide de l'équation ci-dessous :

Lactose (%) = 
$$\frac{(B-T) \times 7, 2 \times M \times 0,992}{m \times 0,04} \times 100$$

Où, B et T sont les volumes de titrage pour le blanc et l'échantillon de lait, respectivement (en L). M est la concentration exacte de la solution de thiosulfate de sodium (en g/l), et m est le poids de l'échantillon de lait de chamelle (en g).

#### II.3.4.2.7. Détermination la teneur en calcium

La concentration de calcium ionique a été mesurée à l'aide d'un testeur de calcium (LAQUAtwin, HORIBA B-751, Kyoto, Japon). Le testeur a été calibré à l'aide d'une solution standard fournie par le fabricant et la concentration en calcium a été lue directement après avoir ajouté l'échantillon de lait au capteur d'ions calcium. Toutes les mesures ont été effectuées à température ambiante (25°C).

#### II.3.4.2.8. Dosage de la vitamine C

Les vitamines sont des molécules qui sont très indispensables au maintien de notre équilibre vital et à la croissance. Ces substances doivent être apportées par l'alimentation, parce que notre organisme est incapable de les synthétiser. La vitamine C est une substance solide, blanc, soluble dans l'eau, et présent dans de différents fruits et légumes. La carence en cette vitamine provoque le scorbut (d'où le nom acide ascorbique). Le lait de chamelle est l'aliment qui se singularise par sa richesse relative en vitamines B3 (niacine) et en vitamine C.

Afin de déterminer la teneur en vitamine C, on ajoute lentement une solution d'iode de concentration connue (0,1 N) a une quantité de 50 ml de lait de chamelle (Hemilä, 2017). Une molécule de la vitamine C réagit avec une molécule d'iode selon la réaction :

## $C_6H_8O_6 + I_2 \longrightarrow C_6H_6O_6 + 2H^+ + 2I^-$

On titre l'excès de l'iode par une solution de thiosulfate de sodium (0,05 mol/L) après 20 m d'agitation. Ensuite, on ajout quelques gouttes d'empois d'amidon dans le milieu réactionnel.

Cette technique a été choisie pour sa rapidité, sa facilité, et sa fiabilité. Néanmoins, l'élimination des macromolécules est une étape indispensable avant le dosage, et se réalise à l'aide de l'acétate basique de plomb (10%). Les substances d'iode vont s'accumuler dans la solution lorsqu'il n'y a plus de vitamine C, et la fin du titrage est indiquée par cette accumulation d'iode.

# II.3.5. Caractérisation des caséines du lait camelin

# II.3.5.1. Analyse granulométrique

Dans le but de déterminer la taille des particules de la poudre de la caséine cameline acide et présure, un tamisage a été effectué.

Le tamisage est considéré comme l'une des techniques d'analyse granulométrique les plus anciennes et les moins coûteuses. C'est aussi la méthode la plus utilisée lorsqu'il s'agit d'analyser la taille des particules supérieures à 40 µm.

# a) Principe

La méthode consiste à diviser la matière, ou l'échantillon qui forme une fraction convenable, parfaitement représentative de la matière étudiée, en fractions, à l'aide d'un tamis à colonne. L'échantillon est soumis à un mouvement horizontal ou vertical lors du tamisage selon la méthode choisie. Cela provoque un mouvement relatif entre les particules et le tamis ; les particules individuelles passent à travers la maille du tamis ou sont retenues sur la surface du tamis, selon leurs tailles.

# b) Mode opératoire

L'analyse de granulométrie a été réalisé selon le protocole de (Lucka et Hanke, 2016). Ce test est effectué à l'aide d'un (Tamiseur motorisée, Beratest AG, Suisse) qui est constitué d'un empilement de tamis, dont la taille des mailles des tamis choisi est de 500, 250, 125, 63, et 45µm.

- La poudre de la caséine a été homogénéisée afin d'obtenir un échantillon représentatif ;

Une quantité de 100g d'échantillon est placée dans le tamis du haut de la pile ;
La vitesse de rotation est réglée à 50Hz.

L'échantillon est projeté vers le haut par les vibrations du fond de tamis et retombe sous l'effet des forces de gravitation. L'amplitude indique la hauteur d'oscillation verticale du fond de tamis. En raison de ce mouvement combiné, l'échantillon est réparti uniformément sur toute la surface du tamis. Les particules sont accélérées dans la direction verticale, tournent librement, puis retombent statistiquement orientées.

Lorsque le processus de tamisage est terminé, la caséine est retirée des tamis. La récupération des fractions est un avantage décisif de l'analyse par tamisage par rapport à la plupart des méthodes de mesure optique. Les fractions ne sont pas seulement des valeurs analytiques, mais

existent physiquement et peuvent être utilisées pour d'autres processus après l'analyse par tamisage.

L'évaluation des données peut être effectuée manuellement ou à l'aide d'un logiciel. Les tamis sont pesés avant et après le processus de tamisage. La différence correspond au poids de chaque fraction. Si ceux-ci sont mis en relation avec le poids total de l'échantillon, le pourcentage de chaque fraction peut être calculé (Lucka et Hanke, 2016).

## II.3.5.2. Analyse morphologique par microscope électronique à balayage (MEB)

La morphologie des caséines camelines acides et présures a été examiné par microscopie électronique à balayage (MEB) à l'aide d'un appareil JEOL JSM 7600F (JEOL UK Ltd., Welwyn Garden City, Angleterre). Les échantillons ont été placés sur le ruban adhésif double face connecté au MEB, et recouverts de platine de 10 nm d'épaisseur, pour les rendre conducteurs avant d'être pulvérisés avec de l'or (Young *et al.*, 1993). Les expériences ont été réalisées sur des images capturées à une tension accélérée de 10 KV, et à une distance de travail de 7,3 mm.

# II.3.5.3. Caractérisation spectrale

#### II.3.5.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est une technique analytique utilisée dans l'industrie et les laboratoires universitaires pour comprendre la structure de molécules individuelles et la composition de mélanges moléculaires. La spectroscopie IRTF utilise une énergie infrarouge moyenne modulée pour interroger un échantillon. La lumière infrarouge est absorbée à des fréquences spécifiques directement liées aux énergies de liaison vibrationnelle atome à atome dans la molécule. Lorsque l'énergie de liaison de la vibration et l'énergie de la lumière infrarouge moyenne sont équivalentes, la liaison peut absorber cette énergie. Différentes liaisons dans une molécule vibrent à différentes énergies et absorbent donc différentes longueurs d'onde du rayonnement infrarouge. La position (fréquence) et l'intensité de ces bandes d'absorption individuelles contribuent au spectre global, créant une empreinte caractéristique de la molécule (Larkin, 2017).

La présente étude d'IRTF utilise la méthode traditionnelle des pastilles KBr. Avant l'analyse, les échantillons et KBr ont été séchés dans un four à vide à 40 °C pendant 12 h pour minimiser l'effet de l'humidité sur le spectre. Par la suite, des échantillons de 1 mg ( $\pm$  0, 1 mg) ont été broyés avec 300 mg de KBr pendant 2 min et pressés en pastilles dans un moule sous vide sous une pression de 10 MPa. Les mesures IRTF ont été effectuées à l'aide du spectromètre IR (Thermo Fisher Scientific Nicolet iS50). Les échantillons ont été analysés à température ambiante, à partir d'une collection de 32 balayages par spectre, avec une plage de balayage de 450 à 4000 cm<sup>-1</sup>, à une résolution de 4 cm<sup>-1</sup> (He, 2017).

# II.3.5.3.2. Raman

Raman est une technique de spectroscopie vibrationnelle qui mesure le rayonnement diffusé à partir d'un échantillon. La spectroscopie Raman utilise la lumière laser à un certain nombre de longueurs d'onde dans les régions ultraviolette UV (325 nm), visible (780 nm, 633 nm, 532 nm et 473 nm) et proche infrarouge (1064 nm) du spectre. En tant que telle, la technique est capable de détecter des quantités infimes d'un matériau (Larkin, 2017).

La profondeur de pénétration (le plan z) dépend fortement de la conception du spectroscope Raman utilisé, mais aussi de manière cruciale de l'excitation de la longueur d'onde. À 532 nm, la profondeur de pénétration est de 0,7  $\mu$ m, mais à 785 nm, ce serait environ 12  $\mu$ m. Le Raman est utile pour analyser les matériaux organiques et inorganiques, et certains instruments ont un bras externe ou sont portables, ce qui les rend adaptés à l'examen d'un objet sans échantillonnage.

L'analyse par spectroscopie Raman a été effectuée sur des échantillons sélectionnés à température ambiante à l'aide d'un spectromètre Raman (Renishaw inVia GmbH, Germany). La longueur d'onde d'excitation était de 532 nm, avec une puissance de source de 2 mW fournie par un semi-conducteur. Des balayages étendus de 1000 à 1800 cm<sup>-1</sup> pour le spectre Raman de premier ordre, et de 2400 à 3000 cm<sup>-1</sup> pour le spectre Raman de second ordre ont été effectués sur chaque échantillon, avec un temps d'enregistrement de 60 s pour chaque spectre. Pendant ce temps, le spectromètre Raman était équipé d'un filtre de densité pour éviter la décomposition thermique des échantillons (He, 2017).

#### II.3.5.3.3. Analyse de la composition de surface à l'aide de l'XPS

La spectroscopie photo-électronique à rayons X (XPS) est une méthode d'analyse quantitative fréquemment utilisée pour déterminer la composition chimique en pourcentage de (carbone, oxygène, et azote) de surface externe (0.5 à 15 nm de profondeur) des poudres solides (Gaiani *et al.*, 2011 ; Murrieta-Pazos *et al.*, 2012).

Les mesures XPS ont été effectuées par un spectromètre Kratos Axis Ultra (Kratos Analytical, Manchester, Royaume-Uni) qui fonctionne avec une source de rayons X monochromatique AlK $\alpha$  (E = 1486,6 eV ; Puissance = 90 W). La source de rayons X fonctionnait à 90 W pour éviter la dégradation induite par les rayons X des échantillons (Gaiani *et al.*, 2011). Des échantillons de caséine cameline présure et acide ont été appliqués sur un porte-échantillon à l'aide d'un ruban adhésif conducteur double face. L'assemblage a ensuite été dégazé pendant une nuit avant d'être analysé. Les analyses ont été réalisé dans un vide ultra-élevé (10<sup>-8</sup> Pa). Le spectre total de test (XPS) a été effectué avec un pas de 1 eV et une énergie de passage égale à 160 eV. En ce qui concerne les spectres de carbone, oxygène, et azote ont été obtenus avec haute résolution à une énergie de passage de 20 eV, et (un pas de 0,05 eV pour le spectre C1s, et de 0,1 eV pour le spectre O1s et de N1s, dont 1s : l'orbitale avec les électrons dont l'énergie de liaison la plus élevé). Les spectres collectés (C 1s, O 1s et N 1s) ont été analysés à l'aide du logiciel Kratos Vision (Vision 2.2.2) (Zouari *et al.*, 2020).

#### II.3.5.3.4. Analyse cristallographique à l'aide d'un diffractomètre à rayons X (DRX)

Le (DRX) utilise des diagrammes de diffraction pour analyser les matériaux en exploitant la nature double (onde/particule) des rayons X pour obtenir des informations sur leur structure cristalline. En tant que tel, l'utilisation principale de la technique est dans l'identification et la caractérisation des composés en fonction de leur diagramme de diffraction. La profondeur à laquelle DRX peut fonctionner va de quelques micromètres à 100  $\mu$ m, selon la densité du matériau. De plus, en utilisant un petit angle d'incidence fixe des rayons X (mesure de l'incidence rasante), des couches minces de quelques nanomètres peuvent être étudiées (Bouroushian et Kosanovic, 2012).

La structure cristallographique des poudres de caséine du lait de chamelle (acide et présure) a été examinée par un instrument de diffraction des rayons X (diffractomètre Siemens D5000) en utilisant un rayonnement filtré au nickel (Cu-K $\alpha$ 1,  $\alpha$ 2) de longueur d'onde 1,5405 Å. Les mesures ont été effectuées en mode balayage continu de 5 à 100° (2 $\theta$ ), avec un pas de 0,0083555 (2 $\theta$ ). Le tube à rayons X (Cu-K $\alpha$ 1,  $\alpha$ 2) était réglé sur 45 kV et un courant de 30 mA.

#### **II.3.5.4.** Caractérisation thermiques

## II.3.5.4.1. Analyses par calorimétrie à balayage différentiel (DSC)

La méthode de calorimétrie à balayage différentiel est utilisée pour suivre le comportement thermique de nos échantillons. Cette technique permet de détecter tout phénomène thermique tel que la transition de la phase, la décomposition, et la fusion de la

caséine cameline lyophilisée. Et ces mesures sont réalisées à l'aide de (DSC Mettler Toledo DSC<sub>1</sub>) en mode différentiel, c'est à dire deux cellules de mesure sont utilisées.

Les procédures d'analyse thermique étaient similaires comme indiqué par (Rahman *et al.*, 2012). Des échantillons de 10 mg placés dans un pot en aluminium scellé, et le deuxième pot est réservé pour le tampon. Ces deux pots ont été soumis aux plusieurs cycles de chauffage et de refroidissement suivant :

- Refroidissement à -25°C, avec une vitesse de refroidissement de 10°C/min. et conservés pendant 10 min ;
- Chauffage de -25 à 100°C à une vitesse de chauffe de 10°C/min ;
- Maintien à 100°C pendant 2 min ;
- Refroidissement de 100 à 0°C à une vitesse de 10°C/min ;
- Maintien à 0°C pendant 2 min ;
- Chauffage de 0°C à 300°C avec une vitesse de chauffe de 20°C/min.

Les caractéristiques de transition vitreuse (décalage de la ligne du thermogramme) et de fusion des caséines (pic endothermique) ont été identifiées à partir du thermogramme. La transition vitreuse a été caractérisée par ses points initial, médian et final. Les pics de fusion ont été caractérisés à partir de ces points début et fin de fusion (Rahman, 2012).

## II.3.5.4.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une méthode permet d'évaluer la perte de masse (transformation de phase lors de la décomposition de la matière, ou sa déshydratation) en fonction de la température. Aussi cette technique utilisée pour déterminer la stabilité thermique des matières. L'analyse a été réalisé à l'aide d'un analyseur (TA Instruments Q500, Perkin Elmer). Où ; 10 mg de la poudre de caséine cameline acide et présure est pesée dans un creuset, et ensuite insérée dans l'appareil dans un intervalle de température de 25 à 500°C avec une vitesse de chauffage 10°C/min sous un flux d'azote atmosphérique. L'azote a été utilisé comme gaz porteur avec un débit constant de 100 ml pendant l'analyse (Rahman *et al.*, 2012).

# II.3.6. Analyses physicochimiques d'huile d'olive

#### II.3.6.1. Acidité

L'acidité mesure la quantité d'acide oléique gras libre, le plus abondant dans les huiles d'olive. L'acidité est le taux en poids de l'acide oléique libre sur la quantité totale d'huile d'olive, exprimée en pourcentage.

L'acidité de l'huile d'olive est affectée par différents paramètres tels que le degré de maturité, les procédés industriels utilisés pour l'extraction de l'huile, le climat et d'autres facteurs.

L'indice d'acidité a été déterminé par la méthode titrimétrique utilisée dans (AOAC 2000), une quantité de 5 g d'huile d'olive dissous dans 50 ml d'éthanol. Le mélange a été titré avec une solution d'hydroxyde de potassium (0,1 N) en présence de phénolphtaléine (1%).

L'acidité exprimée en pourcentage d'acide oléique et se détermine comme suit :

A (%) = V × (N×M/10×m)

Où;

N : Normalité de KOH (0,1N) ;

V : Volume de KOH titré en ml ;

m : Masse de l'échantillon en gramme ;

M : Masse molaire de l'acide oléique : 282 M.

#### II.3.6.2. Densité

La densité des échantillons d'huile d'olive est définie comme le rapport de la masse d'huile sur celle de l'eau dans un volume déterminé à une température donnée (Boubezari, 2010).

La densité est déterminée par la formule suivante :

$$\mathbf{d}_{20} = \mathbf{m}_2 - \mathbf{m}_0 / \mathbf{m}_1 - \mathbf{m}_0$$

Où;

m<sub>0</sub>: Masse de pycnomètre vide en (g) ;

m<sub>1</sub>: Masse de pycnomètre rempli d'eau en (g) ;

m<sub>2</sub>: Masse de pycnomètre rempli d'huile en (g).

# II.3.6.3. Viscosité

La viscosité est une mesure de la résistance à l'écoulement ou au cisaillement. La viscosité peut également être appelée force de frottement, et est une mesure des propriétés de frottement du fluide (Viswanath *et al.*, 2007).

La viscosité a été mesurée à 20 °C à l'aide d'un viscosimètre de rotation (Fungilab, Alpha series, V100003, Spain). Après la calibration de l'appareille, on suivre les étapes suivantes :

- Sélectionner la broche adéquate, et la vitesse de rotation.
- L'échantillon doit être exempt de bulles d'air, et il doit être exposé à une température constante et uniforme. Avant de faire les lectures de viscosité, s'assurer que l'axe et sa protection sont à la même température. Généralement un bain thermostatique est utilisé pour maintenir l'échantillon à la température souhaitée.
- Immersion de la broche : L'axe standard doit être immergé jusqu'à la moitié de l'axe. Une immersion erronée peut compromettre le résultat de la mesure de viscosité.
- Obtenir une lecture de viscosité : Une fois les lectures lancées, laisser un temps de stabilisation, dont la durée sera en fonction de la vitesse de rotation lors de la mesure.

# II.3.6.4. Indice de réfraction

L'indice de réfraction se rapporte à la vitesse de la lumière dans un milieu. L'indice de réfraction (n) d'un milieu est défini comme le rapport de la vitesse de la lumière dans le vide (c=299 792 458 m/s) à celle dans le milieu (v) :  $\mathbf{n} = \mathbf{c/v}$ 

L'indice de réfraction des échantillons d'huile d'olive a été mesuré à l'aide du réfractomètre (ATAGO CO, LTD, Japan). Et afin d'éviter les impuretés dans l'échantillon, des précautions ont été prises lors du nettoyage du réfractomètre. Le nettoyage a été fait avec une solution d'eau et de l'acétone (50%), et l'excès de solution a été enlevé avec du papier absorbant. Après la procédure de nettoyage, l'étalonnage a été effectué en mesurant l'indice de réfraction de l'eau distillée à 20°C. Après cela, 0,01 ml d'échantillon d'huile d'olive vierge a été placé dans le prisme inférieure du réfractomètre, et l'indice de réfraction de l'huile a été mesuré ensuit, tout en regardant à travers l'objectif, le bouton de commande est tourné jusqu'à ce que la ligne d'ombre soit centrée dans le réticule.

# II.3.7. Caractérisation des propriétés émulsifiantes

L'ensemble des paramètres ont été examiné pour évaluer l'effet du type de la caséine (acide et présure) et leur concentration sur le comportement des émulsions comparativement au référence le Tween 80.

#### II.3.7.1. Préparation des modèles d'émulsions (H/E)

Afin d'évaluer les propriétés émulsifiantes de la caséine cameline acide et présure, nous avons adopté une étude comparative basée sur l'évaluation des propriétés émulsifiantes de la caséine cameline acide et présure à différente concentrations, allant de 0,5%, 1%, 1,5%, et 2% d'une part, et de Tween 80 d'autre part avec les mêmes concentrations, et qui est un émulsifiant très utilisé dans le domaine agroalimentaire et cosmétique.

Des émulsions huile-dans-eau (H/E) ont été préparées par la phase dispersée (huile d'olive extra vierge qui 'a été obtenue auprès d'un fournisseur commercial local, production 2019, marque CHIALI, Sidi-bel-Abbes, Algérie) et les phases aqueuses. Les émulsions ont été stabilisées avec des concentrations différentes de caséine cameline acide et présure, et tween 80, de l'ordre de (0,5%, 1%, 1,5%, et 2%) dans une fraction volumique ( $\phi = 0,4$ ). Un homogénéisateur manuel (Bomann, Stabmixer SM 354 CB) a été utilisé jusqu'à 18000 rpm pendant 1 min à température ambiante pour préparer tous les mélanges. Les émulsions obtenues sont emballées par du papier aluminium et conservées à 20°C pour former les émulsions mères qui subiront divers tests. La composition des émulsions étudiées est donnée selon les tableaux (8, 9, et 10) suivants :

**Tableau 8 :** Composition des émulsions à base de caséine cameline acide

Composition (%)	H/E/CA 0,5%	H/E/CA 1%	H/E/CA 1,5%	H/E/CA 2%
Huile d'olive vierge	40	40	40	40
Eau distillée	59,5	59	58,5	58
Caséine cameline acide	0,5	1	1,5	2

Où, H/E/CA : émulsion huile dans l'eau à base de la caséine cameline acide.

Composition (%)	H/E/CP 0,5%	H/E/CP 1%	H/E/CP 1,5%	H/E/CP 2%
Huile d'olive vierge	40	40	40	40
Eau distillée	59,5	59	58,5	58
Caséine cameline présure	0,5	1	1,5	2

**Tableau 9 :** Composition des émulsions à base de caséine cameline présure

Où, H/E/CP : émulsion huile dans l'eau à base de la caséine cameline présure.

Tableau 10 : Composition des émulsions à base de Tween 80

Composition (%)	H/E/T80 0,5%	H/E/T80 1%	H/E/T80 1,5%	H/E/T80 2%
Huile d'olive vierge	40	40	40	40
Eau distillée	59,5	59	58,5	58
Tween 80	0,5	1	1,5	2

Où, H/E/T80 : émulsion huile dans l'eau à base de Tween 80.

#### II.3.7.2. Observations microscopiques des émulsions

Le microscope optique (NOVEX B-Range, Holland) a été utilisé pour observer les différentes émulsions préparées. Une goutte de l'émulsion a été mélangée avec 0,05 ml de colorant Soudan III à 1% (m/v) et d'une goutte de bleu de méthylène à 1% (m/v) (Acem et Choukri, 2012). Ensuite, le mélange a été placé entre lame et la lamelle du microscope optique mentionné précédemment avec un grossissement ×10. Après la mise au point, des photos sont alors directement prises à l'aide d'une appareil photo numérique (DOM 300, Chine).

# II.3.7.3. Mesure de la taille moyenne des gouttelettes

La taille et la distribution de taille des gouttelettes d'une émulsion sont des paramètres importants dans la caractérisation des émulsions, parce qu'elles influencent la stabilité de l'émulsion dans le temps (McClement et Rao, 2011).

À l'aide du microscope optique (NOVEX B-Range, Holland) et d'un oculaire micrométrique gradué de 0 à 10 avec des gradations espacées de 0,1  $\mu$ m de distance, la mesure de la taille moyenne des globules gras a été déterminée.

On se déplace au hasard sur la surface de la lame en réalisant 10 déterminations successives afin d'avoir une répartition statistique (Touraine et Drapron, 1997). La détermination du diamètre est calculée par la formule suivante :

$$\Phi_t = \frac{k}{10} \left( \sum_{i=1}^{i=10} D_1 \right)$$

Où :

i : Nombre de globules gras déterminés au hasard

k : Coefficient oculaire

t: Temps (t)

D<sub>1</sub> : Diamètre de globules gras (µm)

 $\Phi_t$ : Taille moyenne (µm)

Cette méthode microscopique donne des informations sur la taille des gouttelettes lipidiques et aussi sur leur morphologie et leur structure.

#### II.3.7.4. Estimation du nombre de gouttelettes

Pour le dénombrement des gouttelettes d'huile dans les émulsions c'est une estimation qui qui repose sur le comptage microscopique des gouttelettes lipidiques, et consiste à : Après la préparation des émulsions, et à l'aide d'une pipette de pasteur, on prélève une goutte de chaque émulsion et on la dépose sur une lame. Ensuite, on détermine le nombre des gouttelettes selon l'équation suivante :

$$\mathbf{N} = \frac{\mathbf{F}.\,\mathbf{n}}{\mathbf{f}.\,\mathbf{a}}$$

Où :

N: Nombre de globules gras contenus dans le volume de la suspension examinée

**F**: Surface de lamelle sur laquelle, on a étalé le volume de suspension examinée (4 cm<sup>2</sup>)

**f**: Surface d'un champs égale à 8.86 mm<sup>2</sup>

n: Nombre de globules gras dénombrés sur l'ensemble des champs

a: Nombre de champs examinés

La formule a été appliquée pour un agrandissement de l'objectif à 10, où la surface du champ est 8,86 mm<sup>2</sup> et le nombre de champs examinés égale à 10.

## II.3.7.5. Surface inter-faciale

L'évaluation de l'aire inter-faciale des émulsions se base sur le calcule de diamètre moyen des globules gras suivant la formule citée précédemment. Après avoir connaît le diamètre moyen (d), et selon l'équation donnée par (Touraine et Drapron 1987), on peut calculer la surface totale (S) :

$$S(m^2) = 6V/d$$

Où :

S : Surface totale.

V : Représente le volume de la phase émulsifiante.

d : diamètre des globules gras.

# II.3.7.6. Stabilité émulsifiante

La capacité des gouttelettes d'émulsion à rester distribuées sans crémage, floculation, ou coalescence est décrite comme stabilité émulsifiante (SE) (Zayas, 1997). L'évaluation de la stabilité émulsifiante des émulsions repose sur la mesure spectrale de l'absorbance à l'aide d'un

spectrophotomètre (Uviline 9400 SECOMAM France) à  $\lambda = 500$  nm. A partir de l'émulsion mère, des dilutions en double (1/20éme et 1/5éme) ont été préparés pour chaque échantillon (Acem et Choukri, 2012). Ensuite, la deuxième dilution est conservée pendant 72 heures à 20°C, durant lesquelles l'absorbance a été mesuré suivant un intervalle de temps régulier tous les 30 minutes.

La stabilité de l'émulsion (SE, %) de la caséine cameline a été déterminé à l'aide de l'équation suivante suggérée par Pearce et Kinsella (1978) :

$$\mathrm{SE}(\%) = \frac{\mathrm{At}}{\mathrm{A0}} \times 100$$

Où (A0) et (At) indiquent l'absorbance à 500 nm au temps zéro et après, respectivement (0,5 1, 1,5, 2, 2,5, 3, 24, 48, et 72h).

#### II.3.7.7. Index de stabilité émulsifiante

L'index de stabilité (IS) est défini comme le nombre d'heures nécessaire pour déstabiliser complètement une émulsion ; exprimé en heures, et donné par la formule suivante :

IS (heurs) = 
$$\frac{At0}{At0 - At} \times (t - t0)$$

Où :

IS : Index de stabilité (h) ; At0 : Absorbance à temps t0 ;

At : Absorbance à temps t.

#### II.3.7.8. Indice de crémage

L'indice de crémage c'est la capacité de la remontée en fonction du nombre, du diamètre et de distribution des gouttelettes de la phase dispersée (huileuse), et qui est la partie moins dense de l'émulsion. L'indice de crémage est déterminé selon la formule suivante :

$$IC(\%) = \frac{He - Ha}{He} \times 100$$

Où :

IC: Indice de crémage (%);

He: Hauteur de l'émulsion (mm) ;

Ha : Hauteur de la phase aqueuse dans l'émulsion (mm).

# **II.4 Analyses statistiques**

Les résultats ont été présentés sous forme de moyenne  $\pm$  écart type (n = 3). Les analyses statistiques des données ont été réalisé par le logiciel (SPSS IBM version 22.0.), et pour la comparaison des moyens des différentes variables, on a appliqué l'analyse de la variance ANOVA, suivie du test de Duncan pour effectuer la comparaison multiple des moyennes avec un risque d'erreur (p), et on considère que :

p < 0,005: signifie une déférence statistique significatif entre les moyennes.

p > 0,005: signifie une déférence statistique non significatif entre les moyennes.

La comparaison au standard (Tween 80) a été réalisé pour comparer les différents paramètres étudiés à savoir ceux des émulsions préparées.

# Chapitre III Résultats & Discussion

# **Chapitre III : Résultats et discussions**

## III.1. Caractérisation du lait camelin

#### **III.1.1 Analyses physiques**

Le (tableau 11) regroupe les résultats relatifs aux caractéristiques physicochimiques (moyenne de 30 échantillons de lait camelin frais). Les valeurs indiquées correspondent aux moyennes de trois répétitions.

Tableau 11 : Paramètres physicochimiques des échantillons de lait camelin collectés.

Paramètres	Moyenne	Ecart type
Paramètres physiques		
pН	6,6	0,05
Conductivité (mS/cm)	5,53	1,05
Densité	1,029	0,004
Paramètres chimiques		
Acidité Dornic (°D)	16,5	1,95
Protéines totale (g/l)	27,35	4,61
Extrait sec total (g/l)	106,85	10,51
Cendres (g/l)	8,41	0,679
Lactose (g/l)	39,77	3,10
Matière grasse (g/l)	26,5	2
Vitamine C (mg/l)	41,20	8,15
Calcium (g/l)	1,25	0,05

# III.1.1.1 pH

La valeur moyenne du pH du lait camelin collecté est de  $6,6\pm0,05$ . Cette valeur confirme que généralement le pH du lait camelin est légèrement acide par rapport au lait de vache qui est varié entre 6,68 et 6,76 selon Gaddour *et al.* (2013).

La valeur moyenne de pH relevée dans la présente étude se rapproche de celles rapportées par certains auteurs tels que Boudjenah-Haroun (2012) et Hamidi (2015) soit (pH=6,55; 6,51) respectivement. D'autres auteurs déclarent des valeurs plus élevées, tels que Alloui-Lombarkia

*et al.* (2007) qui ont signalé une valeur de pH égale à 6,69. Ainsi, Elhosseny *et al.* (2018) ont enregistrées une valeur moyenne du lait camelin cru se situe entre (6,5 et 6,7).

Le pH ainsi que le goût du lait peuvent dépendre de l'alimentation, de la nature des fourrages et de la disponibilité de l'eau (Gorban et Izzeldin, 1997). Par ailleurs, Saley (1993) estime que le taux relativement élevé en vitamine C du lait de chamelle, serait à l'origine du pH bas.

# III.1.1.2. Conductivité électrique

Les résultats d'analyse de la conductivité électrique présentent une valeur moyenne de l'ordre de 5,53 mS/cm, est proche de celle rapportée par Yoganandi *et al.* (2014) soit de 6,08 mS/cm. Et elle est inférieure à celle signalée par Eberlein (2007) soit 7,7 mS/cm. Cette valeur de conductivité est supérieure à celle du lait bovin qui est de l'ordre de 4,59 mS/cm d'après (Yanthi *et al.*, 2018).

Selon Qayyum *et al.* (2016), l'augmentation de la valeur de la conductivité électrique est un changement qui se produit dans la teneur en minéraux dans le lait. Des facteurs tels que la température et le pH ont également un effet sur la mesure de la conductivité. De plus cela dépend du stade de lactation, de l'âge, de l'intervalle de traite et de la race de l'animal.

# III.1.1.3. Densité

La densité liée directement avec la teneur en matière sèche, dépend fortement à la fréquence d'abreuvement. Ce qui explique la variabilité des valeurs rapportées par différents auteurs.

Après avoir mesuré la densité des échantillons du lait de chamelle analysé, on a trouvé une moyenne de l'ordre de 1,029 à 20°C. Elle est comparable à celle signalé par Gaddour *et al.* (2013) soit de (1,028). De plus, elle est située dans la fourchette 1,028-1,033, ceci indique que le lait de chamelle collecté est n'est pas dilué et il est dans son état normale. Cependant, cette densité trouvée est inférieure à celle déterminé pour le lait de vache (1,034). Ismaili *et al.* (2016) ont rapporté une densité variante de lait camelin situé entre 1,022 et 1,031.

#### **III.1.2.** Analyses chimiques

#### III.1.2.1. Acidité Dornic

L'acidité totale du lait cru est exprimée en degré Dornic (°D). Les échantillons de lait camelin analysés présentent une valeur moyenne de l'ordre de 16,5 °D (tableau 11), se rapproche à celle signalée par Senouci (2018) soit 15,4 °D, et elle est inférieure à celle rapportée par Siboukeur (2007) soit 18,2 °D. Cette acidité est semblable à l'acidité du lait de vache qui

est de l'ordre de 17 °D (Sboui *et al.*, 2009). Selon Boussouar (2017), l'acidité titrable qui témoigne de l'état de fraîcheur du lait varie en sens inverse avec le pH.

Notons que l'acidité titrable du lait dépend du nombre de mole d'acides présent dans cette aliment. De plus, on parle de l'acidité développée du lait qui due à la dégradation de lactose en acide lactique par les micro-organismes (Siboukeur, 2007).

# III.1.2.2. Matière sèche

La teneur en matière sèche totale des échantillons analysés est égale à 106,85 g/l avec un maximum de 117,36 g/l et un minimum de 96,34 g/l. Celle-ci semble un peu inférieure à celle du lait bovin qui est de l'ordre de 128 g/l, et à celle de l'humain (129 g/l), et ce faible taux de la matière sèche dans le lait camelin est considéré comme l'une des raisons de sa faible capacité de coagulation (Homoud, 2015). En générale, les valeurs de la matière sèche totale de lait camelin sont situé entre 92,5 et 175,08 g/l d'après une compilation de diverses sources (Abdellah *et al.*, 2015 ; Senouci, 2018 ; Hadef *et al.*, 2018).

Nagy *et al.* (2019) ont indiquent que la teneur en matière sèche du lait camelin varie en fonction du stade de lactation. Ainsi que, la teneur en eau du lait augmente en été, et donc sa matière sèche diminue sous l'effet du stress hydrique. De plus, ils ont montré que le passage d'un régime hydraté à un régime pauvre en eau entraîne une chute de la concentration en matière sèche totale de 8,8 à 14,3 % et qu'en cas de privation ou d'abreuvement insuffisant, la teneur en eau du lait camelin augmente et passe de 87 à 91 %. Ceci, constitue une réponse physiologique au stress hydrique permettant d'assurer la survie du chamelon.

#### III.1.2.3. Cendres

La teneur moyenne en matières minérales des échantillons examinés est de l'ordre de (8,41g/l). Elle paraît donc légèrement faible que celle du lait bovin (9,5 g/l) enregistrée par (Gaddour *et al.*, 2013). Cette teneur est supérieure à ceux indiquées par Siboukeur (2007) avec 7,28 g/l et Sboui *et al.* (2009) avec 7,5 g/l. Et elle est comparable à celle rapporté par Haddadin *et al.* (2008) avec un taux égale à 8,2 g/l.

La concentration en cendres du lait camelin dépend fortement au quantités de lait produites (Elamin et Wilcox, 1992). Et elle diminue en cas de privation d'eau. De même, elle varie en fonction du stade de lactation selon (Farah, 1993).

### III.1.2.4. Protéine totale

Les résultats d'analyses mentionnés dans le (tableau 11) ci-dessus indiquent une teneur moyenne en protéines totales égales à 27,35 g/l. Celle-ci est inférieure à celle du lait bovin soit (32 g/l), et elle est environ deux fois plus élevée par rapport à celle du lait humain (12 g/l). Le taux que nous avons trouvé lors de la présente étude est plus faible que celui rapporté par Siboukeur (2007) à savoir 35,68g/l. Il est toutefois comparable à la valeur trouvée par Senouci (2018) soit 26,55 g/l.

Il est important de rappeler que la matière azotée du lait de chamelle, existe sous forme d'azote protéique majoritaire (90 % de l'azote total) et d'azote non protéique (10% en moyenne de l'azote total). Le taux des protéines varie en fonction de stade de lactation, de sort que, les premiers mois de lactation se caractérisent par des taux faibles de protéines, puis retrouvant, en fin de lactation, une teneur comparable à celle du départ (Abu-Taraboush *et al.*, 1998).

## III.1.2.5. Matière grasse

La teneur moyenne en matière grasse des échantillons du lait de chamelle analysé est de l'ordre de 26,5 g/l. Elle semble inférieure à celle du lait bovin qui est de l'ordre de 32,5 g/l  $\pm$ 9,118 et plus faible que celle des humains (45 g/l) (Boussouar, 2017). Elle est légèrement faible à celle rapportée par Gaddour *et al.* (2013) chez les caprins avec un taux de 28,66 g/l.

Il s'est avéré que la saison influe sur le taux de la matière grasse. En effet, la traite dans la saison estivale donne un lait relativement pauvre en matière grasse par rapport à celui des traites de la saison hivernale (Musaad *et al.*, 2013).

## III.1.2.6. Lactose

D'après les résultats obtenus dans le (tableau 11), la teneur moyenne en lactose du lait analysé est égale à 39,77 g/l. Cette teneur est comparable à celle du lait bovin (38,13 g/l), aussi elle est très faible par rapport à celle du lait humain (70 g/l) (Boudjenah-Haroun, 2012).

La teneur en lactose du lait camelin semble liée non seulement au race et au stade de lactation mais aussi dépendre de l'état d'hydratation (Al kanhal, 2010). Une diminution de 32 % de la teneur initiale a été constatée en cas de déshydratation des chamelles. En outre, les variations dans la saveur du lait de chamelle sont dû aux modifications dans la teneur en lactose d'après (Al-Juboori *et al.*, 2013).

## III.1.2.7. Calcium

D'après les résultats obtenus dans le (tableau 11), on constate que la teneur en calcium dans le lait camelin collecté est de l'ordre de 1,25 g/l. Cette teneur est presque similaire au résultats de Boudjnah-haroun (2012) qui a trouvé un taux de calcium égale à 1,22 g/l dans le lait camelin cru collecté de la région de Ghardaia. Cependant, Senoussi (2018), a enregistrée une teneur un peu moins (1,04g/l). La variabilité observée est due peut-être à la méthodes d'élevage, l'alimentation, et la manipulation lors des analyses.

## III.1.2.8. Vitamine C

La teneur en vitamine C des échantillons analysés est égale à 41,20 mg/l  $\pm$ 8,15. Sboui *et al.* (2016) rapportent un taux supérieur (169,7 mg/l) alors que Bouhaddaoui *et al.* (2019) enregistrent un taux nettement plus faibles (27,53 mg/l). Cependant, Boudjenah-Haroun (2012) et Saidi (2020) signalent des teneurs très semblable (45 mg/l) et (42,62 mg/l) respectivement.

Malgré cette variabilité, il demeure entendu que le lait de chamelle est considéré comme une source très riche en vitamine C, et il est 3 à 5 fois plus que le lait de vache (Stahl *et al.*, 2006). Cette caractéristique soulève davantage l'intérêt nutritionnel du lait camelin pour son apport important en cette vitamine au bénéfice des populations locales relativement privée d'apport important en fruits et légumes frais.

# III.2. Caractérisation des caséines du lait camelin

#### III.2.1. Analyse granulométrique

Les résultats de l'analyse granulométrique de la poudre de la caséine cameline (acide et présure) par le tamisage indiquent que la poudre présente une distribution granulométrique hétérogène, et regroupe deux populations de taille de particules :

- La première population, la moins représentée (10%), comporte des caséines camelines de diamètre moyen égale à 40 μm.
- La deuxième population, la majorité (90%), comporte des caséines camelines de diamètre moyen inférieure à 40 μm.


Figure 16 : Photo de la caséine cameline lyophilisée (a) acide, (b) présure

## III.2.2. Analyse morphologique par microscope électronique à balayage (MEB)

La (Figure 17) illustre la microstructure des poudres de caséine cameline extraites chimiquement et biologiquement.



Figure 17 : Images MEB de caséines camelines obtenus par coagulation avec (a) HCl ou (b) présure

La microstructure des protéines de caséine acide (figure 17a) n'avait pas de trous dispersés à la surface. La protéine de caséine produite par présure en revanche, présente des pores plus gros et était composée d'un réseau discontinu et lâche avec des trous larges et une structure diffuse (figure 17b). Le résultat était cohérent avec celui démontré par l'analyse DRX (figure 22), qui suggérait que le traitement biologique modifiait efficacement la structure de la surface des protéines de caséine.

Des altérations morphologiques pourraient avoir eu un impact majeur sur les caractéristiques fonctionnelles de la caséine, de sorte que les protéines produites par la présure avaient une plus grande stabilité émulsifiante, comme indiqué plus loin dans la section (évaluation de pouvoir émulsifiant).

#### **III.2.3.** Caractérisation spectrale



III.2.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Figure 18 : Spectre de l'IRTF de la caséine cameline acide et présure

La spectroscopie IRTF peut facilement observer les changements de la conformation des protéines étudiées. Avec cette technique, un spectre infrarouge de large gamme spectrale est obtenu à partir de l'absorption ou de l'émission d'un échantillon. Cette méthode est une alternative rapide sans exigences élevées pour la préparation et l'application des échantillons (Grewal *et al.*, 2017). Les modifications des caséines qui se produisent lors de l'étape de coagulation, soit enzymatique ou acide, et du traitement thermique induisent un réarrangement de la conformation de la structure secondaire. De plus, avec IRTF, les changements dans la liaison covalente ou d'autres interactions faibles, y compris la liaison électrostatique et hydrophobe, peuvent être observés.

La (figure 18) montre le spectre IRTF de la caséine cameline obtenus par deux procédures différentes (acide, présure). La caséine est composée de 21 acides aminés différents et se comporte différemment des autres protéines ; elle est très flexible et ne forme pas de structure cristalline, et sa conformation ressemble à une protéine globulaire dénaturée. De plus, la caséine crée des grappes par agrégation d'acides aminés, ce qui entraîne la formation de domaines hydrophiles et hydrophobes.

La similitude structurelle entre les deux types de caséine est évidente, mais avec une intensité différente. Les deux spectres montrent la forte bande –NH2 des acides aminés à 3280 cm<sup>-1</sup> et la bande faible superposée à 2880 et 2969 cm<sup>-1</sup> appartenant aux groupes aliphatiques –CH et – CH<sub>2</sub>. Ces vibrations indiquent la présence d'acides aminés avec une concentration plus élevée de groupes CH<sub>2</sub>, tels que la lysine, qui contient six atomes de carbone dans les chaînes latérales, ainsi que l'arginine, qui contient trois groupes CH<sub>2</sub>.

Les structures protéiques sont détectées en générale par les bandes amide I (1650 cm<sup>-1</sup>) et amide II (1540 cm<sup>-1</sup>). La (figure 18) montre de fortes bandes vibrationnelles à 1645 cm<sup>-1</sup> indiquent la présence de groupes carbonyle (C=O) et N-H. Selon Kher et al. (2007), le spectre obtenu dans cette région donne des informations sur la distribution des pics individuels qui attribuent certaines structures de la chaîne polypeptidique. Habituellement, les bandes des groupes carbonyle se situent dans l'intervalle de 1650 à 1800 cm<sup>-1</sup>, mais dans notre échantillon, ces bandes ont été légèrement décalées vers une valeur inférieure soit (1645 cm<sup>-1</sup>), ce qui indique les interactions dans son environnement, c'est-à-dire la présence de fortes liaisons hydrogène. De plus, un pic de vibration des groupes carbonyle peut être observé dans l'intervalle entre 1072 et 1238 cm<sup>-1</sup> ainsi qu'à 1446 et 1538 cm<sup>-1</sup> dans la zone d'élongation des amides (NH-CO). Le pic à 1446 cm<sup>-1</sup> indique la vibration de la liaison C–H des groupes CH<sub>2</sub> et le pic à 1538 cm<sup>-1</sup> représente la fonction amide (C–N), tandis que la faible bande de vibration à 1238 cm<sup>-1</sup> est liée à la présence d'un groupe méthylène et d'un atome de carbone tertiaire (-CH (CH3)-). Un groupe méthylène est localisé dans quelques acides aminés (alanine, valine, leucine, isoleucine et méthionine), prouvant que leur présence dans les fractions de caséine a une faible concentration. Les principaux groupes fonctionnels identifiés et rapportés dans le tableau 12.

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Groupe fonctionnel	Référence
3280	groupe d'acides aminés NH <sub>2</sub>	(Gaddam et al., 2014)
2880 - 2969	groupes aliphatiques –CH et –CH2	(Gaddam et al., 2014)
1645	groupes carbonyles (C=O)	(Kher et al., 2007)
1538	groupe amide (C–N)	(Wang et al., 2003)
1446	groupes de la liaison aliphatique (C-H)	(Mecozzi et al., 2016)
1238	groupes de la liaison amide (C–N)	(Mecozzi et al., 2016)
1072	groupes carbonyles (C–O)	(Kumar et Gupta 2002)

Tableau 12 : Pics d'IRTF et les gr	roupes fonctionnels correspondants
------------------------------------	------------------------------------

De plus, les spectres IRTF des échantillons acide et présure montrent des différences dans l'intensité des bandes vibrationnelles individuelles, ce qui peut s'expliquer par la variété des unités structurelles des protéines, c'est-à-dire dans certains types d'acides aminés qui sont des parties constitutives de la caséine. Comme on a mentionné dans la littérature que la caséine présente un degré élevé d'hétérogénéité, ce qui signifie qu'elle se compose de plusieurs protéines dont la composition et les fonctions varient considérablement.

Les positions principales des bandes IRTF pour les bandes amide I et amide III, fréquemment utilisées dans la caractérisation de la structure secondaire des protéines sont résumées dans le (tableau 13).

Structure	Bandes IRTF (cm <sup>-1</sup> )			
Structure	Amide I	Amide III		
Coude $\beta$	1655-1675 1680-1696	1270-1290		
Hélice α	1652-1660	1290-1310		
Structure désordonnée	1640-1655	1255-1259		
Feuillet $\beta$	1610-1644	1207-1245		

 Tableau 13 : Positions des principales bandes IRTF de la structure secondaire des protéines

 (Domènech et al., 2007)

## III.2.3.2. RAMAN

La structure des protéines a longtemps été examinée à l'aide de différentes méthodes de spectrométrie vibrationnelle, comme la spectrométrie IRTF et Raman. Ces structures donnent naissance à de nombreuses bandes vibrationnelles (amide A, B et amide I-VII), qui ne peuvent pas toutes être détectées par spectrométrie Raman et IRTF (Pelton, 2010). La bande amide A et les bandes amide I et III sont les plus utiles pour comprendre la structure des protéines.

La bande amide A, localisée à ~ 3280 cm<sup>-1</sup>, est causée par l'élongation de la liaison N-H. Elle est assez fort dans le spectre IRTF, mais très faible en spectrométrie Raman. Son emplacement indique l'intensité des liaisons hydrogène.

La bande amide I est détectée dans les spectres IRTF et Raman dans la région 1600-1700 cm<sup>-1</sup> en raison de l'allongement de la liaison C=O.

La bande amide II est essentiellement causée par la déformation de la liaison N-H et elle n'est active qu'en spectrométrie IRTF. On la trouve dans la gamme 1510-1560 cm<sup>-1</sup>. Cette bande, cependant, donne peu d'information sur la structure de la protéine.

L'allongement de la liaison C-N en conjonction avec la déformation de la liaison N-H provoque principalement la bande amide III. Elle est détectée dans la gamme 1200-1300 cm<sup>-1</sup> par spectrométrie IRTF et Raman. Elle apporte une contribution significative à la compréhension de la structure secondaire des protéines.

Les principales positions des bandes Raman pour les bandes amide I et amide III, fréquemment utilisées dans la caractérisation de la structure secondaire des protéines sont résumées dans le (tableau 14).

 

 Tableau 14 : Positions des principales bandes Raman de la structure secondaire des protéines (Domènech et al., 2007)

Structure	Bandes Raman (cm <sup>-1</sup> )			
Structure	Amide I	Amide III		
Coude $\beta$	1632-1648 1680-1697	1260-1290		
Hélice α	1650-1657	1268-1309		
Structure désordonnée	1660-1666	1240-1256		
Feuillet $\beta$	1667-1680	1227-1240		

Les spectres Raman que nous avons obtenu pour ces deux protéines lyophilisées (caséine cameline acide et présure) sont représentés dans la figure 19.



Figure 19 : Spectre RAMAN de la caséine cameline acide et présure

Le nombre d'onde (700 - 1800 cm<sup>-1</sup>) est connu comme la région des empreintes digitales, qui contient des informations complètes sur les biomolécules, les lipides, les protéines, les acides nucléiques, etc.

Nous avons attribué toutes les bandes importantes sur la base de la littérature, comme indiqué dans le tableau 14. Nous avons observé des changements importants de l'intensité vibrationnel dans les deux profiles, notamment, les bandes à 1450 cm<sup>-1</sup> et 1005 cm<sup>-1</sup>. Ces spectres, en bon accord avec la littérature comme celles de Yeo (2008) qui a mentionné que la bande Raman centrée à 1450 cm<sup>-1</sup> correspond à la déformation C–H présente dans les deux types de caséines. La bande Raman observée à 1005 cm<sup>-1</sup> est un pic marqueur pour la phénylalanine. Le pic à 2930 cm<sup>-1</sup> est principalement un mode d'élongation CH des groupes CH<sub>3</sub>, qui peuvent être présents à la fois dans les lipides et les protéines, bien que les groupes CH<sub>2</sub> dans les chaînes désordonnées puissent également avoir une certaine contribution dans cette région (Kumar *et al.*, 2016).

Dans les deux spectres, un pic à ~1657 cm<sup>-1</sup> peut être attribuée à la bande amide I des hélices  $\alpha$ . Aussi, des pics associés aux différents acides aminés peuvent aussi être identifiés.

Enfin, et selon les résultats obtenus on constate que la coagulation enzymatique modifiant la structure de la caséine et modifie également l'emplacement des groupements fonctionnels, elle peut altérer les propriétés d'adsorption des protéines et donc l'orientation des groupes fonctionnels de la protéine vis-à-vis la phase huileuse dans les émulsions.

#### III.2.3.3. Analyse de la composition de surface à l'aide de XPS

La technique XPS est une méthode bien établie pour déterminer la composition de base de la couche de surface (profondeur de 5 à 10 nm) de la biomolécule étudiée (Nikolova *et al.*, 2015). Le profile général XPS et les spectres élémentaires à haute résolution ont été utilisés pour examiner la distribution de la teneur relative des éléments atomiques du caséines camelines acides et présures (figure 20). En effet, le profile général XPS contient plusieurs pics, y compris les O1s, C1s, et N1s. À des énergies de liaison variées, ces pics typiques peuvent être déconvolutés en sous-pics détaillés. Les sous-pics résultants montrent plusieurs fonctions chimiques bien connues, telles que (C - C (H), C - O, O - C = O, etc.) (Rouxhet et Genet, 2011). Selon un modèle de composé biochimique, les pics C, N et O ont été déconvolutés en sous-pics qui correspondent aux différentes fonctions des protéines de caséine cameline qui composent la surface des caséines, comme indiqué sur (figure 21). Le pic C1s était principalement divisé en quatre pics, un pour chacune des fonctions C– (O, N), C– (C, H), C = O et O – C = O. Le

pic  $O1_S$  a été séparé en trois pics, dont chacun a été attribué aux fonctions O - C, O = C et H<sub>2</sub>O, ou O - C = O. Les fonctions C - NH et C - NH<sup>3+</sup> ont été décomposées du pic N1<sub>S</sub>.

Les surfaces des poudres de caséine étaient principalement constituées de carbone, d'oxygène et d'azote (Nawaz *et al.*, 2016). Néanmoins, des minéraux comme le phosphore et le soufre ont été découverts à la surface. Les deux spectres d'enquête contenaient de très minuscules pics de P, S et Ca 2p, et l'ajout de ces trois éléments a été jugé inférieur à 2% pour les deux poudres (tableau 15). En conséquence, le contenu de S et P a été négligé dans cette étude. Cependant, le Ca 2p est l'une des différences les plus importantes entre les caséines acides et présures (figure 20). Les micelles de caséines présures sont des phosphoprotéines contenant du phosphore (P) et du calcium (Ca) tandis que les micelles de caséines acides contiennent moins de phosphore et pas de calcium à la surface (tableau 15). En effet, lorsque le pH 4.3 est obtenu, tous les ions calcium restants et le phosphate de calcium colloïdal sont dissociés et solubilisés à partir de micelles de caséine (Jacob *et al.*, 2011 ; Li et Zhao, 2019). Le Ca<sup>2+</sup>, en revanche, est crucial dans la production de gels de présure (Lucey *et al.*, 1996). Par conséquent, les caséines du lait de chamelle acides et présures peuvent se différencier avec leur composition minérale.

	N (%)	0 (%)	C (%)	<b>S</b> (%)	P (%)	Ca (%)	N/C	O/C
Coagulation acide	04.96	21.09	73.85	0.11	0.29	0.00	0.06	0.28
Coagulation enzymatique	08.91	20.97	68.46	0.19	0.71	0.76	0.13	0.30

Tableau 15 : Composition élémentaire des poudres de la caséine cameline acide et présure

Le (Tableau 15) montre une étude chimique quantitative de la surface des poudres de protéines de caséine cameline utilisant l'agrégation biologique et chimique. La proportion de l'aire de pic des C1, O1 et N1 dans les surfaces de poudre de caséine reflète étroitement le pourcentage de concentration de C1S, O1S et N1S. Les pourcentages C1S, O1S et N1S de caséines produits en utilisant les deux techniques de coagulation différaient considérablement. Les proportions de carbone et d'oxygène de la surface des poudres de protéines de caséine produites par l'agrégation acide étaient supérieures à celles obtenues par la coagulation de présure, mais le pourcentage d'azote était plus faible. Li et Zhao (2019) ont révélé que la gélification par la présure peut changer les pourcentages du carbone, d'oxygène et d'azote à la surface des micelles de caséine, ce qui était conforme aux résultats de ce travail.

Les rapports atomiques fournis dans (tableau 15) sont relatifs à l'atome (C) et peuvent être utilisés pour comparer précisément les changements de concentration pour chaque surface. Des rapports O/C similaires ont été signalés pour les protéines de caséine cameline produites par la coagulation avec HCl et présure, comme indiqué dans (tableau 15) : 0,28 et 0,30, respectivement. La valeur un peu plus élevée de ce dernier a montré que les surfaces des poudres de caséine du lait de chamelle traitées par la chymosine étaient peut-être oxydées pendant la préparation et le stockage. En outre, le fait que des groupes aminés supplémentaires de protéines, tels que les résidus de tyrosine, aient été exposés à la surface des protéines produites par présure pourrait contribuer à une augmentation de la concentration d'atomes d'O (Zhao et al., 2011). Il était intrigant de remarquer que les caséines camelines produites par la coagulation enzymatique avaient un pourcentage N/C élevé (tableau 15). La différence dans les proportions N/C entre les deux techniques d'agrégation pour les surfaces de caséine cameline était considérable. Ces résultats ont révélé que moins de groupes aminés étaient disponibles à la surface des protéines de caséine obtenues par l'acide. Les fractions de N/C et O/C à la surface des caséines camelines biologiquement coagulées étaient supérieures, montrant que les principaux sites de protéolyse du système enzymatique de la présure étaient significatifs pendant la coagulation du lait de chamelle (Nouri et al., 2012).



Figure 20 : Profile d'XPS de (a) caséine cameline présure, et (b) caséine cameline acide



Figure 21 : Spectres XPS de  $C1_S$ ,  $O1_S$  et  $N1_S$  de la caséine cameline acide (a, b, c) et de la caséine cameline présure (d, e, f)

## III.2.3.4. Analyse cristallographique à l'aide d'un diffractomètre à rayons X (DRX)

Le DRX a été utilisé pour étudier les caractéristiques cristallographiques de deux types de caséine du lait de chamelle.

La figure 22 montre les deux spectres DRX pour les deux types de caséine cameline analysées. Les protéines de caséine extraites avec du HCl et de la chymosine ont révélé un grand pic cristallin à une valeur  $2\theta$  d'environ  $20^{\circ}$  et un petit pic à une valeur  $2\theta$  d'environ  $10^{\circ}$ , respectivement. Les positions d'angle des deux protéines n'étaient pas significativement différentes (p < 0,05). La distance moyenne des particules (*dhkl*) des protéines de caséine produite par l'extraction acide et la coagulation enzymatique à  $2\theta$  autour de  $19^{\circ}$  n'était pas significativement différente (p < 0,05). Cependant, à  $2\theta$  environ  $10^{\circ}$ , l'espacement moyen entre les particules obtenues par acidification était un peu supérieur à celui acquis par la coagulation enzymatique.



Figure 22 : Profiles DRX des poudres de la caséine cameline acide et présure

Les résultats ont révélé que les architectures du squelette des protéines de caséine variaient légèrement. La littérature a rapporté que dans les modèles de diffractogramme, les angles de pointe de l'hélice  $\alpha$  et de la structure de la feuille  $\beta$  des protéines étaient respectivement à  $2\theta$  environ 10° et 20° (Zhao *et al.*, 2015). La force d'un pic peut également refléter les changements dans la structure d'une protéine. Les intensités des caséines du lait de chamelle extraites en utilisant les deux techniques à  $2\theta$  environ 9° n'étaient pas significativement différentes (p < 0,05) dans cette étude. Les résultats ont révélé que la fraction de l'hélice  $\alpha$  dans les protéines de caséine produite par les deux techniques de coagulation n'était pas statistiquement différente. Inversement, l'intensité du pic à  $2\theta$  environ 19° des caséines camelines obtenues par coagulation chimique (188,22%) était plus élevée que celle obtenue par agrégation biologique (129,81%), indiquant une plus grande teneur en feuille  $\beta$  dans la structure de caséine cameline acide, qui a

conduit à une augmentation significative de la structure cristalline. Cela a montré que la coagulation enzymatique peut affecter la structure amorphe des protéines de caséine.

Le (tableau 16) montre les caractéristiques des principaux pics de diffraction à partir de caséines camelines acides et de présures

Technique de coagulation	Angle de diffraction $(2\theta)$	dhkl (Å)	Intensité (%)
Acidification	9.80	9.01	87.61
	19.33	4.59	188.22
Enzymatique	10.08	8.76	69.76
	19.94	4.45	129.81

Tableau 16 : Paramètres de DRX des caséines camelines acides et présures

## **III.2.4.** Caractérisation thermiques

#### III.2.4.1. Analyse par calorimétrie à balayage différentiel (DSC)

La calorimétrie à balayage différentiel est l'une des méthodes fréquentes pour déterminer les propriétés thermiques des polymères. Généralement, les propriétés thermiques ainsi que toutes les autres propriétés des polymères reflètent leur composition chimique et leur structure. En surveillant les changements de propriétés thermiques, il est possible de suivre les changements de structure du polymère. Il est important de déterminer les changements de dégradation des caséines au cours de leur stockage, de leur stérilisation et de la production de produits laitiers. L'un des objectifs de cette étude était de déterminer quel type de caséine étaient soumises à modifications dues au traitement thermique.

La (figure 23) montre les thermogrammes DSC de la caséine cameline acide et présure.



Figure 23 : Thermogrammes DSC de la caséine cameline (a) acide et (b) présure,

dont A : Pic endothermique de la fusion complète de la caséine

La (figure 23) montre un pic endothermique (A) dans les deux thermogrammes qui est dû à la dénaturation de la caséine. Ce pic est plus étroit et intense noté pour la caséine cameline présure, indique une structure homogène d'une caséine, et qu'elle nécessite un flux important de chaleur, car elle contient une forte concentration des liaisons phosphocalciques par rapport au caséine cameline acide.

La température de début, de pic, et de fin de fusion pour les deux types de caséine cameline ont été rapportées dans le tableau 17. Où, La température de fusion de la caséine acide et présure était 184 °C et 200 °C, respectivement.

	${ m T}$ début de fusion (°C)	T pic (°C)	T fin de fusion (°C)
Caséine cameline acide	120	158	184
Caséine cameline présure	152	162	200

Tableau 17 : Propriétés thermiques de la caséine cameline acide et présure

Les résultats obtenus sont parfaitement en accord avec les travaux de Rahman *et al.* (2012), qui ont rapporté que la température de fusion des caséines acides extraites de la poudre de lait de chamelle se situait entre 95 et 179 °C. Par ailleurs, Pugliese *et al.* (2019), ont présenté une température de fusion moyenne de 143,7 °C pour la caséine bovine acide. Mizuno *et al.* (2000), ont déterminé que l'état de la structure secondaire d'une protéine était le facteur déterminant de sa température de fusion.

#### III.2.4.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)

La stabilité thermique d'une matière reflète sa composition chimique et sa structure, et elle est définie comme la capacité d'une matière à conserver ses propriétés physiques de base pendant un certain temps et à une certaine température. L'analyse thermogravimétrique (ATG) est la méthode la plus couramment utilisée pour évaluer la stabilité thermique et le mécanisme de dégradation des matières.

Les résultats de l'analyse ATG des échantillons étudiés, et les pourcentages de perte en masse par rapport à la température sont représentés dans la (figure 24). Les résultats mesurés à des températures allant de 25 °C à 500 °C à une vitesse de chauffage de 10 °C min<sup>-1</sup>.

L'examen de la courbe d'analyse montre l'existence de trois étapes de perte en masse ; la première étape de la dégradation de la caséine se développe dans la plage de température d'environ 30 à 110 °C, avec des pertes de masse de 0,44% et 0,08% pour la caséine cameline

acide et présure, respectivement. Comme la dégradation se produit à basse température pour tous les échantillons (où les liaisons chimiques ne peuvent pas être rompues), elle pourrait être attribuée à l'élimination de l'eau physiquement retenue par la caséine. Tandis que, la deuxième étape est clairement visible pour la caséine acide et présure dans l'intervalle de température de 104 à 430 °C, suivie d'un troisième stade de décomposition.



Figure 24 : Profiles ATG de la caséine cameline (a) acide et (b) présure

À partir de la température de dégradation thermique initiale (Ti = 115 °C) et de la température au taux de dégradation maximal (Tmax = 420 °C), et avec une perte de masse globale de 3,11%, on peut conclure que la caséine cameline acide présente une stabilité thermique inférieure à celle de l'échantillon caséine cameline présure (Ti = 104 °C, Tmax = 430 °C) avec une perte de masse globale de 0,9% seulement. Ce stade est caractérisé par le début de la combustion de la matière organique présente dans les caséines. Au-dessus de 500 °C, aucune décomposition significative des échantillons n'est observée, révélant la fin de la dégradation thermique. Ces résultats sont comparables aux travaux de (Purevsuren et Davaajav, 2001). Selon la littérature, la stabilité thermique plus élevée de la caséine cameline présure par rapport à la caséine cameline acide est due probablement à la richesse du caséine présure par des laissons phosphocalciques qui jouent un rôle important dans le processus de réassociation des sous-micelles de caséine. Elles modèrent les interactions entre protéines en neutralisant la charge négative sur les molécules de caséine. De plus, les molécules de caséine obtenues par coagulation enzymatique peuvent être réticulées par les liaisons phosphocalciques, formant ainsi des liaisons phospho-sérines entre les protéines (Pitkowski *et al.*, 2009). Finalement, une réassociation des sous-micelles de caséine présure se produit et une grande structure agrégée se forme.

Pour la caséine cameline acide appauvrie en calcium lors de la coagulation, les charges négatives sur les molécules de protéines ne sont pas beaucoup neutralisées par le phosphore et de calcium, par conséquent, la répulsion électrostatique et l'attraction hydrophobe entre les sous-micelles ne peuvent pas être significativement modérées. De plus, les liaisons phosphosérines sont à peine établies entre les protéines de caséine. En conséquence, l'association des sous-micelles de caséine est sévèrement entravée. Cela explique bien la tendance à l'association réduite des sous-micelles de caséine dans les solutions de caséine appauvrie en Ca<sup>+2</sup> (Geneau-Sbartaï *et al.*, 2008).

#### III.3. Caractérisation de l'huile d'olive

Le (tableau 18) résume les résultats d'analyses physicochimiques (Acidité, densité, viscosité, et indice de réfraction) d'huile d'olive extra vierge, utilisée dans cette étude.

	L'acidité	Densité	Viscosité	Indice de réfraction
	(%)	(g/cm <sup>3</sup> )	( <b>cP</b> )	
Huile d'olive extra vierge	0,4	0,9091	75,62	1,4718

Tableau 18 : Paramètres physicochimiques d'huile d'olive mesurés à 20°C

Selon les résultats obtenus, on peut constater que en général, les analyses physicochimiques que nous avons faites sur l'huile végétale sont bonnes et respectent les normes internationales (C.O.I (2000) : Council oléicole international) qui prouvent que notre huile est de bonne qualité.

La densité (0,9091) obtenue est comparable à la gamme trouvée par Gila *et al.* (2015) qui va de 0,9081-0,9161, et elle est inférieure à celle signalée par Santos *et al.* (2013) qui ont noté que la densité d'huile d'olive varie de 0,9135 à 0,9649. Selon Matsakidou *et al.* (2010) la densité d'huile en général dépend de sa température et de sa composition chimique.

La valeur moyenne de la viscosité d'huile d'olive vierge obtenu est de (75,62 cP) ; qui est dans l'intervalle donné par Gila *et al.* (2015) qui va de 75 à 78 cP, et elle est donc supérieure à celle publiée par Santos *et al.* (2013) qui se limite à 53 et 64 cP. Matsakidou *et al.* (2010) ont constaté que la viscosité dépend de la température et de la structure chimique du corps gras, c'est-à-dire elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation du nombre des liaisons insaturées. Concernant l'acidité, nous avons trouvé une valeur moyenne égal à 0,4 % ; cette valeur est cohérente avec la norme citée par (C.O.I) qui exige une valeur inférieure à 0,8 % pour l'huile d'olive extra vierge. En général, l'acidité de l'huile dépend sur sa composition chimique et ses conditions de stockage (Gila *et al.*, 2015).

#### III.4. Caractérisation des propriétés émulsifiantes

#### III.4.1. Caractérisation des émulsions obtenues

D'après la diffusion du colorant bleu de méthylène dans la phase aqueuse et la dispersion du colorant rouge soudan dans la phase huileuse, on peut conclure que les émulsions obtenues sont de type huile dans l'eau (H/E) (figure 25). De plus, nous avant remarqué que tous les préparations ont donné des émulsions dont les gouttelettes huileuses sont dispersées ; les meilleures distributions des gouttelettes sont enregistrées pour les émulsions H/E/T80 (0,5%, 1%, 1,5%, et 2%), de même, pour les émulsions H/E/CP 1,5%, H/E/CP 2%, et H/E/CA 2% par rapport à les émulsions H/E/CA (0,5%, 1%, et 1,5%) et H/E/CP (0,5% et 1%). Les gouttelettes lipidiques observées sont entourées par un film constitué par la phase aqueuse, ce film présente une épaisseur importante pour l'ensemble des émulsions. Concernant la forme des gouttelettes, nous avant constaté que dans toutes les préparations ayant une forme arrondie régulière. Cette forme a été obtenue grâce à l'application d'un système d'agitation uniforme pour toutes les préparations. L'augmentation de la concentration de la caséine cameline a entraîné une diminution du diamètre moyen des gouttelettes et un rétrécissement de la distribution de la taille des gouttelettes qui sont la conséquence de l'amélioration de la viscosité de la phase aqueuse et l'émulsion par la suite. Le tableau 19 résume les caractéristiques des émulsions préparées.

Emulsions	Taille et forme de gouttelettes	Etat de dispersion
H/E/CA 0,5%	Petite et arrondie	Dispersé
H/E/CA 1%	Petite et arrondie	Dispersé
H/E/CA 1,5%	Petite et arrondie	Dispersé
H/E/CA 2%	Très petites et arrondies régulières	Très dispersé
H/E/CP 0,5%	Petite et arrondie	Dispersé
H/E/CP 1%	Petite et arrondie	Dispersé
H/E/CP 1,5%	Très petites et arrondies régulières	Très dispersé
H/E/CP 2%	Très petites et arrondies régulières	Très dispersé
H/E/T80 0,5%	Très petites et arrondies régulières	Très dispersé
H/E/T80 1%	Très petites et arrondies régulières	Très dispersé
H/E/T80 1,5%	Très petites et arrondies régulières	Très dispersé
H/E/T80 2%	Très petites et arrondies régulières	Très dispersé

Tableau 19 : Caractérisation et description des émulsions formulées







a: H/E/CP 0,5%, b: H/E/CP 1%, c: H/E/CP 1,5%, d: H/E/CP 2%



**Figure 26 :** Images microscopiques (grs.  $\times 10$ ) des émulsions à base de la caséine cameline acide à différentes concentrations, à T= 0h et à T= 72h, dont :

a: H/E/CA 0,5%, b: H/E/CA 1%, c: H/E/CA 1,5%, d: H/E/CA 2%



Figure 27 : Images microscopiques (grs.  $\times 10$ ) des émulsions à base le Tween 80 à différentes concentrations, à T= 0h et à T= 72h, dont :

a : H/E/T80 0,5%, b: H/E/T80 1%, c: H/E/T80 1,5%, d: H/E/T80 2%

## III.4.3. Mesure de la taille moyenne des gouttelettes

Tout d'abord, on a constaté que toutes les préparations sont classées comme des macroémulsions, parce que les diamètres moyens des gouttelettes lipidiques sont classés selon l'échelle proposée par Bimbenet (2007) dans le domaine des émulsions.

La figure 28 représente l'évolution du diamètre moyen des gouttelettes lipidiques des émulsions obtenues au cours du temps.



**Figure 28 :** Evolution du diamètre moyen les gouttelettes lipidiques en fonction du temps pour les émulsions :

- a) H/E/T80 0,5%, H/E/CP 0,5%, H/E/CA 0,5%
- b) H/E/T80 1%, H/E/CP 1%, H/E/CA 1%
- c) H/E/T80 1,5%, H/E/CP 1,5%, H/E/CA 1,5%
- d) H/E/T80 2%, H/E/CP 2%, H/E/CA 2%

Tous les courbes de l'évolution des diamètres moyens des gouttelettes lipidiques des émulsions obtenues présente une allure croissante au cours du temps ; cette croissance est le résultat du phénomène de coalescence, elle est plus ou moins lente suivant l'émulsion formulée; pour les émulsions H/E/CP (0,5%, 1%, et 1,5%) et H/E/CA (0,5%, 1%, et 1,5%) l'évolution est rapide jusqu'à T24, et les valeurs enregistrées ne présentent pas une différence significative pour un même temps donné pour ces préparations (p > 0,05). Par contre, la courbe correspondant les émulsions préparées à base de la caséine cameline acide et présure à (2%) est caractérisée par une évolution très lente jusqu'à T24, à partir de laquelle l'évolution de la courbe est devenue plus ou moins stable.

Par contre, le profil de la courbe des émulsions préparées à base de l'émulsifiant synthétique (Tween 80) caractérisé par une allure croissante mais très lente par rapport aux autres préparations, et cela pour toutes les concentrations (0,5%, 1%, 1,5%, et 2%) jusqu'à T24, à partir de laquelle l'évolution des valeurs est devenue stable.

D'après les résultats obtenus, le diamètre moyen de gouttelette d'huile a enregistré une valeur de 0,58, 0,55, et 0,50  $\mu$ m à T0 pour les émulsions préparées à base de (CA, CP, et Tween 80) avec la concentration 0,5%, respectivement. L'augmentation de la concentration de CA, CP, et Tween 80 jusqu' à 2%, conduit à une diminution de diamètre moyen jusqu'à 0,48, 0,46, et 0,40  $\mu$ m à T0, respectivement. Selon Krstonošić, *et al.* (2015), cela s'explique par l'augmentation de la viscosité de la phase continue obtenue en utilisant l'émulsifiant, qui réduit la mobilité des gouttelettes et le temps d'adsorption des molécules de caséine présure et acide, et aussi pour le Tween 80 sur les surfaces des gouttelettes lipidiques. Ainsi, la formation de couches plus épaisses d'émulsifiant en interphase évite la coalescence entre les gouttelettes et rend l'émulsion plus stable dans le temps.

Le teste ANOVA pour le diamètre moyen des gouttelettes lipidiques montre qu'il y a une déférence hautement significative (p < 0,001) entre les résultats des deux méthodes de coagulation (acide et présure), ainsi que par apport au standard. Concernant la déférence entre les concentrations des émulsifiants (CA, CP, et Tween 80), le test ANOVA montre une déférence significative (p < 0,05) entre les concentrations (0,5%, 1%, et 2%). Par contre il n'y a aucune déférence significative entre les concentration (1,5% et 2%).

Enfin, et selon les résultats obtenus on peut dire que la caséine cameline présure à un effet remarquable sur la taille des gouttelettes lipidiques par rapport au caséine cameline acide.

Aussi, le Tween 80 joue un rôle important dans la stabilité de la taille des globules gras, et donc les émulsions par la suite.

## III.4.4. Estimation du nombre de gouttelettes

La figure 29 représente le nombre moyen des globules gras pour les émulsions préparées à base de caséine cameline acide et présure et de Tween 80 avec les différentes concentrations étudiées.



Figure 29 : Cinétique du nombre des gouttelettes lipidiques en fonction du temps

- a) H/E/T80 0,5%, H/E/CP 0,5%, H/E/CA 0,5%
- b) H/E/T80 1%, H/E/CP 1%, H/E/CA 1%
- c) H/E/T80 1,5%, H/E/CP 1,5%, H/E/CA 1,5%
- d) H/E/T80 2%, H/E/CP 2%, H/E/CA 2%

Nous constatons que le nombre des gouttelettes lipidiques est variable selon le type de l'émulsifiant utilisée (naturel ou synthétique) ainsi que selon sa concentration.

D'après les résultats obtenus on observe que le nombre des gouttelettes lipidiques a des allures décroissantes au cours du temps. Selon Cheftel *et al.* (1985) ; cette diminution du nombre est due essentiellement aux trois phénomènes ; la floculation, la coalescence, et le crémage.

D'autre part, la valeur la plus élevée est enregistrée dans les émulsions préparées à base du standard (Tween 80 à 2%) suivi par le nombre enregistré dans les émulsions formées à base de la caséine cameline présure 2% et acide 2%, respectivement.

L'analyse statistique ANOVA a signalé une déférence significative (p < 0,05) entre le nombre moyen des émulsions (H/E/CA, H/E/CP, et H/E/T80) préparé avec les concentrations (0,5, 1,5, et 2%). Par ailleurs, on observe aucune déférence significative entre les deux méthodes d'extraction (enzymatique et acide) par rapport au standard.

## III.4.5. Stabilité de l'émulsion

La stabilité de l'émulsion (SE) estime la stabilité relative d'une émulsion après une période donnée (Pearce et Kinsella, 1978).



Figure 30 : Stabilité des émulsions étudiées en fonction du temps

a) H/E/T80 0,5%, H/E/CP 0,5%, H/E/CA 0,5%

- b) H/E/T80 1%, H/E/CP 1%, H/E/CA 1%
- c) H/E/T80 1,5%, H/E/CP 1,5%, H/E/CA 1,5%
- d) H/E/T80 2%, H/E/CP 2%, H/E/CA 2%

La figure 30 représente l'évolution des valeurs (SE) pour les émulsions préparées à base de la caséine cameline acide et présure et de Tween 80 à différente concentrations (0,5%, 1%, 1,5%, et 2%) au cours du temps. Les résultats ont révélé que à T0, toutes les formulations d'émulsions avaient une couleur et une texture laiteuse, et il n'y avait aucune différence visuelle entre ces formulations. Ainsi que tous les courbes de stabilité ont une allure décroissante au cours du temps quel que soit le type et la concentration de l'émulsifiant utilisé. Cependant, les émulsions préparées à base de la caséine cameline présure (CP) ont été montrées des valeurs de stabilité élevées par rapport aux émulsions stabilisées par la caséine cameline acide (CA). Tandis que la courbe des émulsions préparées à base de Tween 80 montre des valeurs plus élevées par rapport à celles obtenus par la caséine cameline acide et présure. De plus, l'émulsion préparée à base de (CP) à 2% a été caractérisée par des valeurs de stabilité variables : légère diminution (97%) au quatre premières heures, puis une diminution modérée jusqu'à T12 (91%), et enfin une stabilisation (88%) à partir de la seizième heure de stockage, contre l'émulsion stabilisée avec (CA) à 2%, qui caractérisait par une diminution modérée entre T0 et T4 (95%) suivie d'une forte diminution entre T4 et T12 pour atteindre (88%), et une légère stabilisation commençant à partir de T12 jusqu'à T16 (86%), et encore une autre légère diminution après T16 jusqu'à T72 (82%). Ce comportement peut s'expliquer par le fait que la caséine cameline acide a un poids moléculaire plus élevé et moins de flexibilité que les caséines présures (CP). En conséquence, il ne s'adsorbe pas et ne s'installe pas à l'interface aussi rapidement que les tensioactifs faites. De plus, ces résultats montrent, dans tous les cas, que comme davantage d'émulsifiants (caséines camelines présures) sont flexibles, plus de surface peut être occupée, en stabilisant et en revêtement un plus grand nombre de gouttelettes d'huile plus petites. Selon Seta et al. (2014), les tensioactifs d'une façon générale s'adsorbent à l'interface des émulsions sous forme de monocouche d'épaisseur variant en fonction de la longueur de leurs chaînes aliphatiques. Et que les protéines adsorbées à l'interface subissent des changements de conformation pour exposer les différentes parties hydrophobes et hydrophiles vers les surfaces appropriées. De plus, les protéines peuvent constituer une ou plusieurs couches à l'interface en fonction de leur concentration dans la phase dispersante.

Des études ont été effectuées par Mao *et al.* (2009) pour comparer l'effet de la masse molaire et de la concentration des différent émulsifiants sur leur pouvoir à créer des émulsions restant stables à long terme. Suite aux différences de cinétique d'adsorption et de l'abaissement de la tension inter-faciale entre les émulsifiants de grand poids moléculaire et les tensioactifs de

synthèse de faible masse molaire, les résultats ont montré que les émulsifiants de grand poids moléculaire sont moins efficaces pour la production des émulsions stables à long durée.

Cela est expliqué comme suit : lors d'un procédé d'émulsification, le procédé consiste dans une première étape à rompre les grosses gouttelettes lipidiques par une bonne homogénéisation, et le revêtement de petites gouttelettes par l'émulsifiant dans la seconde étape. Cette étape est plus facile dans le cas des émulsifiants de faible masse molaire parce qu'ils s'adsorbent rapidement aux nouvelles interfaces des gouttelettes huileuses récemment formées en empêchant leur coalescence. Par contre, les macromolécules s'adsorbent moins rapidement, et donc, la coalescence est plus probable (Mao *et al.*, 2009). De même, He *et al.* (2011), ont enregistré des résultats similaires pour les protéines de soja et celles de lactosérum en comparaison avec quatre émulsifiants ont des poids moléculaires différents. Aussi, Ces résultats sont en accord avec les travaux de Royer *et al.* (2018), qui ont comparé la stabilité de plusieurs émulsions préparées à base de diffèrent émulsifiant aient des poids moléculaires différent, tel que (Tween 60, Tween 80, mono-stéarate sorbitane, et mono-oléate sorbitane).

Le test de diamètre des globules gras pour les émulsions à une concentration égale à (2%) des deux types de caséine du lait de chamelle confirme ces résultats, comme le montrent la (figure 28). Pour toutes les émulsions, le diamètre moyen des globules gras grandissait dans le temps pour les deux types d'émulsifiants. Par conséquent, les différences entre les diamètres du globule des émulsions H/E/CA 2%, H/E/CP 2%, et H/E/T80 2% étaient très significatives (p <0,005). De plus, les émulsions préparées avec caséine cameline présure et acide à 2% présentaient des tailles de gouttelettes plus grandes que les émulsions utilisant Tween 80 à 2% malgré que les deux émulsifiants aient une concentration similaire. Ce qui confirme que la taille et la masse molaire de l'émulsifiant ont un effet important dans la stabilité des émulsions.

Selon le test ANOVA effectué pour la stabilité des émulsions, on constate que l'augmentation de la concentration d'émulsifiant (caséine acide, caséine présure, Tween 80) a amélioré leurs stabilités au cours du temps, tout on note une déférence significative (p < 0,05) entre les concentrations (0,5, 1,5, et 2%). De même on constate une déférence significative (p < 0,05) entre les deux méthodes de coagulation (acide et présure).

#### III.4.6. Indexe de stabilité émulsifiante

La détermination de l'index de stabilité nous permis d'estimer la durée de stabilité d'émulsion étudiée.



La (figure 31) représente le profil des histogrammes de l'index de stabilité pour tous les émulsions étudiées.

Figure 31 : Evolution de l'index de stabilité au cours du temps pour les émulsions :

- a) H/E/T80 0,5%, H/E/CP 0,5%, H/E/CA 0,5%
- b) H/E/T80 1%, H/E/CP 1%, H/E/CA 1%
- c) H/E/T80 1,5%, H/E/CP 1,5%, H/E/CA 1,5%
- d) H/E/T80 2%, H/E/CP 2%, H/E/CA 2%

D'après les résultats, on constate que les valeurs de l'index de stabilité subissent une augmentation aux cours du temps pour tous les types d'émulsions préparées à différentes concentrations de l'agent émulsifiant (0,5 - 2%), et les valeurs les plus importantes sont enregistrées pour les émulsions préparées à base de 2% d'agent émulsifiant que ce soit naturel ou de synthèse.

On note aussi que l'émulsion (H/E/CP 2%) présente la valeur la plus importante par rapport à l'émulsion (H/E/CA 2%) à T72 (15 et 13j), respectivement, par contre pour l'émulsion (H/E/CA 0,5%) qui enregistre la valeur la plus inférieure (3j) après 24h. L'émulsion (H/E/T80 2%) a noté

la valeur la plus importante pour une durée de (21j) après 72h de repos, comparativement aux émulsions formulées à base de la caséine cameline acide et présure.

Le reste des émulsions ont des index de stabilité qui changent au cours du temps :

- L'index de stabilité pour l'émulsion (H/E/CP 0,5%) égale à 9,5j après 72h de repos.
- L'index de stabilité pour l'émulsion (H/E/CP 1%) égale à 12j après 72h de repos.
- L'index de stabilité pour l'émulsion (H/E/CP 1,5%) égale à 12,5j après 72h de repos.
- L'index de stabilité pour l'émulsion (H/E/CA 0,5%) égale à 7,5j après 72h de repos.
- L'index de stabilité pour l'émulsion (H/E/CA 1%) égale à 10j après 72h de repos.
- L'index de stabilité pour l'émulsion (H/E/CA 1,5%) égale à 11j après 72h de repos.

Selon tous les résultats obtenus, on peut conclure que la durée nécessaire pour la déstabilisation de chaque émulsion varie en fonction de sa composition qui se traduit par le type de l'agent émulsifiant (caséine cameline acide, présure, ou Tween 80) et de sa concentration.

D'après le test ANOVA réalisé pour analyser les résultats de l'index de stabilité, on enregistre une variabilité significative (p < 0.05) entre les concentrations de préparations suivantes (0,5, 1,5, et 2%). Aussi, on note déférence significative entre les méthodes de coagulation d'une part, et par rapport au standard d'une autre part.

## **III.4.7.** Surface inter-faciale

La (figure 32) illustre les valeurs de la surface inter-faciale des différentes émulsions étudiées au cours du temps.

En générale, un système dispersé est dit stable quand ses particules ne se soudent pas mais au contraire restent séparées par le milieu de dispersion (Mathieu, 1998).

On constate que les courbes de la surface inter-faciale sont décroissantes (figure 32) contrairement à celles du diamètre moyen des globules huileuses (figure 28) qui se caractérisent par une augmentation dans le temps.

Aucune déférence significative (p > 0,05) n'a été remarquée pour la surface inter-faciale des émulsions préparées à base de caséine cameline acide et présure avec les différentes concentrations. Mais, on signale une variabilité significative (p < 0,05) entre les deux méthodes de coagulation et le standard (Tween 80).



Figure 32 : Cinétique de la surface inter-faciale des émulsions étudiées en fonction du temps

- a) H/E/T80 0,5%, H/E/CP 0,5%, H/E/CA 0,5%
- b) H/E/T80 1%, H/E/CP 1%, H/E/CA 1%
- c) H/E/T80 1,5%, H/E/CP 1,5%, H/E/CA 1,5%
- d) H/E/T80 2%, H/E/CP 2%, H/E/CA 2%

### III.4.8. Indice de crémage

Le crémage est l'une des instabilités huile-dans-eau, qui provient de la différence de densité entre les deux liquides en émulsion et de la force de gravité (Tadros, 2004). Un crémage rapide se produisait généralement dans des émulsions contenant un émulsifiant non adsorbant en raison du mécanisme de floculation.

L'indice de crémage a été évaluée par des observations visibles et la mesure de la hauteur de la couche de sérum séparée. Les données de l'indice de crémage (IC %) des émulsions étudiées et les images de l'aspect macroscopique de crémage en fonction du temps de stockage sont données sur les figures 33 et 34 respectivement.



Figure 33 : Cinétique de l'indice de crémage pour les émulsions étudiées



Figure 34 : Aspect macroscopique de l'indice de crémage des émulsions étudiées au cours du temps (a : 0h et b : 72h) dont : (1 : H/E/CA 0,5%, 2 : H/E/CA 1%, 3 : H/E/CA 1,5%, 4 : H/E/CA 2%, 5 : H/E/CP 0,5%, 6 : H/E/CP 1%, 7 : H/E/CP 1,5%, 8 : H/E/CP 2%, 9 : H/E/T80 : 0,5%, 10 : H/E/T80 1%, 11 : H/E/T80 1,5%, 12 : H/E/T80 2%).

Selon les résultats obtenus on constate que la valeur minimale pour l'indice de crémage (qui corresponde à la stabilité maximale) est pour la concentration de 2 % de l'émulsifiant. En outre, a des concentrations faibles (0,5, 1, 1,5 %) on constate une augmentation de l'indice de crémage au cours du temps. Les résultats des observations macroscopiques (figure 34) étaient en bon accord avec le taux de crémage calculé.

Les émulsions ont été contrôlées à l'œil nu sur une période de 3 jours, avec des mesures prises chaque 30 minute. Au cours de cette période, tous les échantillons présentaient une séparation de phase visible. Parmi ceux-ci, H/E/CA 0,5%, H/E/CA 1%, H/E/CP 0,5%, et H/E/CP 1% ont été les premiers à se déstabiliser. Dans les 3 à 4 heures suivant la préparation des échantillons, les quatre préparations ont commencé à montrer des signes de séparation. Il est particulièrement important de noter que H/E/CA 0,5% atteigne plus rapidement la valeur finale de l'IC de 72 % par rapport à H/E/CP 0,5%. Le taux de crémage rapide de H/E/CA 0,5% et H/E/CP 0,5%, a été observé à plusieurs reprises, et on peut supposer que la concentration de la caséine cameline adsorbant n'était pas suffisamment élevée pour saturer toute l'interface des gouttelettes huileuses. Selon Ritzoulis *et al.* (2014), ce phénomène est connu sous le nom de floculation, et il est responsable de l'induction d'un crémage important en présence de faibles concentrations d'émulsifiants. Donc on peut expliquer ce crémage plus rapide dans H/E/CA 0,5% et H/E/CP 0,5% et

Les préparations (H/E/CA 1,5%, H/E/CP 1,5%, H/E/CA 2%, et H/E/CP 2%) ont montré des couches distinctes de crème et de sérum dans les 24 heures suivant la préparation, bien que H/E/CP 2% ait été beaucoup plus lent à atteindre la valeur maximale en IC. La préparation H/E/CA 2% a atteint le taux d'IC maximal au jour 1, alors qu'il a fallu plus 2 jours pour que H/E/CP 2% atteigne cette valeur. La séparation de phase rapide dans H/E/CA 2% pourrait à nouveau être attribuée à la floculation. Au bout de 3 jours, H/E/CA 2%, H/E/CP 2%, et H/E/T80 2% avaient tous les trois un crémage visible avec des IC de 25 %, 23,7 %, et 12,4 respectivement. Cette apparence suggère une distribution de gouttelettes plus poly-dispersées près de la limite de la crème car les grosses gouttelettes crément plus rapidement que les petites.

En fin, on peut dire que les deux types de caséine cameline n'est pas aussi efficace pour augmenter la viscosité de l'émulsion pour les mêmes concentrations par rapport au référence. Par ailleurs, L'augmentation de la teneur en caséine cameline dans les émulsions a entraîné une diminution de l'indice de crémage (Figure 33). Des concentrations de caséine de 1,5 % et 2 % ont entraîné un temps de retard du crémage pour les deux types de caséine cameline. Ces résultats sont similaires à ceux rapportés par plusieurs auteurs comme (Krstonošić *et al.*, 2009

; Sun *et al.*, 2007 ; Velez *et al.*, 2003) mais avec d'autres émulsifiants, tel que (gomme de xanthane, et mono-oléate sorbitane) et à différentes concentrations.

Le test statistique ANOVA a montré une variabilité hautement significative (p < 0,001) entre les moyens d'indice de crémage pour H/E/CA, H/E/CP, et H/E/T80 préparées à base les déférentes concentrations d'émulsifiant (0,5, 1,5, et 2%). Par contre, on n'observe aucune variabilité significative pour les méthodes de coagulation (acide et présure).

# Conclusion

## Conclusion

Les chamelles font partie du bétail qui peut être considéré comme une source importante de production de lait. La tendance croissante de la recherche et de l'attention portée au lait de chamelle et à ses produits ces dernières années, indique sa position sociale et économique particulière.

Ce projet a eu pour objectif de caractériser la caséine acide et présure du lait de chamelle, ainsi que d'évaluer leur pouvoir émulsifiant, afin de les utilisées dans le domaine des émulsions alimentaires, cosmétiques, et pharmaceutiques.

A l'issue de cette thèse, des résultats prometteurs et encourageants ont été trouvés concernant la qualité du lait camelin, l'extraction des caséines, leur lyophilisation et caractérisation du point de vue physicochimique, spectrométrique, thermique et technofonctionnel.

Nous avons constaté que le lait de chamelle collecté présente en générale une composition comparable à celle des laits de chamelle étudiés par plusieurs auteurs dans différentes régions, avec une légère variation qui peuvent être liées aux conditions d'élevage et aux variabilités génétiques.

En ce qui concerne la caractérisation morphologique, spectroscopique, et thermique de la caséine acide et présure du lait camelin, nous avons constaté que la coagulation enzymatique a modifié la structure et la composition de surface des protéines de caséine du lait de chamelle suite aux résultats d'analyses réalisés par le MEB et XPS. En revanche, les caséines présure issues du lait camelin ont montré un changement significatif de la composition de surface par rapport aux caséines issues du lait camelin obtenus par coagulation acide, avec une diminution des concentrations d'atomes de carbone et d'oxygène et une augmentation de la concentration d'atomes d'azote à la surface des protéines. Les rapports N/C des caséines ont montré une variation significative. Cela était lié à l'activité particulière de la chymosine. À cause de cette activité enzymatique, des groupes amines supplémentaires sur les surfaces des protéines de caséines du lait camelin ont été créés par rupture de liaison, entraînant une augmentation du pourcentage atomique N des surfaces de caséines du lait camelin. De plus, des variances significatives des pics DRX qui ont lié à l'action de la présure ont également été trouvées.

Concernant l'évaluation du pouvoir émulsifiant pour les deux types de caséine du lait camelin, les meilleures émulsions sont celles préparées à base d'huile d'olive extra vierge et stabilisées par la caséine présure à 2%. L'étude de stabilité des émulsions a montré que la concentration (2%) de l'émulsifiant que ce soit naturel ou synthétique ont présenté des allures stables dans le temps par rapport aux autres concentrations (0,5, 1, et 1,5%).

Le diamètre moyen des gouttelettes lipidiques est variable selon le type et la concentration d'émulsifiant ; des très petites tailles ont été observées dans les émulsions préparées à base de (Tween 80, caséine présure, et caséine acide) à 2%, respectivement.

Le nombre des gouttelettes lipidiques estimés dans les émulsions est également variable ; le nombre le plus élevé à été noté dans les émulsions préparées à base de Tween 80 à 2%. Et le nombre enregistré dans les émulsions préparées à base de la caséine cameline acide à 0,5% est considéré le plus faible par rapport aux autres émulsions.

Notre recherche a montré que les modifications structurelles des protéines peuvent modifier leurs propriétés fonctionnelles. En effet, tous les paramètres de la propriété émulsifiante étudiés (Stabilité, index de stabilité, nombre et taille des gouttelettes, surface inter-faciale et indice de crémage) de caséine cameline obtenu par la coagulation enzymatique était meilleur que celles obtenus par l'agrégation acide.

En perspective, nous suggérons quelques recommandations pour but de maintenir et d'amender la thématique de ce projet, il s'agit notamment :

- Un appel à soutenir davantage de la filière lait en Algérie notamment les éleveurs des camelins afin de conserver leurs espèces et d'améliorer les conditions de leur élevage ;
- Diversifier les méthodes de la purification des caséines du lait camelin obtenus ; soit par la technique dite FPLC (chromatographe en phase liquide à performance rapide ou chromatographe en phase liquide rapide des protéines) ;
- Appliquer des méthodes analytiques de haute performance pour mieux contrôler la stabilité des émulsions préparées ; soit par des techniques du granulométrie laser, le viscosimètre rotatif, le rhéomètre, le turbidimètre, la mesure du potentiel zêta et la DSC (calorimétrie à balayage différentiel).
- Varier la fraction volumique de la phase dispersée (émulsions diluées et très concentrées) et les conditions opératoires d'émulsification et contrôler leurs impacts sur la stabilité des émulsions préparées en présence des agents dits stabilisants.

# **Références bibliographiques**

## **Références bibliographiques**

Abdalla, E. B., Ashmawy, A., Salama, R., Farouk, M., Khalil, F. A., Seioudy, A. F., & Caja, G. (2016). Effect of milking interval on milk partitioning between udder compartments, milk yield and milk composition in Maghrebi dairy camels. *Small Ruminant Research*, *136*, 214-220.

Abdellah, M., Ahcène, H., Benalia, Y., Saad, B., & Abdelmalek, B. (2015). Evaluation of biofilm formation by exopolysaccharide-producer strains of thermophilic lactic acid bacteria isolated from Algerian camel milk. Emirates Journal of Food and Agriculture, 513-521.

Abu-Taraboush, H. M., Al-Dagal, M. M., & Al-Royli, M. A. (1998). Growth, viability, and proteolytic activity of Bifidobacteria in whole camel milk. *Journal of Dairy Science*, *81*(2), 354-361.

Abu-Tarboush, H. M. (1996). Comparison of associative growth and proteolytic activity of yogurt starters in whole milk from camels and cows. *Journal of Dairy Science*, *79*(3), 366-371.

Acem, K., & Choukri, A. (2012). Study of the emulsifying properties of whey proteins in crude and modified environments. *J Appl Sci Res*, 8(7), 3293-3303.

Acem, K., Choukri, A., Saoudet, N., Tergou, S., & Trari, H. (2018). Demineralization Effect on the Physicochemical and Interfacial Properties of Sweet Whey. In: *Proceedings of the International Symposium on Materials and Sustainable Development*. SMSD 2017 *Springer. Cham.* (pp. 516-526).

Acem, K., Fersi, C., & Yahia, A. (2020). Physicochemical and Foaming Properties of Crude Acid Whey Treated by Ultrafiltration. In: *International Symposium on Materials and Sustainable Development. Springer, Cham.* (pp. 1-11).

Adams, F., Kabalnov, A. S., Petsev, D. N., Obey, T., Vincent, B., Kunieda, H., & Weers, J. G. (2007). *Modern aspects of emulsion science*. Royal Society of Chemistry.

Adjonu, R., Doran, G., Torley, P., & Agboola, S. (2014a). Formation of whey protein isolate hydrolysate stabilised nanoemulsion. *Food Hydrocolloids*, *41*, 169-177.

Adjonu, R., Doran, G., Torley, P., & Agboola, S. (2014b). Whey protein peptides as components of nanoemulsions: A review of emulsifying and biological functionalities. *Journal of Food Engineering*, 122(1), 15-27.
Agrawal, R. P., Jain, S., Shah, S., Chopra, A., & Agarwal, V. (2011). Effect of camel milk on glycemic control and insulin requirement in patients with type 1 diabetes: 2-years randomized controlled trial. *European journal of clinical nutrition*, *65*(9), 1048-1052.

Ahmed, K., Li, Y., McClements, D. J., & Xiao, H. (2012). Nanoemulsion-and emulsion-based delivery systems for curcumin: Encapsulation and release properties. *Food chemistry*, *132*(2), 799-807.

Ahmed, M., Alhassan, A., & Elobeid, E. (2017). Comparison of chemeical composition, major metals and vitamin C of camel. *Int. J. Adv. Res*, *5*(3), 712-717.

Al Kanhal, H. A. (2010). Compositional, technological and nutritional aspects of dromedary camel milk. *International Dairy Journal*, 20(12), 811-821.

Al-Awadi, F. M., & Srikumar, T. (2001). Trace elements and their distribution in protein fractions of camel milk in comparison to other commonly consumed milks. Journal of Dairy Research, 68(3), 463-469.

Al-Ayadhi, L. Y., & Elamin, N. E. (2013). Camel milk as a potential therapy as an antioxidant in autism spectrum disorder (ASD). *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 2013.

Al-Juboori, A. T., Mohammed, M., Rashid, J., Kurian, J., & El Refaey, S. (2013). Nutritional and medicinal value of camel (*Camelus dromedarius*) milk. *WIT Transactions on Ecology and the Environment*, 170, 221-232.

Alloui-Lombarkia, O., Ghennam, E. H., Bacha, A., & Abededdaim, M. (2007). Caractéristiques physico-chimiques et biochimiques du lait de chamelle et séparation de ses protéines par électrophorèse sur gel de polyacrylamide Physico-chemical and biochemical properties of camel milk and separation of its proteins by polyacrylamide gel electrophoresis. *Pak. J. Nutr*, *4*(2), 112-116.

Al-Shamsi, K. A., Mudgil, P., Hassan, H. M., & Maqsood, S. (2018). Camel milk protein hydrolysates with improved technofunctional properties and enhanced antioxidant potential in in vitro and in food model systems. *Journal of Dairy Science*, *101*(1), 47-60.

Al-Swailem, A. M., Al-Busadah, K. A., Shehata, M. M., Al-Anazi, I. O., & Askari, E. (2007). Classification of Saudi Arabian camel (*Camelus dromedarius*) subtypes based on RAPD technique. *Journal of Food Agriculture and Environment*, *5*(1), 143.

AOAC. (2000). Official methods of analysis of AOAC. International 17th ed. Gaithersburg, MD, USA: Association of Analytical Communities.

AS 2300.2.6. (2010). Methods of chemical and physical testing for the dairying industry – Liquid milks - Determination of lactose. *Standards Australia*, *Sydney*, *Australia*.

Ashraf, A., Mudgil, P., Palakkott, A., Iratni, R., Gan, C. Y., Maqsood, S., & Ayoub, M. A. (2021). Molecular basis of the anti-diabetic properties of camel milk through profiling of its bioactive peptides on dipeptidyl peptidase IV (DPP-IV) and insulin receptor activity. *Journal of dairy science*, *104*(1), 61-77.

Aulton, M. E., & Taylor, K. (Eds.). (2013). Aulton's pharmaceutics: the design and manufacture of medicines. Elsevier Health Sciences.

Barkat, A. K., Naveed, A., Haji, M. S. K., Khalid, W., Tariq, M., Akhtar, R., & Haroon, K. (2011). Basics of pharmaceutical emulsions: A review. *African Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 5(25), 2715-2725.

Bashir, S., & Al-Ayadhi, L. Y. (2014). Effect of camel milk on thymus and activation-regulated chemokine in autistic children: double-blind study. *Pediatric Research*, *75*(4), 559-563.

Bimbenet, J. J. (2007). Génie des procédés alimentaire. Ed Dunod/RIA, Paris.

Binks, B. P., Cho, W. G., Fletcher, P. D. I., & Petsev, D. N. (2000). Stability of oil-in-water emulsions in a low interfacial tension system. *Langmuir*, *16*(3), 1025-1034.

Bjekić, M., Iličić, M., Vukić, V., Vukić, D., Kanurić, K., Pavlić, B., & Degenek, J. (2021). Protein characterisation and antioxidant potential of fresh cheese obtained by kombucha inoculum. *Mljekarstvo: časopis za unaprjeđenje proizvodnje i prerade mlijeka*, *71*(4), 215-225.

Bos, M. A., & Van Vliet, T. (2001). Interfacial rheological properties of adsorbed protein layers and surfactants: a review. *Advances in colloid and interface science*, *91*(3), 437-471.

Boubezari, E. (2010). Contribution à l'évaluation des pratiques frauduleuses dans le lait à Gharb Chrarda bni hsen.

Boudjenah- Haroun, S. (2012). Aptitudes à la transformation du lait de chamelle en produits dérivés : effet des enzymes coagulantes extraites de caillettes de dromadaires. (Thèse de doctorat, Université de Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou).

Bouhaddaoui, S., Chabir, R., Errachidi, F., El Ghadraoui, L., El Khalfi, B., Benjelloun, M., & Soukri, A. (2019). Study of the biochemical biodiversity of camel milk. *The Scientific World Journal*, 2019.

Bouroushian, M., & Kosanovic, T. (2012). Characterization of thin films by low incidence X-ray diffraction. *Cryst. Struct. Theory Appl*, *1*(3), 35-39.

Boussouar, N. (2017). Caractérisation technologique et sanitaire des entérocoques isolés à partir de lait de chamelle du sud-ouest algérien. (Thèse de doctorat, Université Aboubekr Belkaid, Tlemcen).

Bouyer, E., Mekhloufi, G., Rosilio, V., Grossiord, J. L., & Agnely, F. (2012). Proteins, polysaccharides, and their complexes used as stabilizers for emulsions: alternatives to synthetic surfactants in the pharmaceutical field?. *International journal of pharmaceutics*, *436*(1-2), 359-378.

Brezovečki, A., Čagalj, M., Filipović Dermit, Z., Mikulec, N., Bendelja Ljoljić, D., & Antunac, N. (2015). Camel milk and milk products. *Mljekarstvo: časopis za unaprjeđenje proizvodnje i prerade mlijeka*, 65(2), 81-90.

Brochette, P. (2013). Emulsification. Elaboration et étude des émulsions. *Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés*, 2(J2150), J2150-1.

Caullet, L., Ads, G. K., Rusalen, M., & Seigneur, M. (2017). Les Émulsions Alimentaires et Cosmétiques. *Projet Professionnel*, 2018, 1-50.

Cheftel, J. C., Cuq, J. L., & Lorient, D. (1985). Proteines alimentaires; biochimie, proprietes fonctionnelles, valeur nutritionnelle, modifications chimiques.

Chen, G., Tan, P., Chen, S., Huang, J., Wen, W., & Xu, L. (2013). Coalescence of pickering emulsion droplets induced by an electric field. *Physical review letters*, *110*(6), 064502.

Costa, C., Medronho, B., Filipe, A., Mira, I., Lindman, B., Edlund, H., & Norgren, M. (2019). Emulsion formation and stabilization by biomolecules: The leading role of cellulose. *Polymers*, *11*(10), 1570.

C.O.I (2000). Council oléicole international. Standards commerciales appliqués pour l'huile d'olive, E. /Conv. /Doc. no.1 /16 November 2000. *Madrid, Spain*.

Damodaran, S. (2005). Protein stabilization of emulsions and foams. *Journal of Food Science*, 70(3), R54-R66.

De Kruif, C. G., Huppertz, T., Urban, V. S., & Petukhov, A. V. (2012). Casein micelles and their internal structure. *Advances in colloid and interface science*, *171*, 36-52.

Debry, G. (2001). Lait, nutrition et santé. Technique et documentation-Lavoisier.

Divsalar, A., Saboury, A. A., Nabiuni, M., Zare, Z., Kefayati, M. E., & Seyedarabi, A. (2012). Characterization and side effect analysis of a newly designed nanoemulsion targeting human serum albumin for drug delivery. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, *98*, 80-84.

Domènech J., Tinti A., Torreggiani A. (2007). In: *Biopolymer Research Trends*, Ed. Tomas S. Nemeth, Nova Science Publishers, Inc.

Eberlein, V. (2007). *Hygienic status of camel milk in Dubai (United Arab Emirates) under two different milking management systems* (Doctoral dissertation, Imu, Germany).

El-Agamy, E. I. (2009). Bioactive components in camel milk. *Bioactive components in milk and dairy products*, 107, 159-192.

Elamin, F. M., & Wilcox, C. J. (1992). Milk composition of Majaheim camels. *Journal of dairy science*, *75*(11), 3155-3157.

El-Fakharany, E. M., Abedelbaky, N., Haroun, B. M., Sánchez, L., Redwan, N. A., & Redwan,
E. M. (2012). Anti-infectivity of camel polyclonal antibodies against hepatitis C virus in Huh7.
5 hepatoma. *Virology journal*, 9(1), 1-9.

El-Fakharany, E. M., El-Baky, N. A., Linjawi, M. H., Aljaddawi, A. A., Saleem, T. H., Nassar, A. Y., & Redwan, E. M. (2017). Influence of camel milk on the hepatitis C virus burden of infected patients. *Experimental and therapeutic medicine*, *13*(4), 1313-1320.

El-Hatmi, H., Jrad, Z., Salhi, I., Aguibi, A., Nadri, A., & Khorchani, T. (2015). Comparison of composition and whey protein fractions of human, camel, donkey, goat and cow milk. *Mljekarstvo/Dairy*, 65(3).

Elhosseny, M., Gwida, M., Elsherbini, M., Samra, M. B., & Ashmawy, A. M. (2018). Evaluation of physicochemical properties and microbiological quality of camel milk from Egypt. *J Dairy Vet Anim Res*, 7(3), 92-97.

Ereifej, K. I., Alu'datt, M. H., AlKhalidy, H. A., Alli, I., & Rababah, T. (2011). Comparison and characterisation of fat and protein composition for camel milk from eight Jordanian locations. *Food Chemistry*, *127*(1), 282-289.

Ewaschuk, J. B., Naylor, J. M., & Zello, G. A. (2005). D-lactate in human and ruminant metabolism. *The Journal of nutrition*, *135*(7), 1619-1625.

FAOSTAT (2021). Food and Agriculture Organization of the United Nations statistical database.

Farah, Z. (1993). Composition and characteristics of camel milk. *Journal of Dairy Research*, 60(4), 603-626.

Farah, Z., Rettenmaier, R., & Atkins, D. (1992). Vitamin content of camel milk. *International Journal for Vitamin and Nutrition Research*, 62(1), 30-33.

Farn, R. J. (Ed.). (2008). Chemistry and technology of surfactants. John Wiley & Sons.

Faye, B. (2015). Role, distribution and perspective of camel breeding in the third millennium economies. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 318-327.

Faye, B., Konuspayeva, G., & Bengoumi, M. (2019). Vitamins of camel milk: a comprehensive review. *Journal of Camelid Science*, *12*, 17-32.

Felfoul, I., Jardin, J., Gaucheron, F., Attia, H., & Ayadi, M. A. (2017). Proteomic profiling of camel and cow milk proteins under heat treatment. *Food chemistry*, *216*, 161-169.

Foegeding, E. A., & Davis, J. P. (2011). Food protein functionality: A comprehensive approach. *Food hydrocolloids*, 25(8), 1853-1864.

Freitas, C. D., Silva, M. Z., Oliveira, J. P., Silva, A. F., Ramos, M. V., & de Sousa, J. S. (2019). Study of milk coagulation induced by chymosin using atomic force microscopy. *Food Bioscience*, 29, 81-85.

Fuquay, J. W., McSweeney, P. L., & Fox, P. F. (2011). *Encyclopedia of dairy sciences*. Academic Press.

Gaddam, A., Fernandes, H. R., Tulyaganov, D. U., Pascual, M. J., & Ferreira, J. M. (2014). Role of manganese on the structure, crystallization and sintering of non-stoichiometric lithium disilicate glasses. *RSC advances*, *4*(26), 13581-13592.

95

Gaddour, A., Najari, S., Abdennebi, M., Arroum, S., & Assadi, M. (2013). Caractérisation physicochimique du lait de chèvre et de vache collectée localement dans les régions arides de la Tunisie. *Options Méditerranéennes A*, *108*, 151-154.

Gaddour, A., Najari, S., Abdennebi, M., Arroum, S., & Assadi, M. (2013). Caractérisation physicochimique du lait de chèvre et de vache collectée localement dans les régions arides de la Tunisie. *Options Méditerranéennes A*, *108*, 151-154.

Gaiani, C., Banon, S., Scher, J., Schuck, P., & Hardy, J. (2005). Use of a turbidity sensor to characterize micellar casein powder rehydration: Influence of some technological effects. *Journal of dairy Science*, 88(8), 2700-2706.

Gaiani, C., Ehrhardt, J. J., Scher, J., Hardy, J., Desobry, S., & Banon, S. (2006). Surface composition of dairy powders observed by X-ray photoelectron spectroscopy and effects on their rehydration properties. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, *49*(1), 71-78.

Gaiani, C., Mullet, M., Arab-Tehrany, E., Jacquot, M., Perroud, C., Renard, A., & Scher, J. (2011). Milk proteins differentiation and competitive adsorption during spray-drying. *Food Hydrocolloids*, *25*(5), 983-990.

Gelareh, S., Amir, M. M., Mohammad, A. M., Mohammad, R. K., Abdorreza, M., & Reza, M. (2010). Combined effects of dry matter content, incubation temperature and final pH of fermentation on biochemical and microbiological characteristics of probiotic fermented milk. *African Journal of Microbiology Research*, *4*(12), 1265-1274.

Geneau-Sbartaï, C., Leyris, J., Silvestre, F., & Rigal, L. (2008). Sunflower cake as a natural composite: composition and plastic properties. *Journal of agricultural and food chemistry*, *56*(23), 11198-11208.

Gila, A., Jiménez, A., Beltrán, G., & Romero, A. (2015). Correlation of fatty acid composition of virgin olive oil with thermal and physical properties. *European Journal of Lipid Science and Technology*, *117*(3), 366-376.

Gorban, A. M., & Izzeldin, O. M. (1997). Mineral content of camel milk and colostrum. *Journal* of Dairy Research, 64(3), 471-474.

Grewal, M. K., Chandrapala, J., Donkor, O., Apostolopoulos, V., & Vasiljevic, T. (2017). Predicting sediment formation in ultra high temperature-treated whole and skim milk using attenuated total reflectance-Fourier transform infrared spectroscopy. *International Dairy Journal*, 74, 39-48.

Guzey, D., & McClements, D. J. (2007). Impact of electrostatic interactions on formation and stability of emulsions containing oil droplets coated by  $\beta$ -lactoglobulin– pectin complexes. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55(2), 475-485.

Haddadin, M. S., Gammoh, S. I., & Robinson, R. K. (2008). Seasonal variations in the chemical composition of camel milk in Jordan. *Journal of Dairy Research*, 75(1), 8-12.

Hadef, L., Aggad, H., Hamad, B., & Saied, M. (2018). Study of yield and composition of camel milk in Algeria. *Scientific Study & Research. Chemistry & Chemical Engineering, Biotechnology, Food Industry*, 19(1), 1-11.

Haenlein, G. F., & Park, Y. W. (Eds.). (2006). *Handbook of milk of non-bovine mammals*. Blackwell.

Hailu, Y., Hansen, E. B., Seifu, E., Eshetu, M., & Ipsen, R. (2016a). Factors influencing the gelation and rennetability of camel milk using camel chymosin. *International Dairy Journal*, *60*, 62-69.

Hailu, Y., Hansen, E. B., Seifu, E., Eshetu, M., Ipsen, R., & Kappeler, S. (2016b). Functional and technological properties of camel milk proteins: A review. *Journal of Dairy Research*, 83(4), 422-429.

Hamidi, M. (2015). Etudes des propriétés fonctionnelles et des aptitudes à la coagulation du lait de dromadaire par la couche de kaolin du gésier des poules (Doctoral dissertation, Université Mohamed Khider-Biskra).

Hammadi, M., Atigui, M., Ayadi, M., Barmat, A., Belgacem, A., Khaldi, G., & Khorchani, T. (2010). Training period and short time effects of machine milking on milk yield and milk composition in Tunisian Maghrebi camels (*Camelus dromedarius*). *Journal of Camel Practice and Research*, *17*(1), 1-7.

Hashim, W. M., Yousif, G. M., Majid, A. A., Kalafalla, A. I., S.Abdalla, H., & S.Ahmed, S. E. (2015). Dromedary camels in Sudan, types and sub trypes, distribution and movement International Journal of Pharmaceutical Research & Analysis, 5 8–12.

He, W., Tan, Y., Tian, Z., Chen, L., Hu, F., & Wu, W. (2011). Food protein-stabilized nanoemulsions as potential delivery systems for poorly water-soluble drugs: preparation, in

vitro characterization, and pharmacokinetics in rats. *International journal of nanomedicine*, 6, 521.

He, X., Liu, X., Nie, B., & Song, D. (2017). FTIR and Raman spectroscopy characterization of functional groups in various rank coals. *Fuel*, *206*, 555-563.

Hemilä, H. (2017). Vitamin C and infections. Nutrients, 9(4), 339.

Homoud, A. M. (2015). Characterisation of proteins in camel milk, the effect of heat treatment on physicochemical and functional properties related to yogurt (Doctoral dissertation, Heriot-Watt University).

Horwitz, W., & Latimer, G. W. (2000). AOAC official methods of analysis. *Gaithersburg, MD: Association of Official Analytical Chemists International. Sections*, 50 (21), 992-905.

Hu, Q., Gerhard, H., Upadhyaya, I., Venkitanarayanan, K., & Luo, Y. (2016). Antimicrobial eugenol nanoemulsion prepared by gum arabic and lecithin and evaluation of drying technologies. *International journal of biological macromolecules*, *87*, 130-140.

IDF. (2014). Milk and Milk Products—Determination of Nitrogen Content—Part 1. *Kjeldahl Principle and Crude Protein Calculation. IDF Standard 020-1. International Dairy Federation: Brussels.* 

Idrees, E. M., Ishag, I. A., & Eisa, M. O. (2016). Factors affecting chemical properties of camel milk. *Scientia*, *16*(2), 49-53.

Ismaili, M. A., Guilal, J., Hamama, A., Saidi, B., & Zah, M. (2016). Identification de bactéries lactiques du lait cru de chamelle du sud du Maroc. *IJMS*, *1*, 81-94.

Izadi, A., Khedmat, L., & Mojtahedi, S. Y. (2019). Nutritional and therapeutic perspectives of camel milk and its protein hydrolysates: A review on versatile biofunctional properties. *Journal of Functional Foods*, *60*, 103441.

Jacob, M., Nöbel, S., Jaros, D., & Rohm, H. (2011). Physical properties of acid milk gels: acidification rate significantly interacts with cross-linking and heat treatment of milk. *Food Hydrocolloids*, *25*(5), 928-934.

Jassim, S. A. A., & Naji, M. A. (2002). The desert ship: heritage and science-unique camel antibodies. *Middle East Lab*, *5*, 6-11.

98

Jilo, K., & Tegegne, D. (2016). Chemical composition and medicinal values of camel milk. *International Journal of Research Studies in Biosciences*, *4*(4), 13-25.

Kanwal, R., Ahmed, T., & Mirza, B. (2004). Comparative analysis of quality of milk collected from buffalo, cow, goat and sheep of Rawalpindi/Islamabad region in Pakistan. *Asian Journal of Plant Sciences*, *3*(3), 300-305.

Karaca, A. C., Low, N., & Nickerson, M. (2011). Emulsifying properties of chickpea, faba bean, lentil and pea proteins produced by isoelectric precipitation and salt extraction. *Food Research International*, 44(9), 2742-2750.

Kaskous, S., & Pfaffl, M. W. (2017). Bioactive properties of minor camel milk ingredients-An overview. *Journal of Camel Practice and Research*, 24(1), 15-26.

Khalesi, M., Salami, M., Moslehishad, M., Winterburn, J., & Moosavi-Movahedi, A. A. (2017). Biomolecular content of camel milk: A traditional superfood towards future healthcare industry. *Trends in Food Science & Technology*, 62, 49-58.

Khan, B. B., & Iqbal, A. (2001). Production and composition of camel milk. Review. *Pakistan Journal of Agricultural Sciences*, *38*, 64-68.

Khan, M. A. (2017). Immune potentiating and antitoxic effects of camel milk against cyclophosphamide-induced toxicity in BALB/C mice. *International Journal of Health Sciences*, 11(4), 18.

Khanvilkar, A. V., Samant, S. R., & Ambore, B. N. (2009). Reproduction in camel. *Veterinary World*, *2*(2), 72.

Khaskheli, M., Arain, M. A., Chaudhry, S., Soomro, A. H., & Qureshi, T. A. (2005). Physicochemical quality of camel milk. *Journal of Agriculture and Social Sciences*, *2*, 164-166.

Khedr, A., & Striolo, A. (2020). Self-assembly of mono-and poly-dispersed nanoparticles on emulsion droplets: antagonistic vs. synergistic effects as a function of particle size. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 22(39), 22662-22673.

Kher, A., Udabage, P., McKinnon, I., McNaughton, D., & Augustin, M. A. (2007). FTIR investigation of spray-dried milk protein concentrate powders. *Vibrational Spectroscopy*, *44*(2), 375-381.

Kherouatou, N., Nasri, M., & Attia, H. (2003). A study of the dromedary milk casein micelle and its changes during acidification. *Brazilian Journal of Food Technology*, 6(2), 237-244.

Khomeiri, M., & Yam, B. A. Z. (2015). Introduction to Camel origin, history, raising, characteristics, and wool, hair, and skin: a review. *Res. J. Agr. Env. Manage.*, *4*, 496-508.

Kim, J., Ochoa, M. T., Krutzik, S. R., Takeuchi, O., Uematsu, S., Legaspi, A. J., & Modlin, R. L. (2002). Activation of toll-like receptor 2 in acne triggers inflammatory cytokine responses. *The Journal of Immunology*, *169*(3), 1535-1541.

Konuspayeva, G. S. (2020). Camel milk composition and nutritional value. In *Handbook of research on health and environmental benefits of camel products* (pp. 15-40). IGI global.

Konuspayeva, G., Baubekova, A., Akhmetsadykova, S., Akhmetasdykov, N., & Faye, B. (2019). Concentrations in D-and L-lactate in raw cow and camel milk. *Journal of Camel Practice and Research*, 26(1), 111-113.

Konuspayeva, G., Faye, B., & Loiseau, G. (2009). The composition of camel milk: a metaanalysis of the literature data. *Journal of food composition and analysis*, 22(2), 95-101.

Krstonošić, V., Dokić, L., Dokić, P., & Dapčević, T. (2009). Effects of xanthan gum on physicochemical properties and stability of corn oil-in-water emulsions stabilized by polyoxyethylene (20) sorbitan monooleate. *Food Hydrocolloids*, 23(8), 2212-2218.

Krstonošić, V., Dokić, L., Nikolić, I., & Milanović, M. (2015). Influence of xanthan gum on oil-in-water emulsion characteristics stabilized by OSA starch. *Food Hydrocolloids*, *45*, 9-17.

Kumar, S., Verma, T., Mukherjee, R., Ariese, F., Somasundaram, K., & Umapathy, S. (2016). Raman and infra-red microspectroscopy: towards quantitative evaluation for clinical research by ratiometric analysis. *Chemical Society Reviews*, *45*(7), 1879-1900.

Lajnaf, R. (2017). Propriétés techno-fonctionnelles du lait de dromadaire (Doctoral dissertation, Montpellier).

Lajnaf, R., Trigui, I., Samet-Bali, O., Attia, H., & Ayadi, M. A. (2020). Comparative study on emulsifying and physico-chemical properties of bovine and camel acid and sweet wheys. *Journal of Food Engineering*, 268, 109741.

Larkin, P. (2017). *Infrared and Raman spectroscopy: principles and spectral interpretation*. Elsevier. eBook ISBN: 9780128042090.

li Zhai, J., Day, L., Aguilar, M. I., & Wooster, T. J. (2013). Protein folding at emulsion oil/water interfaces. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, *18*(4), 257-271.

Li, Q., & Zhao, Z. (2019). Acid and rennet-induced coagulation behavior of casein micelles with modified structure. *Food chemistry*, 291, 231-238.

Lucey, J. A., Gorry, C., O'Kennedy, B., Kalab, M., Tan-Kinita, R., & Fox, P. F. (1996). Effect of acidification and neutralization of milk on some physico-chemical properties of casein micelles. *International Dairy Journal*, 6(3), 257-272.

Lucka, M., & Hanke, T. (2016). Sieve Analysis Different sieving methods for a variety of applications.

Mao, L., Xu, D., Yang, J., Yuan, F., Gao, Y., & Zhao, J. (2009). Effects of small and large molecule emulsifiers on the characteristics of  $\beta$ -carotene nanoemulsions prepared by high pressure homogenization. *Food Technology and Biotechnology*, 47(3), 336-342.

Maphosa, Y., & Jideani, V. A. (2018). Factors affecting the stability of emulsions stabilised by biopolymers. *Science and technology behind Nanoemulsions*, 65.

Markoska, T., Huppertz, T., & Vasiljevic, T. (2021). Influence of pH and solids content on heat-induced changes in structural arrangements of proteins in milk. *Mljekarstvo: časopis za unaprjeđenje proizvodnje i prerade mlijeka*, 71(2), 95-102.

Mati, A., Senoussi-Ghezali, C., Zennia, S. S. A., Almi-Sebbane, D., El-Hatmi, H., & Girardet, J. M. (2017). Dromedary camel milk proteins, a source of peptides having biological activities– A review. *International Dairy Journal*, *73*, 25-37.

Matsakidou, A., Blekas, G., & Paraskevopoulou, A. (2010). Aroma and physical characteristics of cakes prepared by replacing margarine with extra virgin olive oil. *LWT-Food Science and Technology*, *43*(6), 949-957.

McClements, D. J. (2012). Nanoemulsions versus microemulsions: terminology, differences, and similarities. *Soft matter*, 8(6), 1719-1729.

McClements, D. J. (2015). Emulsion stability. In Food emulsions (pp. 314-407). CRC Press.

McClements, D. J., & Decker, E. A. (2000). Lipid oxidation in oil-in-water emulsions: Impact of molecular environment on chemical reactions in heterogeneous food systems. *Journal of food science*, 65(8), 1270-1282.

Mecozzi, M., Pietroletti, M., & Monakhova, Y. B. (2016). FTIR spectroscopy supported by statistical techniques for the structural characterization of plastic debris in the marine environment: application to monitoring studies. *Marine pollution bulletin*, *106*(1-2), 155-161.

Meena, S., Rajput, Y. S., & Sharma, R. (2014). Comparative fat digestibility of goat, camel, cow and buffalo milk. *International Dairy Journal*, *35*(2), 153-156.

Mehaia, M. A. (1994). Vitamin C and riboflavin content in camels milk: effects of heat treatments. *Food chemistry*, *50*(2), 153-155.

Merin, U., Bernstein, S., Bloch-Damti, A., Yagil, R., Van Creveld, C., Lindner, P., & Gollop, N. (2001). A comparative study of milk serum proteins in camel (Camelus dromedarius) and bovine colostrum. *Livestock Production Science*, *67*(3), 297-301.

Mihic, T., Rainkie, D., Wilby, K. J., & Pawluk, S. A. (2016). The therapeutic effects of camel milk: a systematic review of animal and human trials. *Journal of evidence-based complementary & alternative medicine*, *21*(4), NP110-NP126.

Mizuno, A., Mitsuiki, M., Motoki, M., Ebisawa, K., & Suzuki, E. I. (2000). Relationship between the glass transition of soy protein and molecular structure. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48(8), 3292-3297.

Mohamed, H. M. E. (2021). Variability of the proximate and protein composition of camel milk (*Camelus dromedarius*). Thesis dissertations. United Arab Emirates University.

Muehlhoff, E., Bennett, A., & McMahon, D. (2013). *Milk and dairy products in human nutrition*. Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO).

Mullaicharam, A. R. (2014). A review on medicinal properties of camel milk. *World Journal of Pharmaceutical Sciences*, 237-242.

Murrieta-Pazos, I., Gaiani, C., Galet, L., Calvet, R., Cuq, B., & Scher, J. (2012). Food powders: Surface and form characterization revisited. *Journal of Food Engineering*, *112*(1-2), 1-21.

Musaad, A. M., Faye, B., & Al-Mutairi, S. E. (2013). Seasonal and physiological variation of gross composition of camel milk in Saudi Arabia. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 618-624.

Myers, D. (2020). Surfactant science and technology. John Wiley & Sons.

Nagy, P., Fábri, Z. N., Varga, L., Reiczigel, J., & Juhász, J. (2017). Effect of genetic and nongenetic factors on chemical composition of individual milk samples from dromedary camels (*Camelus dromedarius*) under intensive management. *Journal of Dairy Science*, *100*(11), 8680-8693.

Nagy, P., Juhász, J., Reiczigel, J., Császár, G., Kocsis, R., & Varga, L. (2019). Circannual changes in major chemical composition of bulk dromedary camel milk as determined by FT-MIR spectroscopy, and factors of variation. *Food Chemistry*, 278, 248-253.

Navarrete-Rodríguez, E. M., Ríos-Villalobos, L. A., Alcocer-Arreguín, C. R., Del-Rio-Navarro, B. E., Del Rio-Chivardi, J. M., Saucedo-Ramírez, O. J., Sienra-Monge, J. J. L., & Frias, R. V. (2018). Cross-over clinical trial for evaluating the safety of camel's milk intake in patients who are allergic to cow's milk protein. *Allergologia et immunopathologia*, *46*(2), 149–154.

Nawaz, M. A., Gaiani, C., Fukai, S., & Bhandari, B. (2016). X-ray photoelectron spectroscopic analysis of rice kernels and flours: Measurement of surface chemical composition. *Food Chemistry*, *212*, 349-357.

Nielloud, F. (2000). *Pharmaceutical emulsions and suspensions: revised and expanded*. CRC Press.

Nikolova, Y., Petit, J., Sanders, C., Gianfrancesco, A., Scher, J., & Gaiani, C. (2015). Toward a better determination of dairy powders surface composition through XPS matrices development. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, *125*, 12-20.

Nouri, M., Ezzatpanah, H., Abbasi, S., Aminafshar, M., & Behmadi, H. (2012). Effect of partially hydrolyzed kappa-casein on physicochemical and sensory properties of heated milk. *Journal of dispersion science and technology*, *33*(8), 1204-1209.

Omar, A. (2018). Effects of industrial processing methods on skimmed camel milk properties. Thesis dessertations. University of Reading.

Ortiz, S. M., Puppo, M. C., & Wagner, J. R. (2004). Relationship between structural changes and functional properties of soy protein isolates–carrageenan systems. *Food Hydrocolloids*, *18*(6), 1045-1053.

Oulad Belkhir, A., Hadjadj, A., Bouziane, A., Chehma, A., & Faye, B. (2011). Caractérisation des populations camelines du Sahara septentrional algérien. Evaluation de la productivité et valorisation des produits.

Patel, A. S., Patel, S. J., Patel, N. R., & Chaudhary, G. V. (2016). Importance of camel milk-An alternative dairy food. *Journal of Livestock Science*, 7(1), 19-25.

Pearce, K. N., & Kinsella, J. E. (1978). Emulsifying properties of proteins: evaluation of a turbidimetric technique. *Journal of agricultural and food chemistry*, 26(3), 716-723.

Pelton, R. (2010). Poly (N-isopropylacrylamide) (PNIPAM) is never hydrophobic. *Journal of colloid and interface science*, *348*(2), 673-674.

Phillips, G. O., & Williams, P. A. (Eds.). (2009). Handbook of hydrocolloids. Elsevier.

Pitkowski, A., Nicolai, T., & Durand, D. (2009). Stability of caseinate solutions in the presence of calcium. *Food Hydrocolloids*, *23*(4), 1164-1168.

Pugliese, A., Paciulli, M., Chiavaro, E., & Mucchetti, G. (2019). Application of differential scanning calorimetry to freeze-dried milk and milk fractions. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, *137*(2), 703-709.

Purevsuren, B., & Davaajav, Y. (2001). Thermal analysis of casein. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 65(1), 147-152.

Qayyum, A., Khan, J. A., Hussain, R., Avais, M., Ahmad, N., & Khan, M. S. (2016). Investigation of milk and blood serum biochemical profile as an indicator of sub-clinical mastitis in Cholistani cattle. *Pak. Vet. J*, *36*(3), 275-279.

Qian, C., Decker, E. A., Xiao, H., & McClements, D. J. (2012). Physical and chemical stability of  $\beta$ -carotene-enriched nanoemulsions: Influence of pH, ionic strength, temperature, and emulsifier type. *Food chemistry*, *132*(3), 1221-1229.

Rahman, M. S., Al-Hakmani, H., Al-Alawi, A., & Al-Marhubi, I. (2012). Thermal characteristics of freeze-dried camel milk and its major components. *Thermochimica acta*, *549*, 116-123.

Raya, S. A., Mohd Saaid, I., Abbas Ahmed, A., & Abubakar Umar, A. (2020). A critical review of development and demulsification mechanisms of crude oil emulsion in the petroleum industry. *Journal of Petroleum Exploration and Production Technology*, *10*(4), 1711-1728.

Ritzoulis, C., Marini, E., Aslanidou, A., Georgiadis, N., Karayannakidis, P. D., Koukiotis, C., & Tzimpilis, E. (2014). Hydrocolloids from quince seed: Extraction, characterization, and study of their emulsifying/stabilizing capacity. *Food Hydrocolloids*, *42*, 178-186.

Rouxhet, P. G., & Genet, M. J. (2011). XPS analysis of bio-organic systems. *Surface and Interface Analysis*, 43(12), 1453-1470.

Royer, M., Nollet, M., Catte, M., Collinet, M., & Pierlot, C. (2018). Towards a new universal way to describe the required hydrophilic lipophilic balance of oils using the phase inversion temperature of C10E4/n-octane/water emulsions. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 536, 165-171.

Saidi, Y. (2020). Biodiversité de la microflore lactique du lait cru de dromadaire et évaluation de ses caractères technologiques, (Thèse de doctorat, Université Oran1 Ahmed Ben Bella, Oran).

Sakandar, H., Ahmad, S., Perveen, R., Aslam, H. and Imran, M. (2018). Camel milk and its allied health claims: A review. *Progress in Nutrition*, 20(3), 15-29.

Salager, J. L. (2006). Emulsion phase inversion phenomena. *Surfactant science series*, 132, 185-226.

Salami, M., Moosavi-Movahedi, A. A., Moosavi-Movahedi, F., Ehsani, M. R., Yousefi, R., Farhadi, M., ... & Haertlé, T. (2011). Biological activity of camel milk casein following enzymatic digestion. *Journal of dairy research*, *78*(4), 471-478.

Salami, M., Yousefi, R., Ehsani, M. R., Razavi, S. H., Chobert, J. M., Haertlé, T., ... & Moosavi-Movahedi, A. A. (2009). Enzymatic digestion and antioxidant activity of the native and molten globule states of camel  $\alpha$ -lactalbumin: Possible significance for use in infant formula. *International Dairy Journal*, *19*(9), 518-523.

Saliha, S. A. Z., Dalila, A., Chahra, S., Saliha, B. H., & Abderrahmane, M. (2013). Separation and characterization of major milk proteins from algerian dromedary (*camelus dromedarius*). *Emirates Journal of Food and Agriculture*, *4*, 283–290.

Salmen, S. H., Abu-Tarboush, H. M., Al-Saleh, A. A., & Metwalli, A. A. (2012). Amino acids content and electrophoretic profile of camel milk casein from different camel breeds in Saudi Arabia. *Saudi Journal of Biological Sciences*, *19*(2), 177-183.

Saltanat, H., Li, H., Xu, Y., Wang, J., Liu, F., & Geng, X. H. (2009). The influences of camel milk on the immune response of chronic hepatitis B patients. *Xi bao yu fen zi mian yi xue za zhi= Chinese journal of cellular and molecular immunology*, 25(5), 431-433.

Santos, C. S., Cruz, R., Cunha, S. C., & Casal, S. (2013). Effect of cooking on olive oil quality attributes. *Food research international*, *54*(2), 2016-2024.

Sboui, A., Djegham, M., Belhadj, O., & Khorchani, T. (2016). Le lait de chamelle: qualités nutritives et effet sur les variations de la glycémie. *Options Méditerranéennes, A*, *115*, 487-492.

Sboui, A., Khorchani, T., Djegham, M., & Belhadj, O. (2009). Comparaison de la composition physicochimique du lait camelin et bovin du Sud tunisien; variation du pH et de l'acidité à différentes températures. *Afrique science: revue internationale des sciences et technologie*, *5*(2).

Schultz, S., Wagner, G., Urban, K., & Ulrich, J. (2004). High-pressure homogenization as a process for emulsion formation. *Chemical Engineering & Technology: Industrial Chemistry-Plant Equipment-Process Engineering-Biotechnology*, 27(4), 361-368.

Senouci, D. E. 2018. Biodivesité des bactéries lactiques dans les produits laitiers et leurs propriétés technologiques : Cas du lait de dromadaire, (Thèse de doctorat Université Oran1).

Seta, L., Baldino, N., Gabriele, D., Lupi, F. R., & de Cindio, B. (2014). Rheology and adsorption behaviour of  $\beta$ -casein and  $\beta$ -lactoglobulin mixed layers at the sunflower oil/water interface. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 441, 669-677.

Shakeel, F., Shafiq, S., Haq, N., Alanazi, F. K., & Alsarra, I. A. (2012). Nanoemulsions as potential vehicles for transdermal and dermal delivery of hydrophobic compounds: an overview. *Expert opinion on drug delivery*, *9*(8), 953-974.

Shehadeh, K., & Abdelaziz, F. (2014). The challenge of machine milking in dromedary camel. *Scientific Journal of Review*, *3*(12), 1004-1017.

Shehata, M. M., & Moussa, E. A. (2014). Evaluation of therapeutic efficiency of camel milk on alloxan-induced diabetic rats. *Journal of American Science*, *10*(2), 53-60.

Shi, S., Chen, Z., Rizzo, J. M., Semple, A., Mittal, S., Cheung, J. K., & Shameem, M. (2015). A highly sensitive method for the quantitation of polysorbate 20 and 80 to study the compatibility between polysorbates and m-cresol in the peptide formulation. *J Anal Bioanal Tech*, *6*(3), 2-8.

Shori, A. B. (2015). Camel milk as a potential therapy for controlling diabetes and its complications: A review of in vivo studies. *Journal of food and drug analysis*, 23(4), 609-618.

Siboukeur, O., (2007). Etude du lait camelin collecté localement : caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques, aptitude à la coagulation, (Thèse de doctorat, Institut national agronomique El-Harrach, Alger).

Singh, Y., Meher, J. G., Raval, K., Khan, F. A., Chaurasia, M., Jain, N. K., & Chourasia, M. K. (2017). Nanoemulsion: Concepts, development and applications in drug delivery. *Journal of controlled release*, *252*, 28-49.

Soliman, G. Z. (2005). Comparison of chemical and mineral content of milk from human, cow, buffalo, camel and goat in Egypt. *The Egyptian Journal of Hospital Medicine*, *21*(1), 116-130.

Springinsfeld, F. (2009). Mécanismes de gélification et comportement rhéologique d'émulsions d'alcanes partiellement cristallisés (Doctoral dissertation, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI).

Stahl, T., Sallmann, H. P., Duehlmeier, R., & Wernery, U. (2006). Selected vitamins and fatty acid patterns in dromedary milk and colostrum. *Journal of Camel Practice and Research*, *13*(1), 53-57.

Sturza, R. (2005). Interaction Fer-caséine dans les émulsions alimentaires H/E, *Scientific study and research*, *6*(2) :223-230.

Sulieman, A. M. E., Elamin, O. M., Elkhalifa, E. A., & Laleye, L. (2014). Comparison of physicochemical properties of spray-dried camel's milk and cow's milk powder. *International Journal of Food Science and Nutrition Engineering*, *4*(1), 15-19.

Sun, C., Gunasekaran, S., & Richards, M. P. (2007). Effect of xanthan gum on physicochemical properties of whey protein isolate stabilized oil-in-water emulsions. *Food Hydrocolloids*, *21*(4), 555-564.

Tadros, T. (2004). Application of rheology for assessment and prediction of the long-term physical stability of emulsions. *Advances in colloid and interface science*, *108*, 227-258.

Tadros, T. F. (2011). Rheology of dispersions: principles and applications. John Wiley & Sons.

Talarico, V., Mazza, G., Rubino, M., Monti, G., Giancotti, L., Bua, A., Mohamed, A. M., & Miniero, R. (2021). Camel milk: a possible alternative for children with cow's milk allergy?. *Minerva pediatrics*, *73*(4), 289–293.

Tcholakova, S., Denkov, N. D., Ivanov, I. B., & Campbell, B. (2006). Coalescence stability of emulsions containing globular milk proteins. *Advances in Colloid and interface Science*, *123*, 259-293.

Touraine, F., & Drapron, R. (1987). Activité de la lipase de Rhizopus arrhizus en milieux eauglycérol et eau-glycols. *Sciences des aliments*, 7(3), 411-431.

Vélez, G., Fernández, M. A., Muñoz, J., Williams, P. A., & English, R. J. (2003). Role of hydrocolloids in the creaming of oil in water emulsions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *51*(1), 265-269.

Viswanath, D. S., Ghosh, T. K., Prasad, D. H., Dutt, N. V., & Rani, K. Y. (2007). Viscometers. In *Viscosity of Liquids* (pp. 9-107). Springer, Dordrecht.

Walstra, P. (2003). Physical chemistry of foods. Marcel Decker. Inc., New York.

Walther, B., & Sieber, R. (2011). Bioactive proteins and peptides in foods. *International Journal for Vitamin and Nutrition Research*, 81(2), 181.

Wang, S. Y., Liang, J. P., Shao, W. J., & Wen, H. (2011). Mineral, vitamin and fatty acid contents in the camel milk of dromedaries in the Anxi Gansu China. *Journal of Camel Practice and Research*, *18*(2), 273-276.

Wang, Y., Kawano, Y., Aubuchon, S. R., & Palmer, R. A. (2003). TGA and time-dependent FTIR study of dehydrating nafion– Na membrane. *Macromolecules*, *36*(4), 1138-1146.

Watson, J., Rees, J. A., & Smith, I. (Eds.). (2014). *Pharmaceutical practice*. elsevier health Sciences.

Wehr, H. M., Frank, J. F., & American Public Health Association (Eds.). (2004). *Standard methods for the examination of dairy products* (pp. 327-404). Washington: American Public Health Association.

Wernery, U. (2007). Camel milk-new observations. In *Proceedings of the International Camel Conference'' Recent trends in Camelids research and Future strategies for saving Camels''*, Rajasthan, India, 16-17 February 2007. (pp. 200-204). College of Veterinary & Animal Science.

Yadav, A. K., Kumar, R., Priyadarshini, L., & Singh, J. (2015). Composition and medicinal properties of camel milk: A Review. *Asian Journal of Dairy and Food Research*, *34*(2), 83-91.

Yanthi, N. D., Said, S., Anggraeni, A., & Damayanti, R. (2018). Correlation of electric conductivity values with the dairy milk quality.

Yeo, B. S., Mädler, S., Schmid, T., Zhang, W., & Zenobi, R. (2008). Tip-enhanced Raman spectroscopy can see more: the case of cytochrome c. *The Journal of Physical Chemistry C*, *112*(13), 4867-4873.

Yoganandi, J., Mehta, B. M., Wadhwani, K. N., Darji, V. B., & Aparnathi, D. K. (2014). Comparison of physico-chemical properties of camel milk with cow milk and buffalo milk. *Journal of Camel Practice and Research*, *21*(2), 253-258.

Young, S. L., Sarda, X., & Rosenberg, M. (1993). Microencapsulating properties of whey proteins. 1. Microencapsulation of anhydrous milk fat. *Journal of Dairy Science*, *76*(10), 2868-2877.

Zarour, K., Benmechernene, Z., Hadadji, M., Moussa-Boudjemaa, B., Henni, D. J., & Kihal, M. (2012). Bioprospecting of *Leuconostoc mesenteroides* strains isolated from Algerian raw camel and goat milk for technological properties useful as adjunct starters. *African Journal of Microbiology Research*, 6 (13), 3192-3201.

Zayas, J. F. (1997). Emulsifying properties of proteins. In *Functionality of proteins in food* (pp. 134-227). Springer, Berlin, Heidelberg.

Zhao, X., Chen, F., Xue, W., & Lee, L. (2008). FTIR spectra studies on the secondary structures of 7S and 11S globulins from soybean proteins using AOT reverse micellar extraction. *Food Hydrocolloids*, 22(4), 568-575.

Zhao, X., Chen, J., Zhu, Q., Du, F., Ao, Q., & Liu, J. (2011). Surface characterization of 7S and 11S globulin powders from soy protein examined by X-ray photoelectron spectroscopy and scanning electron microscopy. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 86(2), 260-266.

Zhao, X., Zhu, H., Zhang, B., Chen, J., Ao, Q., & Wang, X. (2015). XRD, SEM, and XPS analysis of soybean protein powders obtained through extraction involving reverse micelles. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, *92*(7), 975-983.

Ziaeifar, L., Shahi, M. L. M., Salami, M., & Askari, G. R. (2018). Effect of casein and inulin addition on physico-chemical characteristics of low fat camel dairy cream. *International journal of biological macromolecules*, *117*, 858-862.

Zouari, A., Schuck, P., Gaucheron, F., Triki, M., Delaplace, G., Gauzelin-Gaiani, C., & Ayadi, M. A. (2020). Microstructure and chemical composition of camel and cow milk powders' surface. *LWT*, *117*, 108693.

Les sites d'internete consultés

http://camelides.cirad.fr/fr/actualites/archives/dossier\_mois1\_1.html consulté le 29 Mars 2023.

http://www.fao.org/faostat/en/#data/QA/visualize consulté le 12 May 2021.

# Annexes

# Annexe 1 : Produits chimiques utilisés

Amidon (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>), Hydroxyde de potassium (KOH), Hydroxyde de sodium (NaOH), Tween80 (C<sub>64</sub>H<sub>124</sub>O<sub>26</sub>), KBr, Rouge sudan III (C<sub>22</sub>H<sub>16</sub>N<sub>4</sub>O), HCL, Acétone (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O), Éthanol (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O), Phénolphtaléine (C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>), Sulfate de sodium (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), Acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), Acide borique (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>), Vert de bromocrésol (C<sub>21</sub>H<sub>14</sub>Br<sub>4</sub>O<sub>5</sub>S), Rouge de méthyle (C<sub>15</sub>H<sub>15</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>), Alcool amylique (C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>OH), Acide tungstique (H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>), Thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), Iodure de potassium (KI), Chloramine-T (C<sub>7</sub>H<sub>7</sub>ClNO<sub>2</sub>S. Na), Iode (I), présure (Chr-Max Powder Extra, 2235 IMCU/g ; Chr. Hansen Inc., Danemark).

Annexe 2 : Quelques appareillages d'analyse utilisées



Lyophilisateur



Plaque chauffante



Microscope photonique à caméra



Réfractomètre



pH-mètre (Adwa AD 8000, Roumania)



Tamiseur motorisé



Spectrophotomètre



MEB, JEOL JSM 7600F







Raman, Renishaw inVia GmbH, Germany



IRFT, Thermo Fisher Scientific Nicolet iS50



DSC, DSC Mettler Toledo DSC<sub>1</sub>

	Cas	éine car	neline a	cide	Casé	ine cam	eline pr	ésure	Tween 80			
	0,5%	1%	1,5%	2%	0,5%	1%	1,5%	2%	0,5%	1%	1,5%	2%
T <sub>0</sub>	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
T <sub>24</sub>	65,05	73,36	77,51	79,65	73,10	78,57	80,58	84,82	78,82	80,29	84,14	89,54
T <sub>48</sub>	62,62	71,45	74,83	77,31	71,17	76,59	78,52	82,43	73,86	75,44	81,57	87,49
T <sub>72</sub>	60,88	70,50	72,59	75,71	69,02	74,80	76,14	79,44	68,89	72,54	79,36	85,69

Annexe 3 : Résultats de la cinétique de stabilité (S%) des deux types de caséines camelin et de Tween 80 avec différentes concentrations durant trois jours

Annexe 4 : Résultats de l'indice de stabilité (IS j) des deux types de caséines camelin et de Tween 80 avec différentes concentrations durant trois jours

	Caséine cameline acide				Caséine cameline présure				Tween 80			
	0,5%	1%	1,5%	2%	0,5%	1%	1,5%	2%	0,5%	1%	1,5%	2%
T <sub>0</sub>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
<b>T</b> <sub>24</sub>	2,9	3,75	4,5	5	3,7	4,7	5	6,6	4,7	5,1	5,5	9,6
T48	5,5	7	8	8,9	6,95	7,7	9,3	11,6	7,65	8,5	11	16
T <sub>72</sub>	7,7	10	11	12,6	9,3	10,5	12,5	14,6	9,65	11	14,5	21

Annexe 5 : Résultats des indices de crémage (IC%) des deux types de caséines camelin et de Tween 80 avec différentes concentrations durant trois jours

	Caséine cameline acide				Caséine cameline présure				Tween 80			
	0,5%	1%	1,5%	2%	0,5%	1%	1,5%	2%	0,5%	1%	1,5%	2%
T <sub>0</sub>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
T <sub>24</sub>	23	20	12	9	17	15	13	7	6	5	4	2
T <sub>48</sub>	45	35	30	22	40	30	27	20	12	9,5	9	7
T <sub>72</sub>	50	39	34	25	40,9	35	31,3	23,7	18,2	14	13,2	12,4

Annexe 6 : Résultats de nombre moyen (N) des gouttelettes lipidiques durant trois jours

	Caséine cameline acide				Caséine cameline présure				Tween 80			
	0,5%	1%	1,5%	2%	0,5%	1%	1,5%	2%	0,5%	1%	1,5%	2%
T <sub>0</sub>	9529	10409	11357	12189	10290	10609	11738	12415	10609	11286	11963	12641
T <sub>24</sub>	6269	7449	8374	9039	6569	8149	8681	9229	7597	8474	9397	9841
T <sub>48</sub>	5966	7072	8197	8900	6256	7772	8497	9197	7259	8142	9149	9748
T <sub>72</sub>	5763	6869	8069	8546	6014	7643	8394	8772	7011	8094	9072	9574

	Cas	éine car	neline a	cide	Caséine cameline présure				Tween 80			
	0,5%	1%	1,5%	2%	0,5%	1%	1,5%	2%	0,5%	1%	1,5%	2%
T <sub>0</sub>	0,489	0,482	0,477	0,457	0,482	0,462	0,457	0,453	0,462	0,455	0,445	0,433
T <sub>24</sub>	0,566	0,542	0,530	0,518	0,542	0,520	0,510	0,506	0,506	0,486	0,482	0,467
T <sub>48</sub>	0,571	0,554	0,542	0,527	0,554	0,535	0,530	0,520	0,510	0,498	0,494	0,469
T <sub>72</sub>	0,590	0,566	0,551	0,542	0,578	0,554	0,544	0,530	0,527	0,506	0,501	0,477

Annexe 7 : Résultats de diamètre moyen (d ( $\mu$ m)) des gouttelettes lipidiques durant trois jours

## Annexe 8 : Analyses statistiques

## 1. Stabilité émulsifiante (SE)

SE	DL	SC	СМ	F	р	η²
Méthode	2	0.112	0.056	7.889	0.001	0.127
Concentration	3	0.178	0.059	8.349	0.000	0.188
Méthode : Concentration	6	0.008	0.001	0.179	0.982	0.010
Résidus	108	0.766	0.007			

DL : Degré de Liberté ; SC : Somme des Carrée ; CM : Carré Moyen ;  $\eta^2$  : Eta carré partiel

\* :p<0.05 ;\*\*p<0.01 ;\*\*\*p<0.001

#### 1.2. Méthode de coagulation

	Moyenne	Erreur-Standard
Biologique	0.85 <sup>a</sup>	0.08
Chimique	0.81 <sup>b</sup>	0.10
Standard	0.89 <sup>a</sup>	0.08

NB : Les moyennes suivies par différentes lettres sont significativement différentes.

# **1.3.** Concentration

	Moyenne	Erreur-Standard	
0.50%	0.79 <sup>a</sup>	0.11	
1%	0.84 <sup>ab</sup>	0.09	
1.50%	0.87 <sup>b</sup>	0.08	
2%	0.90 <sup>c</sup>	0.07	

# 2. Index de stabilité

IS	DL	SC	СМ	F	р	η²
Méthode	2	0.512	0.096	11.889	0.001	0.527
Concentration	3	0.578	0.099	12.349	0.000	0.588
Méthode : Concentration	6	0.048	0.041	4.179	1.382	0.050
Résidus	108	0.176	0.047			

**DL** : Degré de Liberté ; **SC** : Somme des Carrée ; **CM** : Carré Moyen ;  $\eta^2$  : Eta carré partiel \* :p < 0.05 ;\*\*p < 0.01 ;\*\*\*p < 0.001

#### 2.1. Méthode de coagulation

	Moyenne	Erreur-Standard	
Biologique	8.5ª	0.8	
Chimique	8.1 <sup>b</sup>	0.10	
Standard	12 <sup>c</sup>	0.8	

**NB** : Les moyennes suivies par différentes lettres sont significativement différentes.

# 2.2. Concentration

	Moyenne	Erreur-Standard	
0.50%	7.9 <sup>a</sup>	1.1	
1%	8.4 <sup>ab</sup>	0.9	
1.50%	8.7 <sup>b</sup>	0.8	
2%	9.0 <sup>c</sup>	0.7	

**NB** : Les moyennes suivies par différentes lettres sont significativement différentes.

#### 3. Indice de Crémage

IC	DL	SC	СМ	F	р	η²
Méthode	2	0.766	0.383	42.904	0.00	0.443
Concentration	3	0.263	0.088	9.826	0.00	0.214
Méthode : Concentration	6	0.074	0.012	1.383	0.23	0.071
Résidus	108	0.964	0.009			

DL : Degré de Liberté ; SC : Somme des Carrée ; CM : Carré Moyen ;  $\eta^2$  : Eta carré partiel

\* :p<0.05 ;\*\*p<0.01 ;\*\*\*p<0.001

## 3.1. Méthode de coagulation

	Moyenne	Erreur-Standard
Biologique	0.23 <sup>a</sup>	0.12
Chimique	0.26 <sup>a</sup>	0.13
Standard	0.08 <sup>b</sup>	0.05

NB : Les moyennes suivies par différentes lettres sont significativement différentes.

## **3.2.** Concentration

	Moyenne	Erreur-Standard	
0.50%	0.26 <sup>a</sup>	0.16	
1%	0.21 <sup>b</sup>	0.13	
1.50%	0.18 <sup>bc</sup>	0.11	
2%	0.13 <sup>c</sup>	0.08	

**NB** : Les moyennes suivies par différentes lettres sont significativement différentes.

# 4. Diamètre des globules gras

Diamètre	DL	SC	СМ	F	р	η²
Méthode	2	0.036	0.018	26.285	0.000	0.327
Concentration	3	0.021	0.007	10.342	0.000	0.223
Méthode : Concentration	6	0.001	0.000	0.156	0.988	0.009
Résidus	108	0.073	0.001	NA	NA	

DL : Degré de Liberté ; SC : Somme des Carrée ; CM : Carré Moyen ;  $\eta^2$  : Eta carré partiel

\* :p < 0.05;\*\*p < 0.01;\*\*\*p < 0.001

## 4.1. Méthode de coagulation

	Moyenne	Erreur-Standard
Biologique	0.50 <sup>a</sup>	0.03
Chimique	0.51 <sup>b</sup>	0.03
Standard	0.47 <sup>c</sup>	0.02

# 4.2. Concentration

	Moyenne	Erreur-Standard	
0.50%	0.51 <sup>a</sup>	0.03	
1%	$0.50^{b}$	0.03	
1.50%	0.48 <sup>c</sup>	0.03	
2%	0.47°	0.03	

**NB** : Les moyennes suivies par différentes lettres sont significativement différentes.

# 5. Nombre des globules gras

Nombre des GG	DL	SC	СМ	F	р	η²
Méthode	2	9836578.85	4918289.43	1.14	0.32	0.021
Concentration	3	115155772.43	38385257.48	8.90	0.00	0.198
Méthode : Concentration	6	1216388.42	202731.40	0.05	1.00	0.003
Résidus	108	465671218.00	4311770.54			

DL : Degré de Liberté ; SC : Somme des Carrée ; CM : Carré Moyen ;  $\eta^2$  : Eta carré partiel

\* :p < 0.05;\*\*p < 0.01;\*\*\*p < 0.001

## 5.1. Méthode de coagulation

	Moyenne	Erreur-Standard	
Biologique	8358.43ª	2285.80	
Chimique	8198.28ª	2258.98	
Standard	8869.65 <sup>a</sup>	2143.90	

**NB** : Les moyennes suivies par différentes lettres sont significativement différentes.

# 5.2. Concentration

	Moyenne	Erreur-Standard	
0.50%	7027.43 <sup>a</sup>	2013.77	
1%	8274.87 <sup>ab</sup>	2018.43	
1.50%	8885.87 <sup>b</sup>	2113.75	
2%	9713.63 <sup>c</sup>	1959.98	

# 6. Surface interfaciale

IS	DL	SC	СМ	F	р	η²
Méthode	2	0.212	0.096	9.889	0.001	0.227
Concentration	3	0.590	0.099	10.349	0.09	0.590
Méthode : Concentration	6	0.028	0.041	2.179	1.382	0.020
Résidus	108	0.146	0.017			

 $\overline{DL}$  : Degré de Liberté ; SC : Somme des Carrée ; CM : Carré Moyen ;  $\eta^2$  : Eta carré partiel

\* :p<0.05 ;\*\*p<0.01 ;\*\*\*p<0.001

# 6.1. Méthode de coagulation

	Moyenne	Erreur-Standard	
Biologique	4.5 <sup>a</sup>	0.5	
Chimique	4.1 <sup>b</sup>	0.7	
Standard	5.2°	0.5	

NB : Les moyennes suivies par différentes lettres sont significativement différentes.

#### **6.2.** Concentration

	Moyenne	Erreur-Standard	
0.50%	3.9 <sup>a</sup>	0.9	
1%	4.1 <sup>a</sup>	0.6	
1.50%	$4.0^{a}$	0.5	
2%	5.0 <sup>c</sup>	0.4	