

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique 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 Sciences de la Nature et de la Vie



Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de Master académique

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : Sciences biologiques

Spécialité : Biologie moléculaire et cellulaire

Présenté par :

M. HAROUNE Hicham.

M. MOSTEFA Nouredine.

M. OULD MOHAMMED Brahim.

Thème

Etude des propriétés émulsifiantes de la caséine du lait

Soutenu publiquement le : Mardi 26/06/2018.

Jury:

Président M. ABBES Mohamed Abdelhaq

Encadreur M. ACEM Kamel

Examineur M. BENBEGUARA Mourad

Maître de conférence B

Maître de conférence A

Maître Assistant A

Année universitaire 2017– 2018

Remerciements

Avant tout, nous remercions le Dieu tout puissant de nous avoir accordé la force, le courage et les moyens à fins de pouvoir accomplir ce modeste travail.

Et nos grande salut sur le premier éducateur, notre prophète MOHAMED que le salut soit sur lui, avec tout le respect et beaucoup d'estime.

Nous adressons nos plus sincères remerciements à notre promoteur Mr ACEM K qui a bien voulu accepter d'encadrer notre travail, pour ses précieux conseils et ses fort enrichissantes, qu'il nous sans cesse prodigué afin de mener à terme ce travail.

Nos sincères remerciements vont également à tous les membres de jury qu'ils ont acceptés de juger notre travail.

Tous nos enseignants trouvent ici l'expression de notre profond respect.

Un grand merci à tous les techniciens des laboratoires de technologie alimentaire, biochimie et amélioration des plantes de la faculté des sciences de la nature et de la vie de Tiaret qui grâce à leur disponibilité et à leur bonne humeur, nos ont soutenu en rendant agréables les moments de travail.

Nous tiens à remercier aussi très chaleureusement tout le personnel de la bibliothèque.

En fin, nous remercions tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail de près ou de loin.

Merci du profond de cœur.

Dédicaces

Je dédier ce travail à tous ceux qui ont sacrifié leur noble existence pour bâtir la mienne, qui par leurs précieux conseils et soutien ont me sut guider vers la réussite:

A mes très chers parents (Ahmed, Kheira), nous demandons à Dieu de les protéger et les réserver une longue vie ;

A mes chers frères Mohamed, Mostafa et Hebib ;

A ma sœur Mona et à toute ma famille ; surtout Rayane, Aridj et Wissam ;

A mes chères amies: Mohamed, Abed, Houari, Marouane, Nasser, Aboubaker, Khalifa, Naçeur, Ben Chohra, El hadj, Nadir, sofiane, Aboubaker Essadik, Fathi, Abdelkader, Abdelghani, Mohamed Amine, Kamel et à toutes mes amis et tout qui sont connu moi ;

A l'ensemble des professeurs qui m'ont suivi durant toutes ses années d'étude ;

A tout la promotion de biologie moléculaire,

A tous ceux qui ont participé pour terminer ce travail.

➤ **Brahim**

Dédicaces

Grace Allah

Je dédie ce modeste travail à mon très chère au monde mes parents qui m'a toujours soutenu, et a été toujours présentent pour mon et toujours m'encouragé durant mes études,

A mes chers frères et mes sœurs,

A toutes la famille Mostefa, Bette et Djilali,

A mes chères amies: Mohamed, Houari, Ahmed, Maarouf, Djilali, Fathi, Brahim, Aziz, Sofiane, Amine, Saddam, Khaled et Ramdhane ;

A tout la promotion de biologie moléculaire,

A tous ceux qui m'ont aidé lors de la réalisation de ce travail, merci à tous.

Noureddine

Dédicaces

A l'homme de ma vie, mon exemple éternel mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celui qui s'est me voir réussir, que dieu te protège, à toi mon père Mohamed.

A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur ; Fatiha que j'adore.

Aux personnes dont j'ai bien aimé la présence dans ce jour, à tous mes frères et mes sœurs, Rachid, Naima, Amina, Ouiam. Je dédie ce travail dont le grand plaisir leurs revient en premier lieu pour conseils, aides et encouragements.

La meilleure décision de ma carrière universitaire est d'être parmi les fondateurs de club scientifique IBN KHALDOUN, à ma deuxième famille, aux tous les membres du club.

Aux personnes qui m'ont toujours aidé et encouragé, qui étaient toujours à mes côtés, et qui m'ont accompagnant durant mon chemin d'études supérieurs, mes aimables amis, collègues d'étude, mes frères de cœur, B Amoula, Laichi, Kamel, Guad, Slimane, Betka, Mohamed, Kadi, Aissam, Torki, Oussama.

➤ **Hicham**

Liste des abréviations

% : Pourcentage.

°C : Degré Celsius.

µm : Micro mètre.

C : Caséine.

cm² : centimètre carré.

cm³ : centimètre cube.

Ca₉(PO₄)₆ : Phosphate de calcium colloïdal.

CN-κ : Caséine κ .

cP : centpoise.

CS : Caséinate de sodium.

E : Emulsifiant.

E/H : Emulsion " L'eau dans l'huile".

g/l : gramme par litre.

g/cm³ : gramme par centimètre cube.

h : Heure.

hpa : hectopascal.

H/E : Emulsion "Huile dans L'eau".

HOV : Huile d'olive vierge.

HOV/E/C/CS : Emulsion à base Caséine.

HOV/E/T/CS : Emulsion à base Tween 80.

I.C : Indice de crémage.

IA : Indice d'acidité.

K : Coefficient oculaire constant.

Kcal : Kilocalories.

KDa : Kilodalton.

KJ : Kilojoule.

KOH : Hydroxyde de potassium.

mm² : millimètre carré.

min : minutes.

ml : Millilitre.

pH : potentiel Hydrogène.

pI : point Isoélectrique.

SAB : Sérum Albumine Bovine.

SI: Surface interfaciale.

t : temps.

T : Tween 80.

T° : Température.

tr/min : tour par minute.

Liste des figures

Figure 1 : Matières protéiques azotées du lait.....	02
Figure 2 : Représentation de la micelle de caséine selon le modèle de Schmidt	04
Figure 3 : Technique d'obtention des émulsions (huile dans l'eau et eau dans l'huile).....	07
Figure 4 : Les phénomènes de déstabilisation d'une émulsion	10
Figure 5 : L'utilisation des émulsions dans les différentes industries.....	11
Figure 6 : Schéma du protocole expérimental.....	16
Figure 7 : Evolution de l'indice de crémage des émulsions préparées à 25°C (a) et (b) au cours du temps.....	25
Figure 8 : Cinétique du nombre des globules gras des émulsions préparées à 25°C (a) et (b) au cours du temps.....	29
Figure 9 : Cinétique du diamètre moyen des globules gras des émulsions préparées à 25°C (a) et (b) au cours du temps.....	30
Figure 10 : Cinétique de la surface interfaciale des émulsions préparées à 25°C (a) et (b) au cours du temps.....	36

Liste des tableaux

Tableau 1 : Propriétés de la caséine.....	03
Tableau 2 : Les principaux acides aminés contenant dans la caséine.....	05
Tableau 3 : Composition moyenne des micelles de caséine	06
Tableau 4 : Les principaux usages da la caséine du lait	06
Tableau 5 : Les classes d'émulsions	08
Tableau 6 : Les types des émulsifiants	12
Tableau 7 : Nomenclature et utilisation des principaux émulsifiants.....	13
Tableau 8 : Relation poids, densité de la bille et constant d'étalonnage Par gravité.....	18
Tableau 9 : Composition des émulsions en (%)......	20
Tableau 10 : Les paramètres physico-chimiques moyens d'eau distillée à 20°C.....	23
Tableau 11 : Les paramètres physico-chimiques moyens d'huiles d'olive à 20°C.....	24
Tableau 12 : Evolution de l'aspect macroscopique de l'indice de crémage au cours du temps.....	27
Tableau 13 : Aspect microscopique des émulsions à base de la caséine préparées à 25°C.....	32
Tableau 14 : Aspect microscopique des émulsions à base de la Tween 80 préparées à 25°C..	34

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Sommaire

Introduction

Partie bibliographique

Chapitre I : La caséine du lait

1. Définition	02
2. Type des caséines.....	02
2.1. Caséine Présure.....	02
2.1. Caséine Acide.....	03
3. Propriétés de la caséine du lait.....	03
3.1. Solubilité de la caséine.....	03
3.2. Caractéristiques physico-chimiques de la caséine.....	03
4. Structure.....	04
5. Composition.....	05
6. Usages de la caséine du lait.....	06

Chapitre II : Les émulsions et les émulsifiants

1. Les émulsions.....	07
1.1. Définition.....	07
1.2. Types d'émulsion.....	07
1.2.1. Emulsion "huile dans eau" (h/e).....	07
1.2.2. Emulsion "eau dans huile" (e/h).....	07
1.3. Classification des émulsions.....	08
1.4. Stabilité et déstabilité des émulsions.....	09
1.4.1. Stabilité.....	09
1.4.2. Déstabilité.....	09

1.4.2.1. Phénomènes migratoires.....	09
1.4.2.2. Phénomènes d'augmentation de taille.....	09
1.5. Application des émulsions.....	11
2. Les émulsifiants.....	12
2.1. Définition.....	12
2.2. Type des émulsifiants.....	12
2.3. Structure des émulsifiants.....	12
2.4. Applications des émulsifiants.....	13

Partie expérimentale

Chapitre III : Matériel et méthodes

1. Objectifs.....	14
2. Lieu de travail.....	14
3. Matériel.....	14
3.1. Matières premières.....	14
3.1.1. Caséine du lait.....	14
3.1.2. Tween 80.....	14
3.1.3. Huile d'olive.....	14
3.1.4. Stabilisant.....	14
3.2. Appareillages et réactifs	14
3.2.1. Appareillage.....	14
3.2.2. Verreries.....	15
3.2.3. Autres.....	15
3.2.4. Réactifs.....	15
4. Méthodes.....	15
4.1. Le protocole expérimental.....	16
5. Méthodes d'analyses.....	17
5.1. Analyses physiques.....	17
5.1.1. Densité.....	17
a- Principe.....	17

b- Mode opératoire.....	17
5.1.2. Viscosité.....	17
a- Principe.....	17
b- Mode opératoire.....	17
5.2. Analyses chimiques.....	18
5.2.1. pH.....	18
a- Principe.....	18
b- Mode opératoire.....	18
5.2.2. Indice d'acidité de l'huile d'olive.....	19
a- Principe.....	19
b- Mode opératoire.....	19
6. Préparation des émulsions.....	19
7. Caractérisation des émulsions.....	20
7.1. Indice de crémage.....	20
a. Principe.....	20
b. Mode opératoire.....	20
c. Mode de calcul.....	21
7.2. Nombre de globules gras.....	21
7.3. Diamètre moyen des globules gras.....	21
7.4. Surface interfaciale.....	22

Chapitre IV : Résultats et discussions

1. Phases des émulsions.....	23
1.1. Eau distillée.....	23
1.1.1. Densité.....	23
1.1.2. Viscosité.....	23
1.1.3. pH.....	23
1.2. Huile d'olive.....	24
1.2.1. pH.....	24
1.2.2. Densité.....	24

1.2.3. Viscosité.....	24
1.2.4. Indice d'acidité.....	24
2. Etude des émulsions.....	25
2.1. Indice de crémage.....	25
2.2. Prise des photos.....	27
2.3. Nombre des globules gras.....	29
2.4. Diamètre moyen des globules gras.....	30
2.5. Prise des photos.....	32
2.6. Surface interfaciale.....	36

Conclusion

Références bibliographiques

Annexes

Introduction

Introduction

La science des émulsions revêt une importance particulière dans l'industrie alimentaire, car une grande partie des produits comestibles transformés se trouvent sous forme d'émulsion à un stade ou l'autre de la fabrication, dans sa définition générale, une émulsion est un mélange d'au moins deux constituants non miscibles, l'un dispersé sous forme de gouttelettes dans une phase continue, qui doit pouvoir être utilisé ou consommé sans démixtion (**Jeantet et al., 2007**).

Un émulsifiant est généralement défini comme une substance amphiphile permet de maintenir homogène le mélange de deux ou plusieurs phases non miscibles, c'est donc un composé qui possédant à la fois des fonctions hydrophiles et hydrophobes, s'adsorbe aux interfaces huile/eau en abaissant la tension interfaciale (**Guzun, 2010**).

Les émulsifiants peuvent être d'origine naturelle, en particulier végétale répondant ainsi à la demande de l'industrie alimentaire pour des produits d'origine non animale. Ils peuvent aussi être synthétiques, identiques à des substances présentes dans la nature ou totalement artificiels (**Colonna et Della Valle., 2006**).

Les protéines du lait sont les protéines animales les plus anciennement et largement consommées par l'homme, du fait de la facilité avec laquelle on peut les isoler du lait cru, ce sont aussi les protéines les mieux étudiées puisque les structures primaires de la presque totalité d'entre elles sont maintenant connues, ces protéines présentent une grande diversité de structures et des propriétés physico-chimiques (**Cheftel et al., 1985**).

Les protéines du lait sont réparties en deux fractions distinctes, les caséines qui précipitent à pH 4,6 représentent 80% des protéines totales ; les protéines sériques, solubles à pH 4,6 représentent 20% des protéines totales (**Jeantet et al., 2007**).

Cette propriété de précipitation différentielle est exploitée industriellement pour la préparation de caséines acide, les caséines sont organisées en micelles avec la participation d'éléments minéraux colloïdaux majoritairement sous forme de phosphate de calcium (**Jeantet et al., 2007**).

Les caséines sont de petites protéines dont le poids moléculaire varie entre 19 et 25 KDa. Elles possèdent une forte proportion d'acides aminés apolaires et d'acides aminés chargés distribués de manière non uniforme, leur conférant des propriétés amphiphiles démixtion (**Jeantet et al., 2007**).

Dans ce contexte, nous nous sommes intéressés à l'évaluation des propriétés émulsifiantes de la caséine du lait en vue de sa valorisation dans le domaine des émulsions, à cet effet notre étude est subdivisée en deux parties essentielles dont la première est une bibliographique sur la caséine du lait, les émulsions et les émulsifiants et la deuxième englobe notre partie expérimentale, dans cette dernière nous avons visé d'une part à la caractérisation physique et chimique des phases d'émulsion (huile d'olive vierge et l'eau distillée) et à la caractérisation des propriétés émulsifiantes de la caséine du lait d'autre part.

Partie bibliographique

Chapitre I

La caséine du lait

1. Définition

Parmi les constituants du lait, la caséine est l'un des plus intéressants par la multiplicité de ses utilisations sous différentes formes, par ses qualités nutritionnelles et propriétés fonctionnelles (**Luquet, 1990**).

La caséine est une protéine que l'on met longtemps à digérer et qui contient tous les acides aminés nécessaires au corps (**Jeant et al., 2007**).

Les caséines sont des protéines qui constituent la majeure partie des composants azotés du lait (**Alais., Lindin et Miclo., 2003**).

La figure 1 donne les matières protéiques azotées du lait.

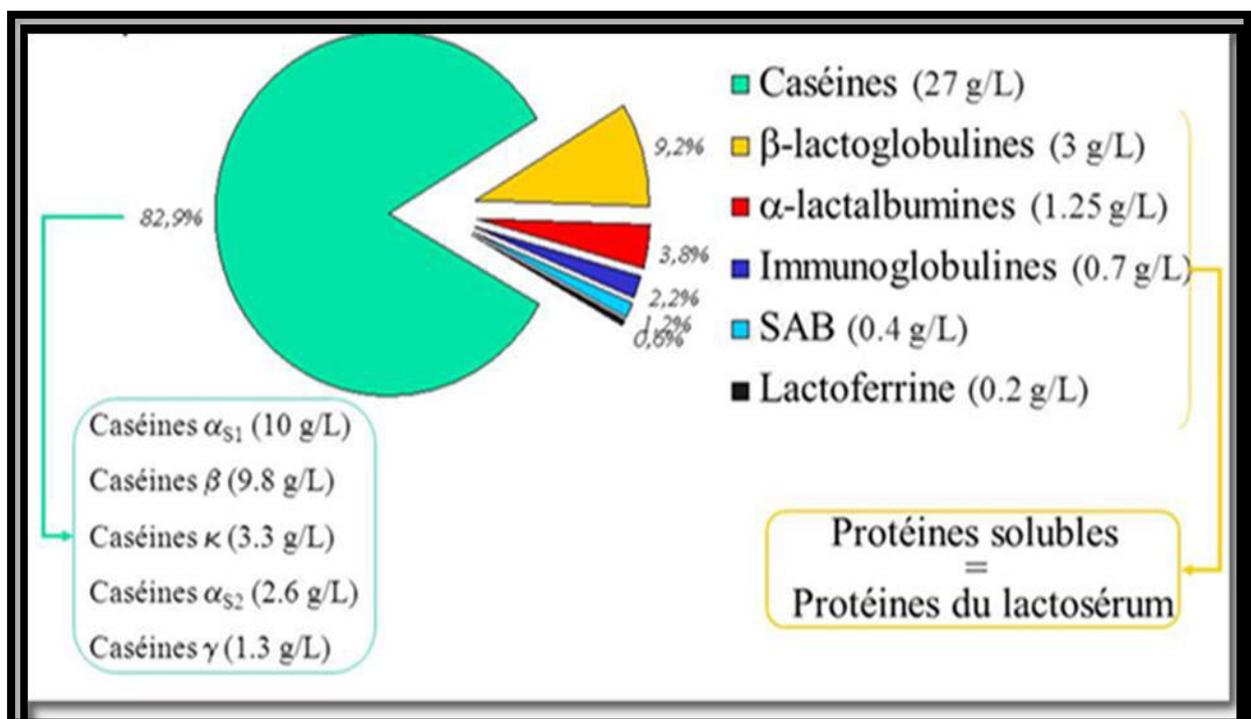


Figure 1: Matières protéiques azotées du lait (**Cayot et Lorient., 1998**).

2. Type des caséines

Il existe 2 types selon leur mode d'extraction ;

2.1. Caséine présure

Selon **Jeantet et Brulé (2008)**, la caséine présure est un complexe de protéines phosphorées (micelles) issues de la coagulation du lait par l'action d'enzymes (la chymosine et la pepsine).

La structure micellaire et la présence de calcium confère à la caséine présure des propriétés texturantes, elle est principalement utilisée dans la fabrication de fromage.

2.2. Caséine acide

La caséine acide est obtenue à partir d'un lait entier frais est écrémé et pasteurisé avant de subir une acidification à pH 4,6 (point isoélectrique des caséines), ou les caséines s'agrègent alors pour former un coagulum de caséines acides que l'on appelle communément caillebotte (Jeantet et Brulé., 2008).

Elle est séparée par centrifugation du lactosérum puis est lavée pour obtenir une caséine titrant moins de 1% de matière grasse, moins de 1% de minéraux et environ 0,1% de lactose, cette caillebotte insoluble dans l'eau est alors broyée et séchée en sécheur, afin d'obtenir de la caséine acide (Jeantet et Brulé., 2008).

3. Propriétés de la caséine du lait

3.1. Solubilité

Il convient de remarquer que la solubilité dépend très fortement des conditions de milieu, au pI, l'égalité des charges positives et des charges négatives conduit généralement à une solubilité minimale des protéines (Cayot et Lorient., 1998).

3.2. Caractéristiques physico-chimiques

Le tableau 1 indique les propriétés physico-chimiques de la caséine du lait.

Tableau 1: Les propriétés physico-chimiques de la caséine du lait (George et Burdock., 1997).

Caractéristiques	Propriétés de la caséine
Apparence	Solide blanc
Température de fusion	280 °C
Solubilité	0,110 g.l ⁻¹ (pH 4,6 ,25 °C)
Insoluble	Dans l'alcool
Masse volumique	1,25 g.cm ⁻³ (20 °C)

4. Structure

Les caséines du lait présentent une organisation micellaire similaire. Le modèle le plus adopté pour cette organisation est celui de Schmidt (1982) (figure 2), qui présente les micelles sous forme de complexes moléculaires appelés submicelles unies par du phosphate de calcium colloïdal $\text{Ca}_9(\text{PO}_4)_6$. Dans ce modèle, la K-CN se trouve en surface avec son extrémité C-terminale et agit comme interface entre les caséines hydrophobes (à l'intérieur de la micelle) et le milieu aqueux, gardant ainsi les micelles en suspension (Leonil *et al.*, 2007).

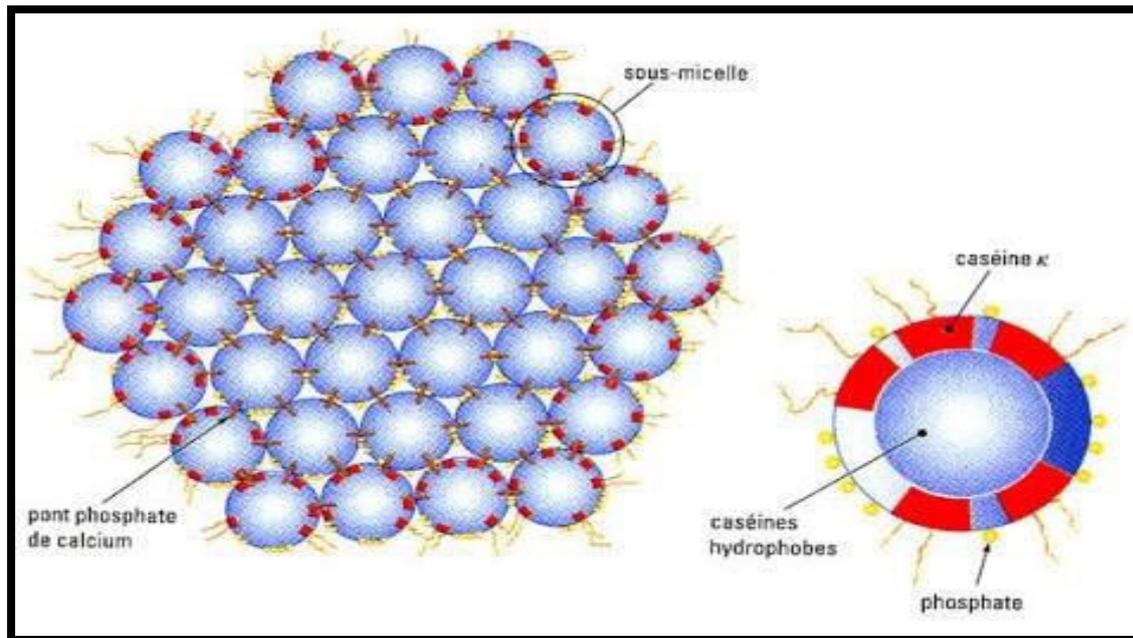


Figure 2 : Représentation de la micelle de caséine selon le modèle de Schmidt (1982).

5. Composition

Toutes les caséines sont des grosses molécules contenant du phosphore et un grand nombre d'acides aminés parmi lesquels dominant l'acide glutamique et un moindre degré la leucine et la proline (Cheftel et Lorient., 1985).

Le tableau 2 donne les principaux acides aminés contenant dans la caséine.

Tableau 2 : Les principaux acides aminés contenant dans la caséine (Jeantet et al., 2007).

Acides aminés	Caséines			
	αS_1	αS_2	β	κ
Asp	7	4	4	4
Glu	24	25	18	13
Asn	8	14	5	7
Gln	15	15	21	14
Thr	5	15	9	14
Ser	8	6	11	12
Ser P	8	11	5	1
Pro	17	10	35	20
Gly	9	2	5	2
Ala	9	8	5	15
Val	11	14	19	11
Ile	11	11	10	13
Leu	17	13	22	8
Phe	8	6	9	4
Tyr	10	12	4	9
Met	5	4	6	2
Cys	0	0	0	0 ou 2
Cystine/2	0	2	0	2 ou 0
Lys	14	24	11	9
His	5	3	5	3
Arg	6	6	4	5
Trp	2	2	1	1
Total	199	207	209	167

La micelle contient environ 92 à 93 % (m/m) de protéine. La proportion des différentes caséines étant variable le rapport moyen dans la micelle αS_1 , αS_2 , β , κ est d'environ 4/1/3,7/ 1,4, la proportion de caséine κ serait plus forte dans les submicelles périphériques (Cayot et Lorient., 1998).

Le tableau 3 montre la composition moyenne des micelles de caséine.

Tableau 3: Composition moyenne des micelles de caséine (Cheftel et Lorient., 1985).

Caséines	(g/100g)	Composants salins	(g/100g)
α S1	33	Calcium	2,9
α S2	11	Magnésium	0,2
β	33	Phosphate inorganique	4,3
κ	11	Citrate	0,5
γ	4	-	-
Total caséines	92	Total composants salins	8

- : Non déterminé

6. Usages de la caséine du lait

Le tableau 4 donne les principaux usages de la caséine du lait.

Tableau 4 : Les principaux usages de la caséine du lait (Bourgeois et Le roux., 1982 ; Linden et Lorient., 1994).

Usages alimentaires	Usages non alimentaires
Produits laitiers Boulangerie Produits fromagers... Nutrition sportive (Supplément alimentaire)	La caséine a le pouvoir de calmer les sensations de brûlures. La caséine est utilisée comme liant de peinture. Produits pharmaceutique. Les adhésifs pour le bois, en papier... etc.

Chapitre II

Les émulsions et les émulsifiants

1. Les émulsions

1.1. Définition

Les émulsions sont des mélanges biphasiques liquide-liquide dont les propriétés (type, viscosité, stabilité) dépendent à la fois de la composition (formulation), de la température et du mode de fabrication (procédé) (Linden et Lorient., 1994).

1.2. Types d'émulsion

En fonction de la répartition de l'eau et de l'huile, on distingue deux types d'émulsions (Chitour., 2004) :

1.2.1. Emulsion "huile dans eau" (H/E)

Ce type d'émulsion donne une crème légère, hydratante, qui pénètre bien dans la peau, aujourd'hui presque tous les laits et crèmes sont des formulations H/E.

1.2.2. Emulsion "eau dans huile" (E/H)

Donne une crème plus riche, plus nourrissante, ce type d'émulsion est souvent choisi pour les crèmes de nuit ou les crèmes pour peau très sèche.

La figure 3 montre la technique d'obtention des deux types d'émulsion.

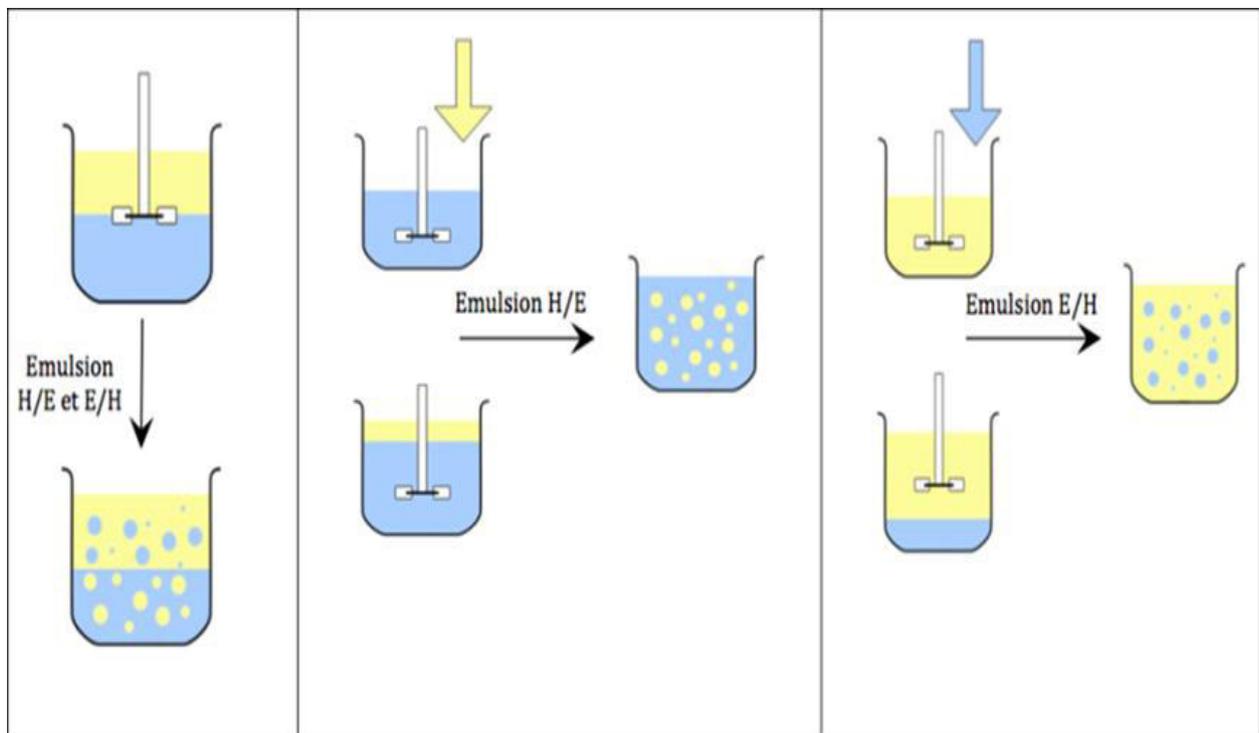


Figure 3 : Technique d'obtention des émulsions (huile dans l'eau et eau dans l'huile) (Chitour., 2004).

1.3. Classification des émulsions

Selon la taille des particules qui les composent, les émulsions peuvent être classées en microémulsion, mini émulsion et macroémulsion (tableau 5).

Tableau 5 : Les classes d'émulsions (Chitour., 2004 ; Solans et al., 2005 ; Bourrel., (1988).

Propriétés	Macro émulsion	Mini émulsion	Microémulsion
Nombre de tensioactifs	Au moins un	Au moins deux : un tensioactif et un Co-tensioactif	Au moins deux : un tensioactif et un Co-tensioactif
Pourcentage de tensioactif	Faible : < 5 %	Moyen : entre 5 et 10 %	Elevé : > 10 %
Méthode de fabrication	Agitation mécanique vigoureuse	Agitation vigoureuse par ultrason	Faible agitation
Couleur	Blanche laiteuse	Blanche bleuâtre ou incolore	Blanche bleuâtre ou incolore
Taille des particules	> 1 micromètre	< 1 micromètre	< 0,1 micromètre
Polydispersité de taille des particules	des particules moyennes	Basse	Basse
Stabilité thermodynamique	Instable	Instable	Stable
Mode d'augmentation de la taille des particules avec le Temps	Coalescence et mûrissement d'Ostwald	Coalescence et mûrissement d'Ostwald	Ne contenant pas de particules, il n'y a ni coalescence ni mûrissement d'Ostwald

1.4. Stabilité et déstabilité des émulsions

1.4.1. Stabilité

Les émulsions peuvent être stables du point de vue cinétique sur une importante période, ce qui détermine leur durée de vie, cette durée doit être mesurée, afin d'assurer la bonne qualité du produit pour le client final (**Chitour, 2004**).

1.4.2. Déstabilité

Selon **Cayot et Lorient (1998)**, les déstabilisations peuvent être classées en deux phénomènes majeurs:

1.4.2.1. Phénomènes migratoires

Par lesquels la différence de densité entre la phase continue et dispersée entraîne une séparation de phase gravitationnelle : pour les émulsions on a essentiellement du crémage (phase dispersée moins dense que la phase continue poussant celle-ci à migrer vers le haut), ces phénomènes sont réversibles (**Linden et Lorient., 1992**).

1.4.2.2. Phénomènes d'augmentation de taille

Par lesquels la taille des gouttes augmente selon les phénomènes suivants :

- Flocculation (agrégation des gouttelettes, elle s'opère sous l'effet des forces attractives, il y a formation d'un flocculant plus ou moins important sans changement de taille) (**Karleskind, 1992**).
- Coalescence (la suite d'un crémage ou d'une flocculation, elle provoque la fusion des gouttelettes en une plus grosse) (**Karleskind, 1992**).
- Mûrissement d'Ostwald (croissance des gouttelettes sous l'effet d'un transport de masse de phase soluble dispersée à travers le milieu de dispersion, ce phénomène s'appelle aussi la diffusion d'Ostwald) (**Karleskind, 1992**).

La figure 4 montre les phénomènes de déstabilisation d'une émulsion.

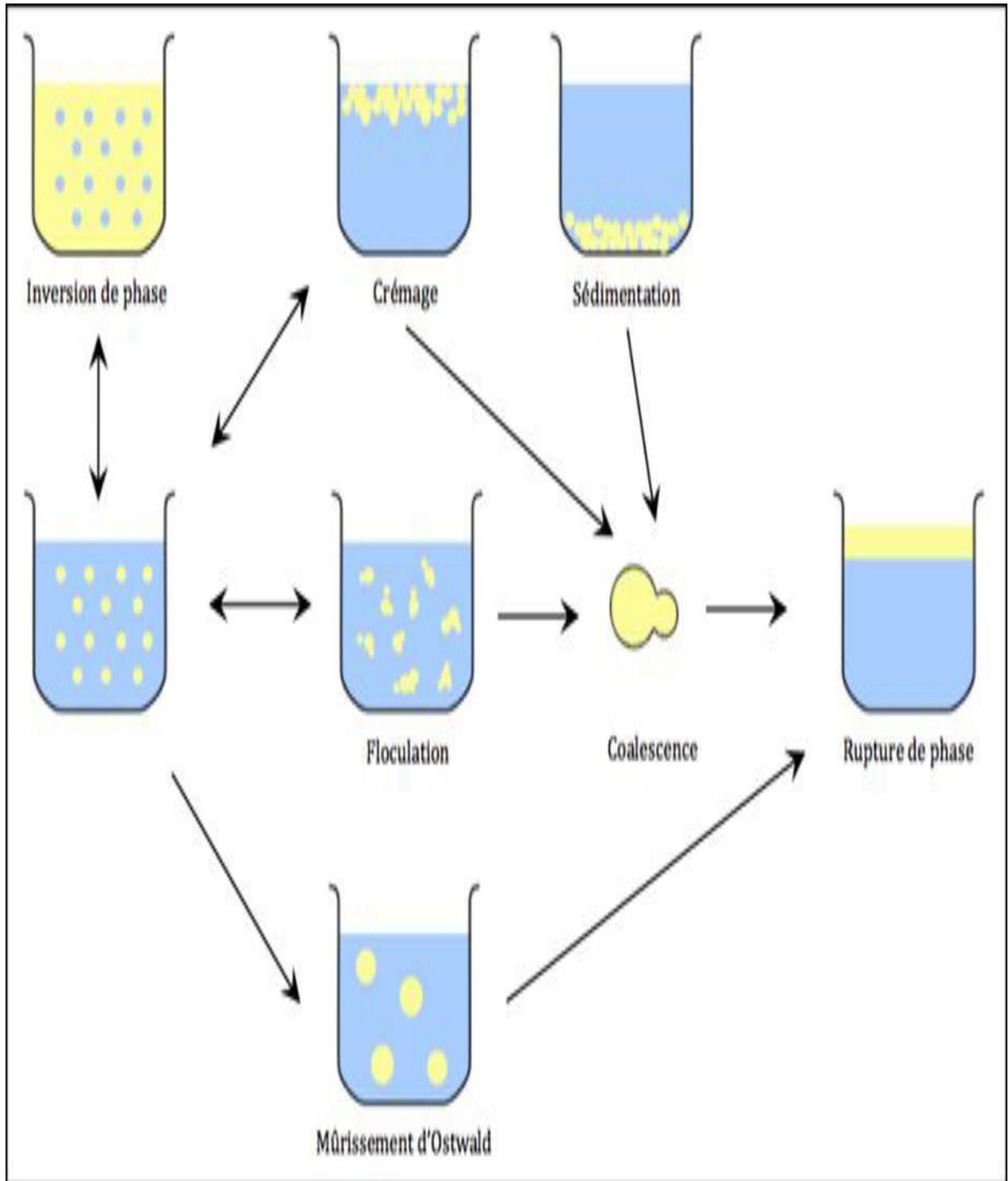


Figure 4 : Les phénomènes de déstabilisation d'une émulsion (Cayot et Lorient., 1998 ; Bauer et Badoud., 2010).

1.5. Application des émulsions

La figure 5 donne les applications possibles des émulsions.

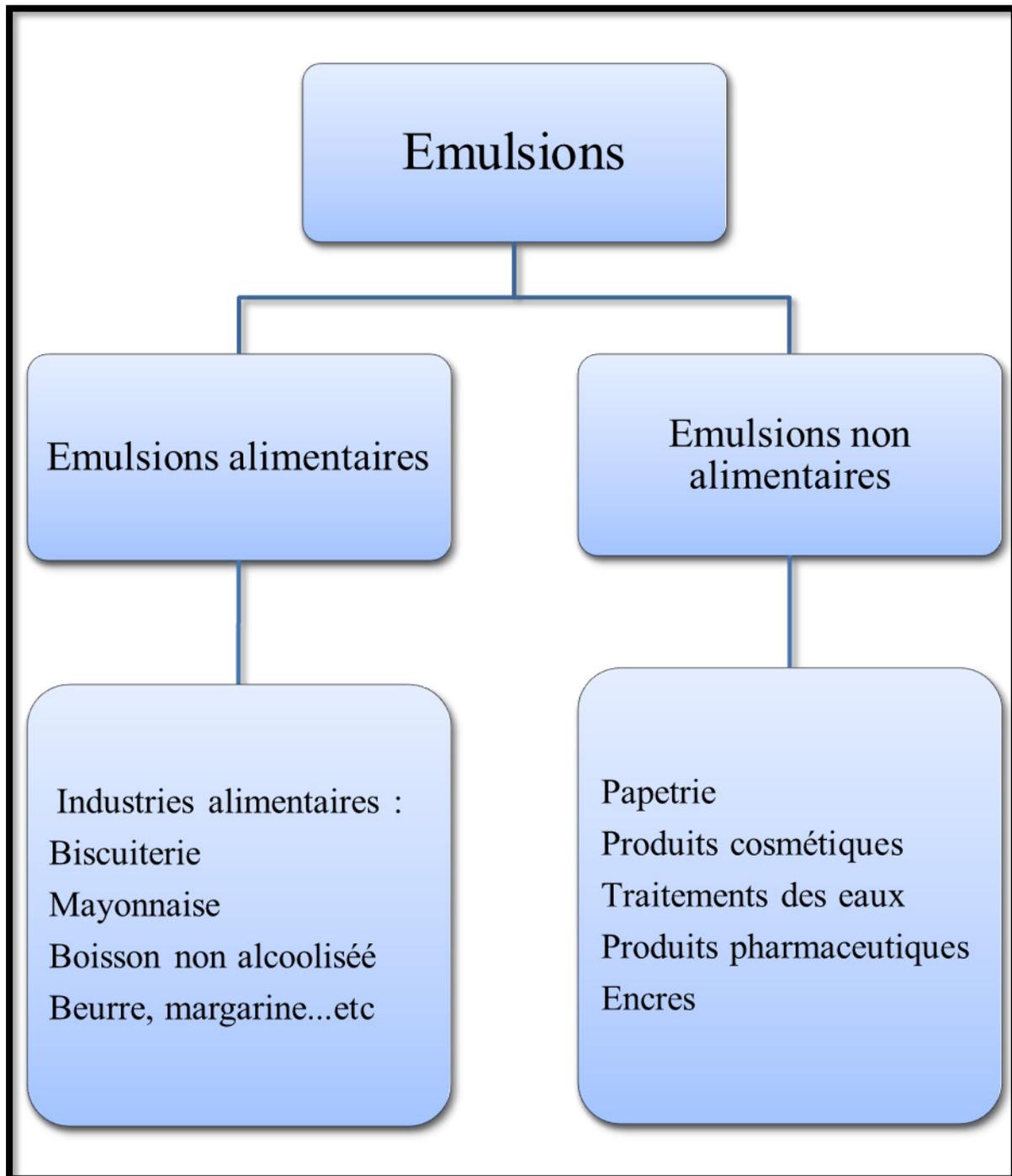


Figure 5 : L'utilisation des émulsions dans les différentes industries (Bauer et Badoud., 2010).

2. Les émulsifiants

2.1. Définition

Les émulsifiants sont composés de molécules dont une partie se lie fortement à l'eau et l'autre aux matières grasses, ces deux fonctions d'une même molécule permettant des liaisons, assurent le mélange intime et stable de substances qui, sans cela, ne seraient pas miscibles entre elles (Multon, 1992).

2.2. Type des émulsifiants

D'après Jeantet et al (2007), les émulsifiants sont classés en deux groupes (tableau 6).

Tableau 6 : Les types des émulsifiants

Types	Exemples
Faible masse moléculaire	Mono glycérides, lécithines...etc.
Macromoléculaire	Protéines surtout d'œuf et de lait.

2.3. Structure des émulsifiants

D'après Jean et Multon ; (1992), un émulsifiant doit posséder une structure chimique composée à la fois :

- De groupes hydrophiles, c'est-à-dire solubles dans l'eau, et
- De groupes lipophiles, c'est-à-dire solubles dans l'huile.

2.4. Applications des émulsifiants

Le tableau 7 résume la nomenclature et l'utilisation de certains types d'émulsifiants.

Tableau 7 : Nomenclature et utilisation des principaux émulsifiants (Collona et Della valle., 2006).

CEE	Noms	Aliments concernés
E332	Lécithines Produits naturels, classifiés comme antioxydant	Chocolat, lait en poudre, margarine
E440	Pectines Produits naturels	Confitures, glaces, desserts...
E442	Phosphatides d'ammonium	Produits chocolatés
E471	Mono et diglycérides d'acide gras	Panification, spécialités laitiers, margarine
E475-6	Esters polyglycériques d'acide gras	Biscuiterie, poudre pour desserts

Partie expérimentale

Chapitre III

Matériel et méthodes

1. Objectifs

Les objectifs de notre étude expérimentale sont résumés comme suit :

- Caractérisation physico- chimique des phases d'émulsion (l'huile d'olive vierge et de l'eau distillée) ;
- Caractérisation des propriétés émulsifiantes de la caséine du lait.

2. Lieu de travail

Notre travail expérimental a été effectué au niveau des laboratoires de technologie alimentaire, biochimie et amélioration des plantes de la faculté des sciences de la nature et de la vie de Tiaret.

3. Matériel

3.1. Matières premières

3.1.1. Caséine du lait

Sous sa forme lyophilisée produit par WWR. PROLABO. (Commercialisée).

3.1.2. Tween 80

Sa marque FLUKA (for synthesis). Sa composition (voir l'annexe).

3.1.3 .Huile d'olive

Nous avons utilisé huile d'olive vierge sa marque CHIALI produite en 2018 par le groupe Chi Ali zone industriel Sidi Bel Abbes, Algérie.

3.1.4. Stabilisant

Le stabilisant utilisé durant notre étude est la caséinate de sodium préparé à la phase d'un mélange de 1% de caséine et 5% de Na_2CO_3 et à compléter à 100 ml de l'eau distillée.

3.2. Appareillages et réactifs

3.2.1. Appareillage

- Etuve MEMMERT.
- Microscope optique : ZEISS. West Germany 47301.9901.
- Viscosimètre :HOEPLERBH.
- pH mètre : CGB22SGH2.
- Bain-marie MEMMERT.

3.2.2. Verreries

- Bêchers de 25, 50, 100 ml.
- Fioles jaugées de 20,50 ml.
- Tubes à essais.
- Epprouvettes.
- Lames et lamelles.
- Pipettes graduées et jaugées.
- Pipettes pasteur.
- Entonnoir.
- Burettes graduées.
- Pycnomètre.
- Erlen Meyer.

3.2.3. Autres

- Papier filtre.
- Papier aluminium.

3.2.4. Réactifs

- Phénolphtaléine 1%.
- Hydroxyde de potassium (KOH) : 0.1 N.
- Solution de Na_2CO_3 2%.
- Indicateur colorés :
 - Rouge de soudan 1%.
 - Bleu de méthylène 1%.
- Acétone.
- Ethanol 99,7%.

4. Méthodes

4.1. Protocole expérimental

Pour réaliser notre travail nous avons suivi le protocole expérimental indiqué dans la figure 6.

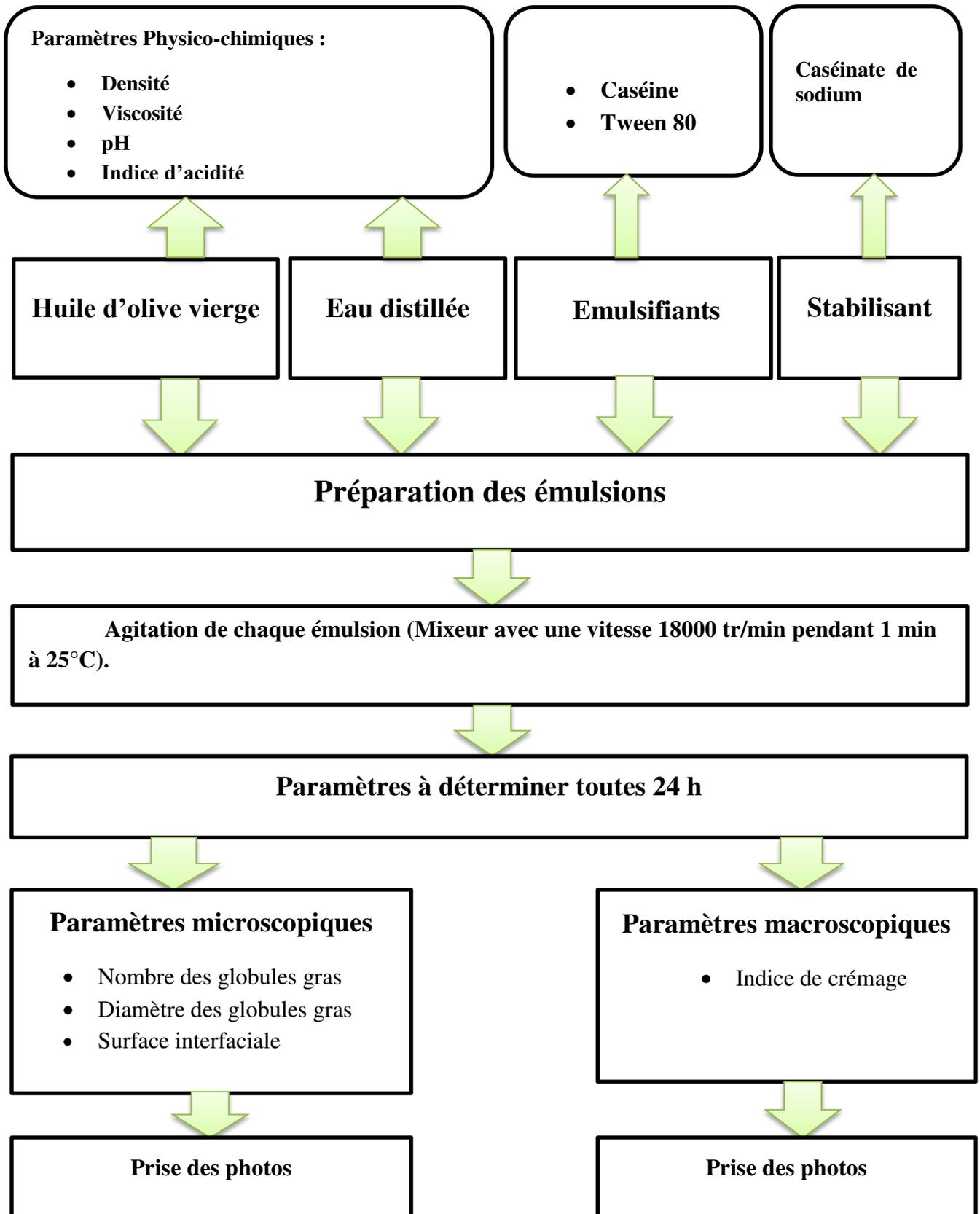


Figure 6 : Schéma du protocole expérimental.

5. Méthodes d'analyses

5.1. Analyses physiques

5.1.1. Densité

a. Principe

C'est la masse de l'unité de volume exprimée en gramme par cm^3 à la température T ($^{\circ}\text{C}$), la détermination précise de la densité s'obtient à l'aide d'un densimètre ou par un pycnomètre (Mathieu., 1998).

b. Mode opératoire

- Peser le pycnomètre vide (P_0) et plein d'eau (P_1).
- Sécher le pycnomètre à l'alcool, puis le remplir avec l'échantillon et prendre le poids (P_2).
- La détermination de la densité est donnée par la formule suivante :

$$D = (P_2 - P_0) / (P_1 - P_0)$$

5.1.2. Viscosité

a. Principe

La viscosité d'un liquide reflète sa résistance à l'écoulement, elle est déterminée à l'aide d'un viscosimètre (Boubezari, 2010).

b. Mode opératoire

Nous avons suivi les étapes suivantes ;

- Remplir le flacon porte tube avec l'échantillon considéré ;
- Fixer la température désirée ;
- Choisir une bille pour laquelle son écoulement à travers l'échantillon dans le tube viscosimétrique, doit être lent que possible ;
- Déterminer la durée de la chute de la bille sur le repère inférieur du tube viscosimétrique.

La détermination de la viscosité est obtenue par la formule suivante :

$$\eta = t. (D1 - D2).k$$

η : viscosité.

$D1$: densité de la bille.

$D2$: densité de l'échantillon a la température de masse.

k : constant d'étalonnage par gravité du tube.

Le tableau ci-dessous donne la relation poids, densité de la bille et constante d'étalonnage par gravité du tube.

Tableau 8 : Relation poids, densité de la bille et constant d'étalonnage par gravité du tube.

Poids de la bille (g)	Densité de la bille	Constant k
14,8942	8,126	0,71558
4,4280	2,228	0,10277

5.2. Analyses chimiques

4.2.1. pH

a. Principe

L'appareil utilisé pour mesuré le pH est un pH mètre (**Rebstein et Soerensen., 2008**).

b. Mode opératoire

- Etalonner le pH mètre à l'aide de solution tampon (pH=12 ; pH= 3) ;
- L'électrode doit être rincée par l'acétone et nettoyée avec du papier absorbant ;
- Tremper l'électrode du pH mètre dans le volume suffisant de l'échantillon préalablement chauffé à 20°C ;
- Lire la valeur du pH indiqué sur l'écran d'affichage du pH mètre.

5.2.2. Indice d'acidité de l'huile d'olive

a. Principe

L'acidité est déterminée par un titrage de **1g** d'huile d'olive vierge par **KOH** par la soude en présence de l'éthanol (Audigie et *al.*, 1980).

b. Mode opératoire

Nous avons suivi le mode opératoire suivant :

- Peser 1g de l'huile d'olive vierge et additionner 10 ml de l'éthanol ;
- Ajouter 2 gouttes de phénolphaléine ;
- Titrer la solution par le soude KOH, jusqu'à au virage au couleur rose.

L'indice d'acidité est donné par l'expression suivante :

$$IA = V.56.1/E$$

IA : indice d'acidité (%).

E : prise d'essai (g).

V : volume de KOH versé (ml).

6. Préparation des émulsions

La composition des émulsions préparées est indiquée dans le tableau 9.

Tableau 9 : Composition des émulsions en (%).

HOV (%)	4	4	4	4	4
Eau distillée (%)	95	95	95	95	95
Emulsifiants (%)	0	0.25	0.5	0.75	1
Stabilisant (%)	1	0.75	0.5	0.25	0

Emulsions à base de la caséine du lait : E1, E2, E3, E4, E5.

Emulsions à base de la Tween 80 : E6, E7, E8, E9, E10.

Chaque émulsion est homogénéisée à 25°C par un agitateur (Mixeur) avec une vitesse 18000 tr/min pendant 1 min.

7. Caractérisation des émulsions

7.1. Indice de crémage

a. Principe

Selon (Sean *et al.*, 2004), l'indice de crémage donne de l'information indirecte sur l'état de floculation d'une émulsion.

b. Mode opératoire

On a procédé les étapes suivantes :

- 10 ml d'émulsion a été transféré dans un tube à essai, hermétiquement bouché, et gardé à la température de 25°C ;
- Noter les phénomènes de déphasage, qui peuvent se manifester.

c. Mode de calcul

L'indice de crémage a été calculé selon la relation suivante :

$$\mathbf{I.C = V(H) / V(E) \times 100}$$

I.C : Indice de crémage (%).

V(H) : Hauteur de phase huileuse.

V(E) : Hauteur de phase d'émulsion.

7.2. Nombre de globules gras

Il repose sur le comptage microscopique des globules; on prélève à l'aide d'une pipette de pasteur au fond de l'émulsion une goutte que l'on dépose sur la lame et on ajoute une goutte de bleu de méthylène et une goutte de rouge soudan,

Le nombre de globules gras contenus dans la lame est exprimé par la formule suivante donnée par **Regnault (1992)** :

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

N : nombre de globules gras contenus dans le volume de la suspension examinée (mm).

F : surface de la lame sur laquelle on a étalé le volume de la suspension examinée (4cm).

f : surface d'un champ en mm².

N : nombre des globules gras dénombrés sur l'ensemble des champs examinés.

a : nombre des champs examinés.

Pour objectif 10, la surface d'un champ est 8,86 mm².

7.3. Diamètre moyen des globules gras

Le diamètre moyen des globules gras est déterminé selon le mode opératoire suivant :

- On met une gouttelette de l'émulsion sur une lame en verre ;

- On l'ajoute aussi une goutte de bleu de méthylène et une goutte de rouge de soudan ;
- On a utilisé un micromètre oculaire gradué de 0 à 10 μm dont les graduations sont distantes l'une à l'autre de 0.1 μm ,
- On se déplace au hasard sur la surface pour avoir 10 déterminations successives.

$$\bar{\varnothing} = K/10 \sum_{i=1}^{10} D_i$$

$\bar{\varnothing}$: Diamètre moyen des globules gras à temps t en μm .

K : Coefficient oculaire constant (**K=1.33**).

i : Nombre des globules gras au hasard.

D : Diamètre des globules gras en μm .

7.4. Surface interfaciale

La surface interfaciale repose sur la détermination du diamètre moyen de globules gras (**Drapron, 1987**).

Lorsqu'on connaît le diamètre moyen ($\bar{\varnothing}$) on peut alors calculer la surface interfaciale (**SI**) selon l'équation suivante :

$$SI = 6V / \bar{\varnothing} \text{ (m}^2\text{)}$$

$\bar{\varnothing}$: Diamètre moyen des globules gras en μm .

V: Volume de la phase émulsifiée en ml.

Chapitre IV

Résultats et discussions

1. Phases des émulsions

1.1. Eau distillée

Le tableau 10 montre les paramètres physico-chimiques moyens de l'eau distillée.

Tableau 10 : Paramètres physico-chimiques moyens de l'eau distillée à 20°C.

Paramètres	Valeurs moyennes
Densité	0,98
Viscosité (cP)	1,20
pH	7,83

1.1.1. Densité

Nous remarquons que la densité de l'eau distillée est égale à 0.98 et elle est inférieure à celle trouvée par **Rodier et Coll (1978)** qui est égale à 1.0025 à 20°C.

1.1.2. Viscosité

La valeur obtenue de la viscosité de l'eau distillée est égale 1,2 cP, elle est légèrement supérieure à celle trouvée par **Chaussade et Mestrallet (1995)** qui est égale 1,007 cP à 20°C.

1.1.3. pH

La valeur du pH de l'eau distillée est légèrement supérieure à celle notée par **Rodier et Coll (1978)** qui est égale à 7.55 à 20°C.

Les paramètres physiques étudiés dépendent de la composition de l'eau distillée et ainsi de la température.

1.2. Huile d'olive vierge

Le tableau 11 montre les paramètres physico-chimiques moyens d'huiles d'olive.

Tableau 11 : Les paramètres physico-chimiques moyens d'huiles d'olive à 20°C.

Paramètres	Valeurs moyennes
pH	6.541
Densité	0,913
Indice d'acidité (%)	0,98
Viscosité (cP)	77.4221

1.2.1. pH

La valeur du pH d'huile d'olive vierge est légèrement neutre notée à 20°C et cette valeur est comparable à celle trouvée par **Eberhard (2005)** qui a trouvé 6,6.

Le pH d'huile végétale varie sensiblement avec sa composition, son procédé d'obtention et ses conditions du stockage.

1.2.2. Densité

La valeur de la densité d'huile d'olive vierge étudiée est 0,913, selon **Karlskind (1992)** la densité des huiles végétales dépend de la composition chimique, la température et le taux de saturation du corps gras.

1.2.3. Viscosité

La valeur de la viscosité de l'huile d'olive (77.4221) est supérieure à celle trouvée par **Medjahed et Moussi (2012)** dont elle est égale à 71 cP.

1.2.4. Indice d'acidité

L'analyse de l'indice d'acidité d'huile d'olive montre que le degré d'acidité est 0,98 %, ce résultat est inférieur avec celui obtenu par **Bencherif et al., (2010)** qui ont trouvé 3,315%, des faibles valeurs d'indice d'acidité des corps gras sont due aux faibles teneurs en acides gras qui se retrouvent à l'état libre. L'indice d'acidité d'huile d'olive dépend étroitement de sa composition, ses conditions du stockage et de sa qualité.

2. Emulsions

2.1. Indice de crémage

La figure 7 montre la variation de l'indice de crémage des émulsions a et b au cours de temps.

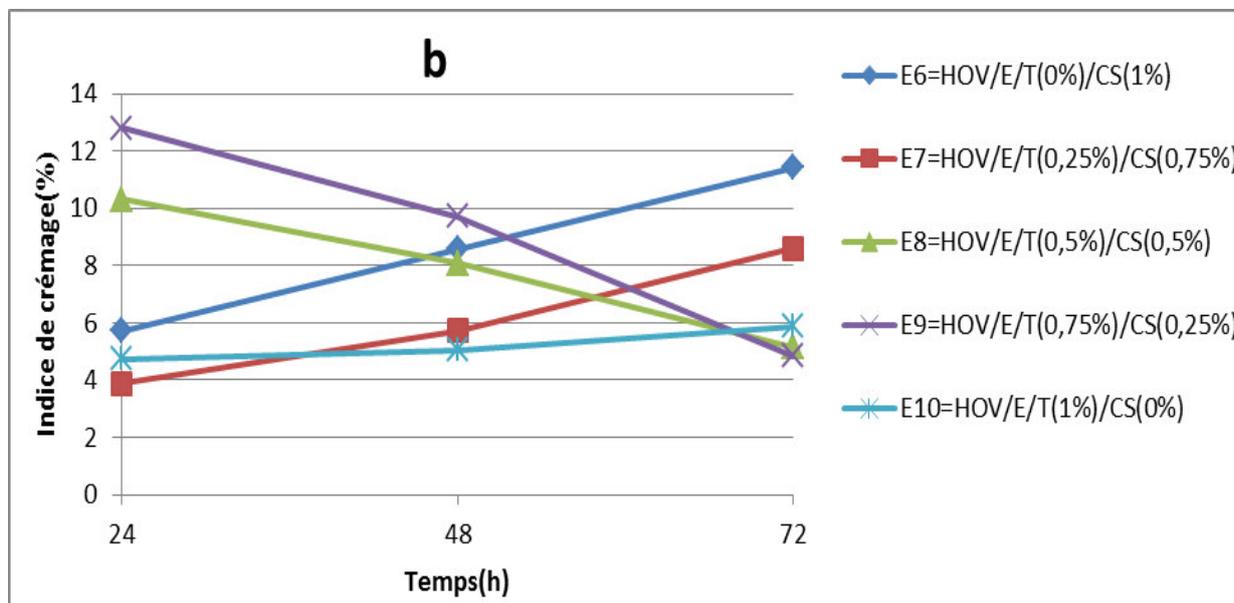
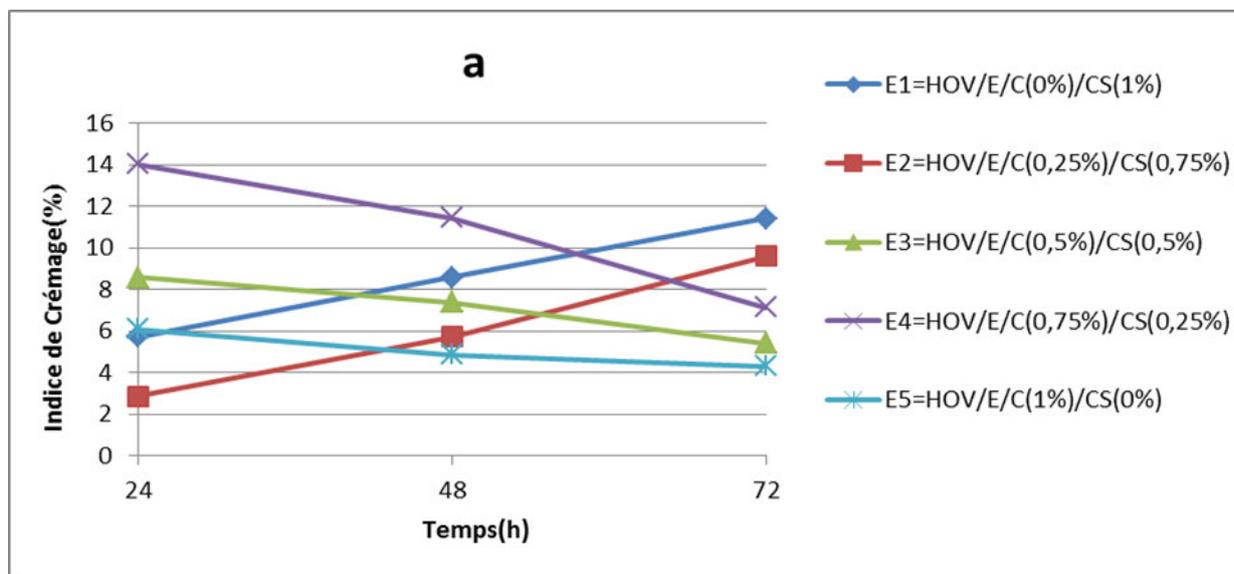


Figure 7 : Evolution de l'indice de crémage des émulsions stockées à 25°C au cours du temps (a : Emulsions à base de la caséine ; b : Emulsions à base de la Tween 80).

D'après la figure 7, nous constatons les remarques suivantes :

Pour la figure 7 a :

Les émulsions (E3 et E4) sont caractérisées par des valeurs décroissantes de l'indice de crémage, ce qui implique leur meilleure stabilité au cours du temps.

Ainsi une légère stabilité des valeurs de l'indice de crémage a été notée pour l'émulsion E5 démontrant sa stabilité au cours du temps.

Pour la figure 7 b :

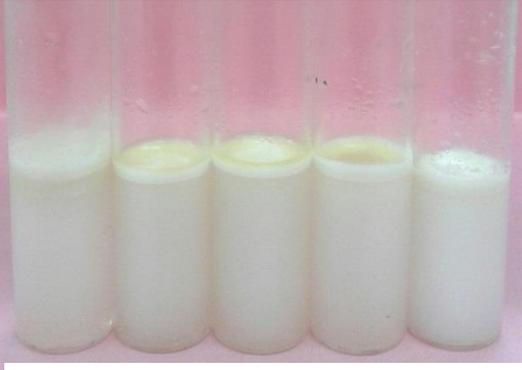
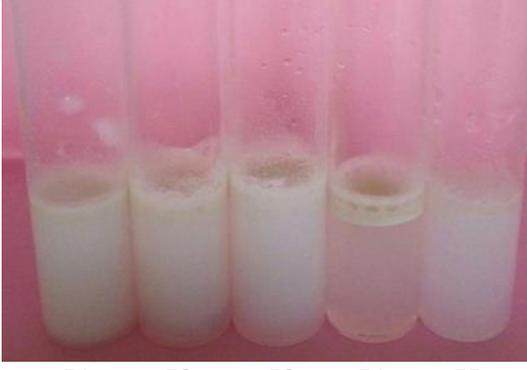
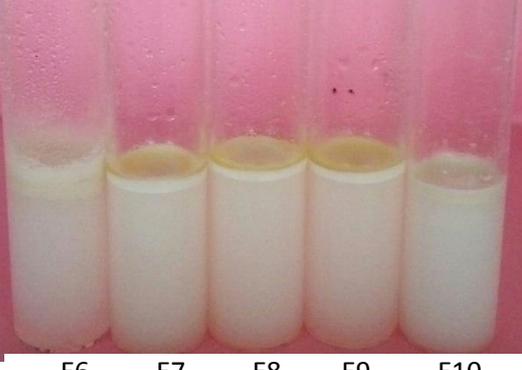
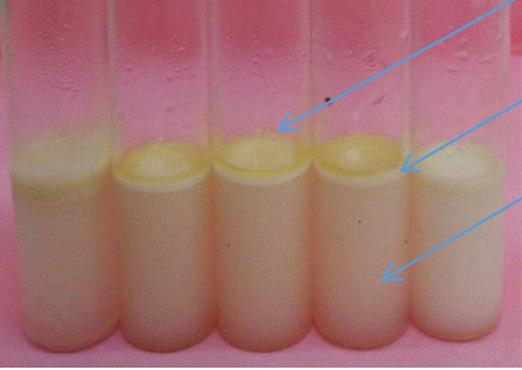
Les émulsions (E8 et E9) ont enregistré des valeurs de l'indice de crémage décroissantes au cours du temps reflétant leur meilleure stabilité.

D'après **Sean et al., (2004)** l'indice de crémage est inversement proportionnel à la stabilité de l'émulsion.

2.2. Prise des photos

Le tableau 12 indique l'aspect macroscopique des émulsions au cours du temps.

Tableau 12 : Aspect macroscopique des émulsions stockées à 25°C au cours du temps.

Temps	Emulsions à base de la caséine	Emulsions à base de la Tween 80
t_{24h}		
t_{48h}		
t_{72h}		

E1 : HOV/E/C(0%)/CS(1%).

E2 : HOV/E/C(0.25%)/CS(0.75%).

E3 : HOV/E/C(0.5%)/CS(0.5%).

E4 : HOV/E/C(0.75%)/CS(0.25%).

E5 : HOV/E/C(1%)/CS(0%).

E6 : HOV/E/T(0%)/CS(1%).

E7 : HOV/E/T(0.25%)/CS(0.75%).

E8 : HOV/E/T(0.5%)/CS(0.5%).

E9 : HOV/E/T(0.75%)/CS(0.25%).

E10 : HOV/E/T(1%)/CS(0%).

1 : Couche huileuse. 2 : Emulsion 3 : Couche aqueuse.

Au cours du temps, nous avons remarqué que le déphasage a noté pour l'ensemble des émulsions avec des degrés différents.

Les émulsions préparées à base de la caséine à 0,75% et à base de la Tween 80 à 0,75% ont manifesté par des valeurs de l'indice de crémage inférieures traduisant en effet leurs bonnes stabilités au cours du temps.

2.3. Nombre des globules gras

La figure 8 indique la cinétique du nombre des globules gras des émulsions a et b au cours du temps.

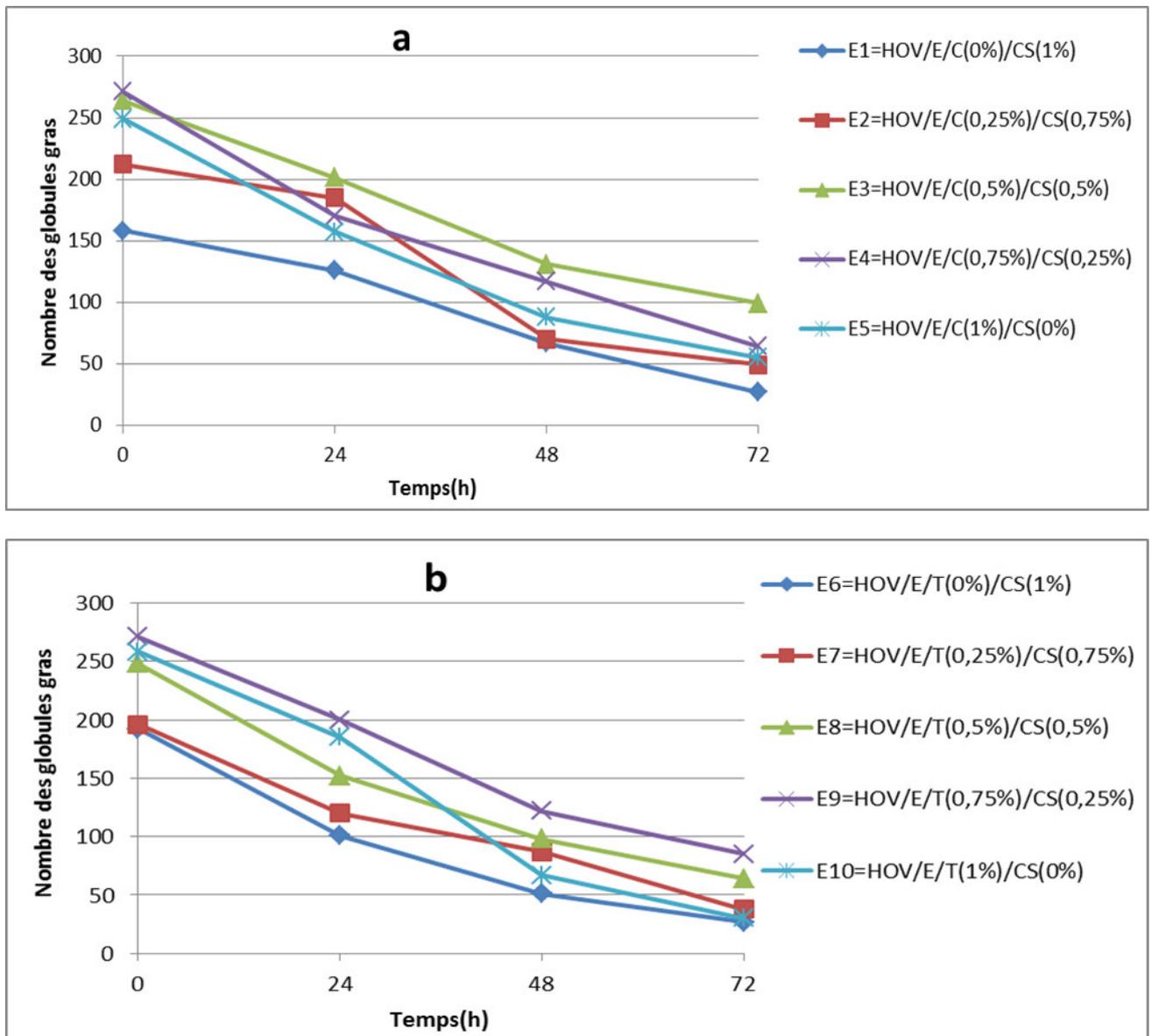


Figure 8 : Cinétique du nombre des globules gras des émulsions stockées à 25°C au cours du temps (a : Emulsions à base de la caséine ; b : Emulsions à base de la Tween 80).

Nous remarquons que l'ensemble des émulsions préparées à base de la caséine et de Tween 80 ont des allures décroissantes au cours du temps (figure 8 a et b).

A temps t_{0h} , le nombre le plus élevé a été marqué successivement pour l'émulsion E4 (figure 8 a) et pour celle E9 (figure 8 b).

Avec le temps les émulsions qui ont conservé leur nombre des globules gras avec des valeurs différentes sont celles formées à base de la caséine : E3 et E4 (figure 8 a) et ainsi celles préparées à base de Tween 80 : E8 et E9 (figure 8 b).

La diminution du nombre des globules gras dans les différents types des émulsions est due aux phénomènes de déstabilisation qui sont le crémage, la floculation des gouttelettes, la coalescence ou fusion des gouttelettes et donc la vitesse de crémage.

2.4. Diamètre moyen des globules gras

La figure 9, montre la cinétique du diamètre moyen des globules gras dans les émulsions étudiées.

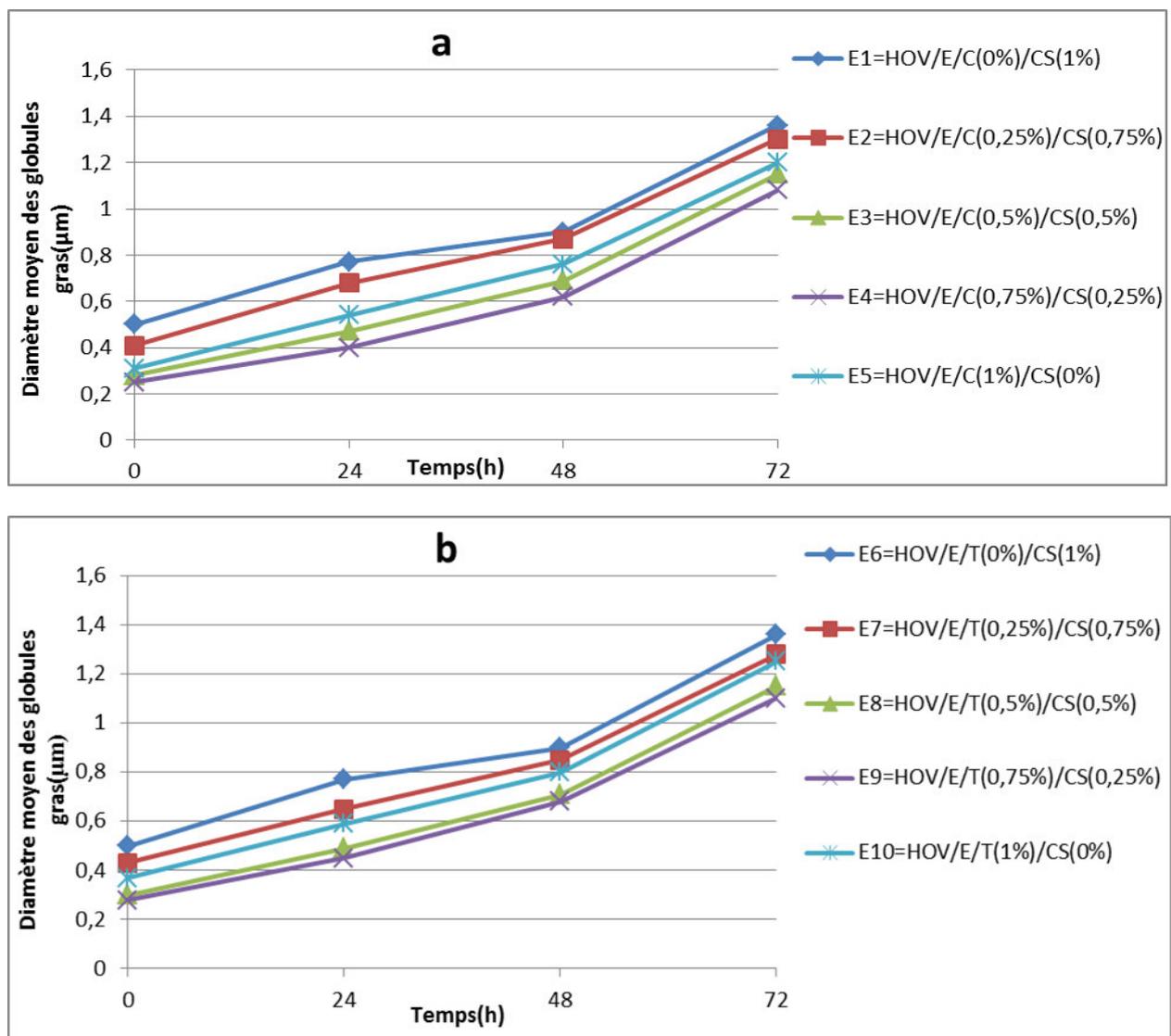


Figure 9 : Cinétique du diamètre moyen des globules gras des émulsions stockées à 25°C au cours du temps (a : Emulsions à base de la caséine ; b : Emulsions à base de la Tween 80).

La figure 9 représente l'évolution du diamètre moyen des globules gras des émulsions en fonction du temps.

Nous avons remarqué une augmentation de diamètre moyen des globules gras en fonction du Temps pour l'ensemble des émulsions préparées.

Pour la figure 9 a :

Les émulsions qui ont manifesté par valeurs inférieures sont :

- Emulsion (E3) avec un diamètre varie du 0,28 à 1,15 μm ;
- Emulsion (E4) avec un diamètre varie du 0,25 à 1.08 μm ;
- Emulsion (E5) avec un diamètre varie du 0,31 à 1,2 μm .

Pour la figure 9 b :

Les émulsions (E8, E9 et E10) ont des valeurs inférieures au cours du temps :

- Emulsion (E8) avec un diamètre varie du 0,3 à 1,15 μm ;
- Emulsion (E9) avec un diamètre varie du 0,28 à 1.1 μm ;
- Emulsion (E10) avec un diamètre varie du 0,37 à 1,25 μm .

Le diamètre des globules gras trouvé dans les différents types d'émulsion est comparable à celui obtenu par **Lorient et al., (1985)**, puisqu'il est compris entre 0,1 et 50 μm .

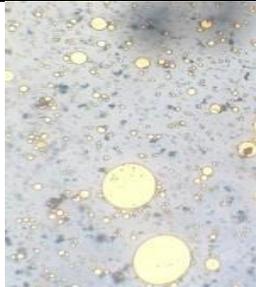
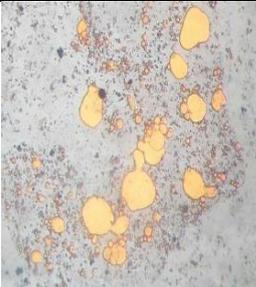
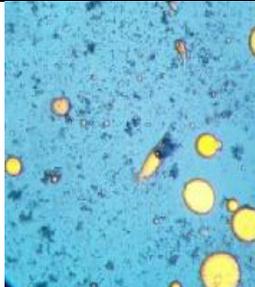
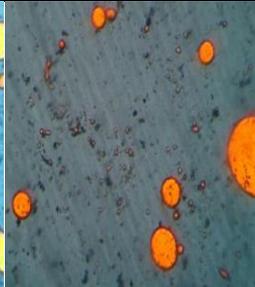
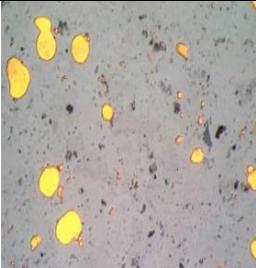
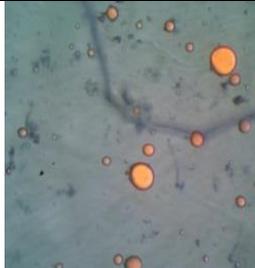
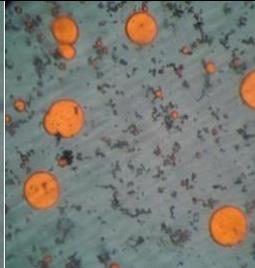
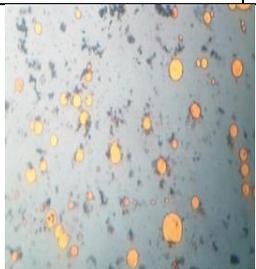
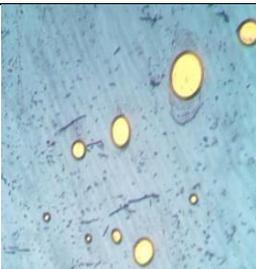
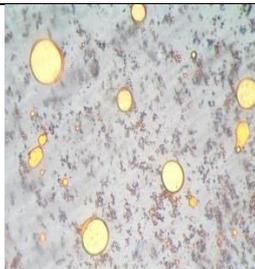
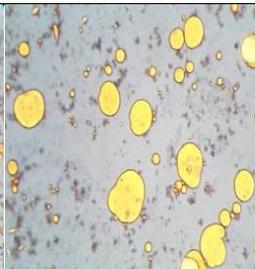
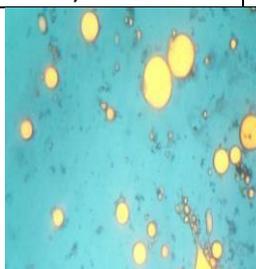
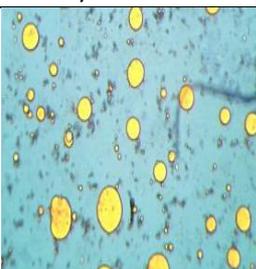
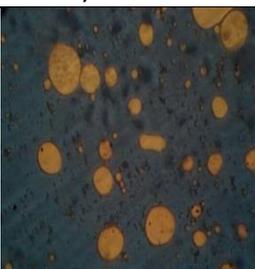
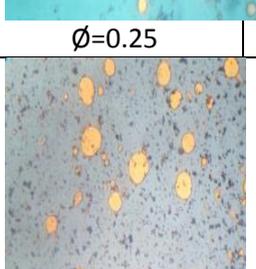
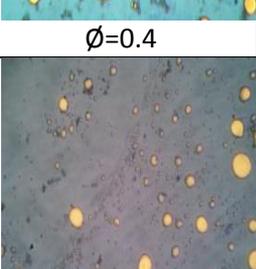
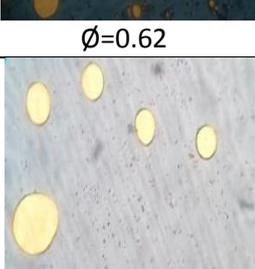
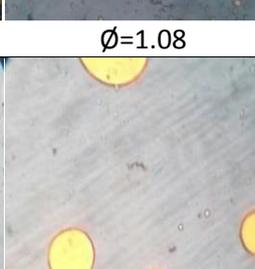
Nous remarquons que les valeurs du diamètre moyen des globules gras sont variables au cours du temps, cette variation est probablement liée à la :

- La nature du prélèvement et la technique utilisée ;
- La fixation au hasard des champs des globules gras.

2.5. Prise des photos

Le tableau 13 indique l'aspect microscopique des émulsions à base de la caséine.

Tableau13: Aspect microscopique (G×10) des émulsions à base de la caséine stockées à 25°C.

Emulsions	t _{0h}	t _{24h}	t _{48h}	t _{72h}
E1	 Ø=0.5	 Ø=0.77	 Ø=0.9	 Ø=1.36
E2	 Ø=0.41	 Ø=0.68	 Ø=0.87	 Ø=1.3
E3	 Ø=0.28	 Ø=0.47	 Ø=0.69	 Ø=1.15
E4	 Ø=0.25	 Ø=0.4	 Ø=0.62	 Ø=1.08
E5	 Ø=0.31	 Ø=0.54	 Ø=0.76	 Ø=1.2

E1 : HOV/E/C(0%)/CS(1%).

E2 : HOV/E/C(0.25%)/CS(0.75%)

E3 : HOV/E/C(0.5%)/CS(0.5%).

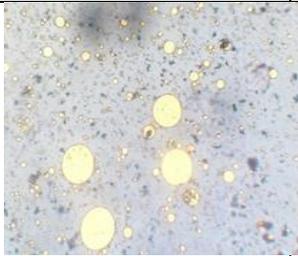
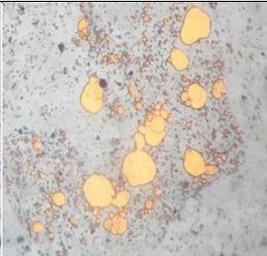
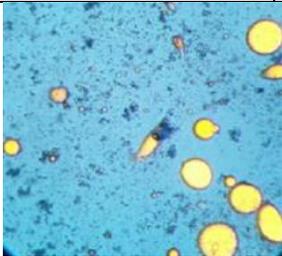
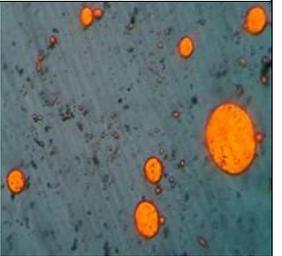
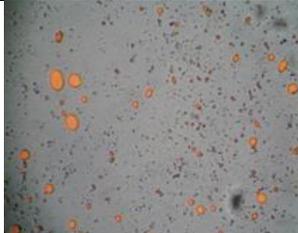
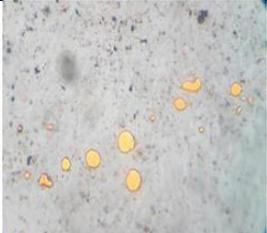
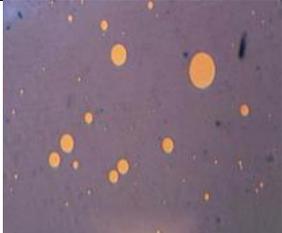
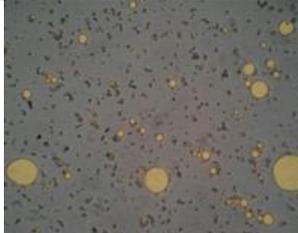
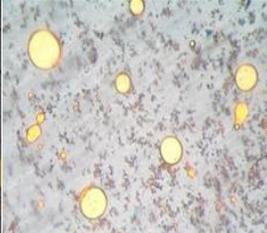
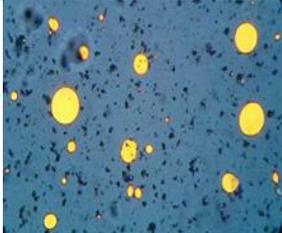
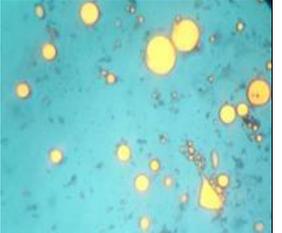
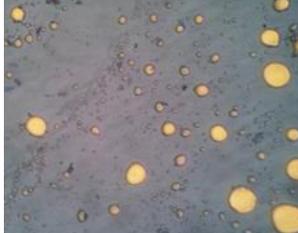
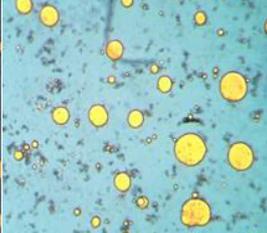
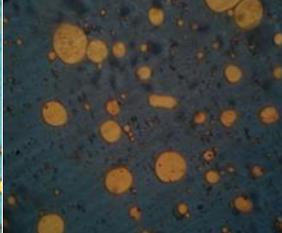
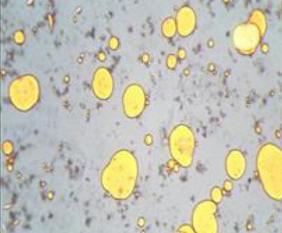
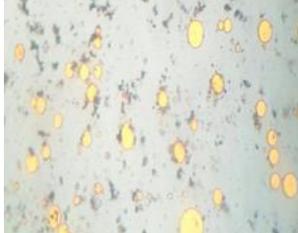
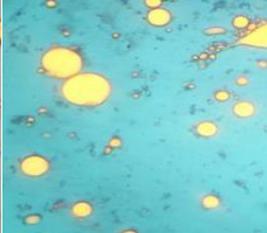
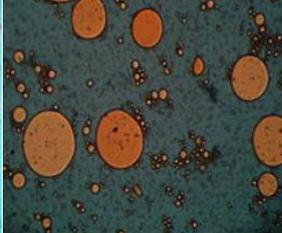
E4 : HOV/E/C(0.75%)/CS(0.25%).

E5 : HOV/E/C(1%)/CS(0%).

Nous remarquons que l'émulsion E4 a manifesté par une meilleure stabilité avec un diamètre inférieur au cours du temps.

Le tableau 14 indique l'aspect microscopique des émulsions à base de la Tween 80.

Tableau14: Aspect microscopique (G×10) des émulsions à base de la Tween 80 stockées à 25°C.

Emulsions	t _{0h}	t _{24h}	t _{48h}	t _{72h}
E6				
	Ø= 0.5	Ø=0.77	Ø=0.9	Ø=1.36
E7				
	Ø=0.43	Ø=0.65	Ø=0.85	Ø=1.28
E8				
	Ø=0.3	Ø=0.49	Ø=0.71	Ø=1.15
E9				
	Ø=0.28	Ø=0.45	Ø=0.68	Ø=1.1
E10				
	Ø=0.37	Ø=0.59	Ø=0.8	Ø=1.25

E6 : HOV/E/T(0%)/CS(1%).

E7 : HOV/E/T(0.25%)/CS(0.75%).

E8 : HOV/E/T(0.5%)/CS(0.5%).

E9 : HOV/E/T(0.75%)/CS(0.25%).

E10 : HOV/E/T(1%)/CS(0%).

Nous remarquons que l'émulsion E9 a manifesté par une meilleure stabilité avec un diamètre inférieur au cours du temps.

2.6. Surface interfaciale

La figure 10 montre la cinétique de la surface interfaciale des émulsions en fonction du temps.

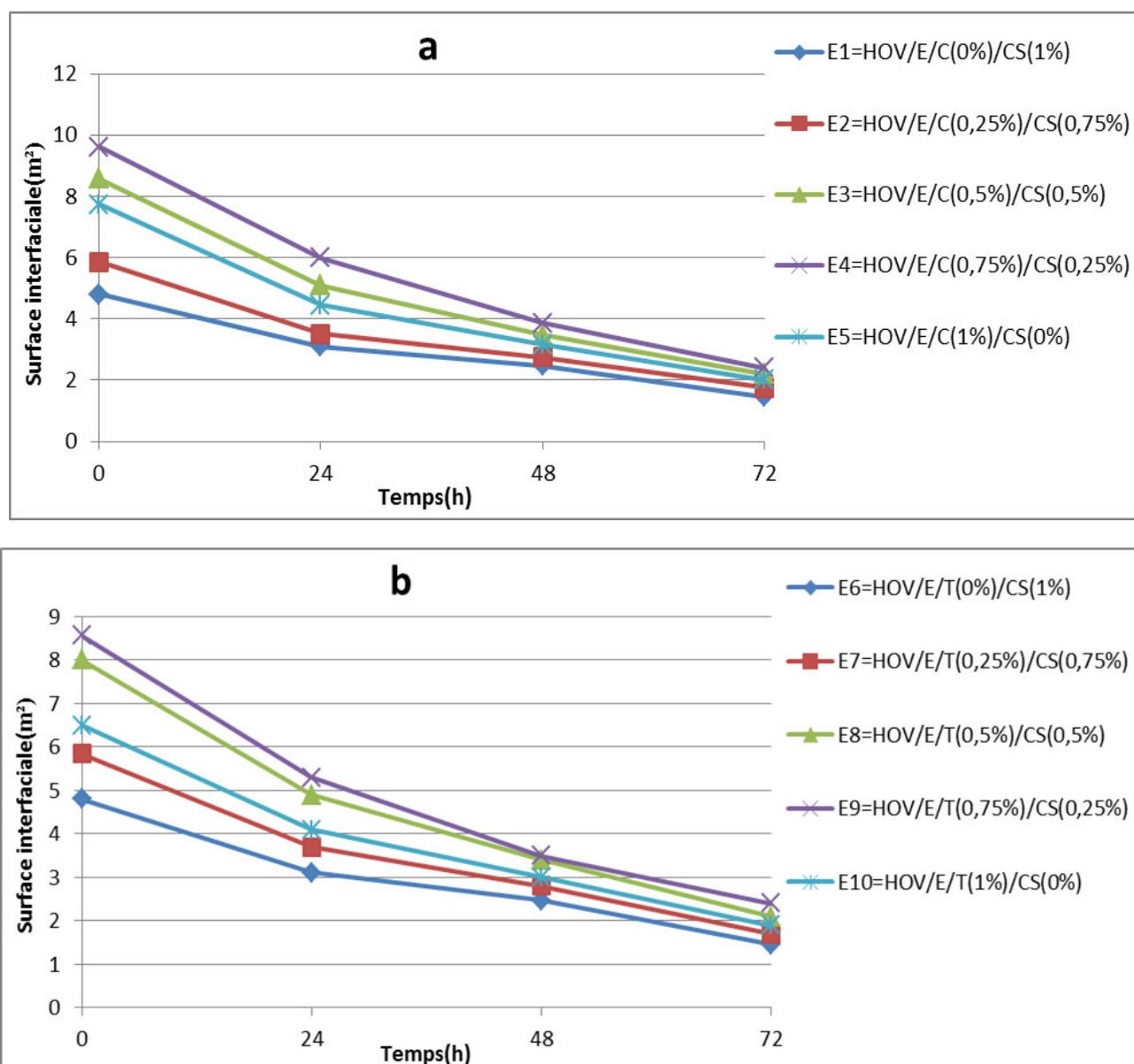


Figure 10 : Cinétique de la surface interfaciale des émulsions stockées à 25°C au cours du temps (a : Emulsions à base de la caséine ; b : Emulsions à base de la Tween 80).

Les valeurs de la surface interfaciale trouvées dans toutes les émulsions ont des allures décroissantes au cours du temps.

Pour la figure 10 a :

Les valeurs supérieures et décroissantes de la surface interfaciale sont révélées dans les émulsions :

- Emulsion (E3) avec une surface interfaciale varie entre 8.57 à 2,08 m² ;
- Emulsion (E4) avec une surface interfaciale varie entre 9.6 à 2,2 m² ;
- Emulsion (E5) avec une surface interfaciale varie entre 7.74 à 2 m².

Pour la figure 10 b :

Les valeurs supérieures et décroissantes de la surface interfaciale sont révélées dans les émulsions :

- Emulsion (E8) avec une surface interfaciale varie entre 8 à 2.1 m² ;
- Emulsion (E9) avec une surface interfaciale varie entre 8.57 à 2,2 m² ;
- Emulsion (E10) avec une surface interfaciale varie entre 6.5 à 1.9 m².

D'après la figure 10, nous avons observé que la surface interfaciale des émulsions préparées à partir de la caséine est grande par rapport à la surface des émulsions préparées à partir de Tween 80.

La surface interfaciale est inversement proportionnelle au diamètre moyen de globules gras.

Selon **Mathieu (1998)**, plus que le diamètre moyen des globules gras est inférieur, plus la surface interfaciale est grande, plus l'émulsion est bonne.

Conclusion

Conclusion

L'étude des propriétés émulsifiantes de la caséine du lait a dégagé nombreux résultats satisfaisants sur nombreux niveaux :

Pour les propriétés physiques et chimiques des phases des émulsions à savoir l'eau distillée et d'huile d'olive vierge représentées par le pH, la densité, la viscosité et l'indice d'acidité, ces derniers ont marqués des valeurs favorables pour l'émulsification.

Pour les propriétés émulsifiantes de la caséine du lait ; les émulsions confectionnées à la base 0,5 ; 0,75 ; 1% de la caséine ont enregistré des indices de stabilité par rapport à celles formées à la base de Tween 80 :

- Indice de crémage :
 - Emulsion E3 il varie du 8,57 à 5,42 % ;
 - Emulsion E4 il varie du 14,04 à 7,14 % ;
 - Emulsion E5 il varie du 6,08 à 4,29 %.
- Nombre des globules gras :
 - Emulsion E3 il varie du 264 à 99 ;
 - Emulsion E4 il varie du 271 à 68 ;
 - Emulsion E5 il varie du 249 à 55.
- Diamètre moyen des globules gras :
 - Emulsion (E3) il varie du 0,28 à 1,15 μm ;
 - Emulsion (E4) il varie du 0,25 à 1.08 μm ;
 - Emulsion (E5) il varie du 0,31 à 1,2 μm .
- Surface interfaciale des émulsions :
 - Emulsion (E3) elle varie du 8,57 à 2,08 m^2 ;
 - Emulsion (E4) elle varie du 9,6 à 2.2 m^2 ;
 - Emulsion (E5) elle varie du 7,74 à 2 m^2 .

Or la comparaison intra de la caséine du lait a révélé que la dose 0,75% a présenté de très bonnes propriétés émulsifiantes.

En conclure, la caséine du lait a manifesté par un pouvoir émulsifiant comparable à celui noté pour la Tween 80.

En perspective, nous proposons un travail complémentaire qui porte sur l'étude comparée du pouvoir émulsifiant avec d'autres agents émulsifiants(Tween 20, Tween 60, lécithine,...etc).

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- **Bencherif Y., Ben Chohra M., Bensoukehal M., 2010.** Contribution à l'innovation des produits émulsionnés à base du lactosérum et étude de leurs stabilités, mémoire d'ingénieur, Tiaret, p 70.
- **Boubezari E., 2010.** Contribution à l'évaluation des pratiques frauduleuses dans le lait à Gharb Chrarda bni hsen, Lot 230N°6 MAGHRIB ARABI, Kenitra, p64.
- **Bourgeois C-M., Le roux P., 1982.** Protéines animales: Extraits, concentrés et isolats en alimentation humaine. Tec. Doc., Lavoisier, Paris, p67, 68.
- **Bourrel M., 1988.** Micro-emulsions and Related Systems. Surfactant Science Series, Vol. 34. New York.
- **Cayot P., Lorient D., 1998.** Structure et techno fonctions des protéines du lait. Tec et Doc, Lavoisier, Paris, p205.
- **Chaussade J. L., Mestrallet G., 1995.** MEMENTO TECHNIQUE DE L'EAU. TOME 1, p 7.
- **Cheftel JC., Lorient D., 1985.** Protéines alimentaires, biochimie, Ed Tec et Doc., Lavoisier, Paris, p177.
- **Chitour C., 2004.** Physico-chimie des substances ; les interfaces liquide-liquide dans les solutions aqueuses. Office des publications universitaire. Alger, p24,178, 179.
- **Collona P., Della valle G., 2006.** Mécanique et Ingénieur des Matériaux, Mise en œuvre des matières agroalimentaire1. Tec et Doc., Lavoisier, Paris, p, 210,211.
- **Dickinson E., 1998.** Proteins' at interfaces and emulsion's, stability, reology and interaction j. chemsuc, FRADAY Trams, vol 94 university of Leeds, Lndonpp1657-1669.
- **Drapron R., 1987.** Activité de lipase de RHIZOPUS ARRHIZUS, en milieu eau glycérol et eau- glycols. Revue sciences des aliments, n°03, Paris, p411, 431.
- **Eberhard., 2005.** Plantes aromatiques. Ed. Tec et Doc, Lavoisier, Paris, p 522.
- **George A., Burdock., 1997.** Encyclopedia of food and color additives, CRC Press, p 534.

- **Guzun T., 2010.** Peroxydation des lipides émulsionnés et transfert d'ions de fer à l'interface huile/eau stabilisée par des protéines du lait : influence des résidus phosphates et de la stabilité de chélate de fer, Thèse de Doctorat, Université de Bourgogne AgroSupDijon, p 72.
- **Jeantet R., Brulé G., Croguennec T., 2008.** Fondement physico-chimiques de la technologie laitière. Tec et Doc. Lavoisier. Paris p94, 95.
- **Jeantet R., Croguennec T., Schuk P., Brulé G., 2006.** Science des aliments.V1, Stabilisation biologique et physico-chimique. Tec. Doc., Lavoisier, Paris, New York p 305.
- **Jeantet R., Croguennec T., Schuk P., Brulé G., 2007.** Science des aliments.V2, Technologie des produits alimentaire, Tec. Doc., Lavoisier, Paris, New York p12, 13, 321, 331.
- **Karleskind A., 1992.** Manuel des corps gras. Ed : Tec et Doc., Lavoisier, Paris, New York p989, 992.
- **Leonil J., Marchin S., Henry G., Jouanneau D., Putaux J. L., 2007.** La caséine K: quel rôle dans la structuration de la micelle de caséines ? Colloque SF μ -Grenoble -5-8 Juin 2007.
- **Linden., Lorient., 1994.** Biochimie agro-industrielle valorisation alimentaire de la production agricole Masson, Paris, p 30,48.
- **Luquet F. M., 1990.** Lait et Produits laitiers Vache, chèvre. 2. Les produits laitiers Transformation et technologie. Ed. Tec et Doc. Lavoisier. Paris, p395.
- **Mathieu J., 1998.** Initiation à la Physico-Chimie du Lait. Tec. Doc., 1ère Ed., Lavoisier, Paris, p220.
- **Medjahed A., Moussi F., 2012.** Effet du chauffage et ultrasons sur les propriétés émulsifiantes du lactosérum, mémoire d'ingénieur d'état en nutrition et technologie agro-alimentaire, Tiaret, p 52.
- **Multon J. L., 1992.** Additifs et Auxiliaires De Fabrication dans les industries Agro-alimentaire. Lavoisier. Paris, p 415.
- **O'neil M.J., 2006.** The Merck Index-An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals. Whitehouse Station, NJ : Merck and Co., Inc., p 1310.

- **Rebesein M., Soerensen C., 2008.** Chimie, préparation au bac et à la maturité. 2^{ème} Edition revue et augmente, p 219.
- **Regnault J., 1992.** Agression et défense des corps humain, Décarie et Vigot, québec, Paris. P449.
- **Rodier J., Coll., 2005.** L'analyse de l'eau : naturelles, résiduaires et de mer, 8^{ème} édition Dunod, Paris, p45, 46.
- **Schmidt D.G., 1982.** Association of caseins and casein micelle structure. In Developments of Dairy Chemistry-1. Proteins. Applied Science Publishers, London and New York.
- **Sean A., Hogan Brien F., Namee E., Riordan D ., Sullivan M., 2004.** Stabilization of Emulsion's by Cod Protein Extracts, J. Agric. Food Chem., p 52.
- **Solans C., Izquierdo., Nolla J., Azemar N., Garcia-Celma MJ., 2005.** Nano-émulsions. Current Opinion in Colloid and Interface Science.P 102, 110.
- **Trémolirès J., Serville V., 1980.** Manuel d'alimentation humaine. TOME 2, 8^{ème} Edition revue et augmente. Paris, p 232.
- **Veissegerer R., 1975.** Technologie du lait: constitution, Récolte, Traitement et Transformation du lait : 3^{ème} Ed. Techniques laitières. Paris p15.

Annexes

Annexe 1 : Composition de l'huile d'olive vierge biologique (Trémolirès et Serville., 1980).

Analyses nutritionnelles	Valeur pour 100ml
Valeur énergétique	3404 kJ 828 kcal
Lipides : <ul style="list-style-type: none"> ➤ acides gras saturés ➤ acides gras mono-insaturés : <ul style="list-style-type: none"> • Acide oléique ➤ acides gras polyinsaturés : <ul style="list-style-type: none"> • acide linoléique • acide α- linoléique 	92 g 11 g 66 g 64 g 15 g 12 g 3 g

Annexe 2 : Propriétés physiques et chimiques de la Tween 80 (O'neil., 2006).

Caractéristiques	Propriétés de la Tween 80.
Forme	Liquide
Couleur	Jaune
Odeur	Inodore
pH à 20°C	5-7
Viscosité cinématique à 25°C	300-500 mm ² /s
Point de fusion	Non disponible
Point d'ébullition	>100°C
Température d'inflammation	>180°C
Point d'éclair	>149°C
Limites d'explosion : Inférieure Supérieure	Non disponible Non disponible
Pression de vapeur	<1.33 hPa
Densité	1.07 g/cm ³
Solubilité à 20°C dans : eau éthanol	Soluble Soluble

Annexe 3 : Photos originaux de la caséine du lait.



Annexe 4 : Photos originaux de la Tween 80.



ملخص

تعتبر بروتينات الحليب من الجزيئات المتعددة الخصائص الفيزيائية ، الكيميائية و الوظيفية. إختصت دراستنا على إجراء مقارنة تجريبية للخصائص الاستحلابية للكازين ؛ حيث شمل عملنا التجريبي من جهة على دراسة الخصائص الفيزيائية و الكيميائية لمركبات المستحلب (الماء المقطر و زيت الزيتون البكر) و من جهة أخرى على دراسة القدرة الإستحلابية للكازين بمعايير مختلفة (0 ؛ 0,25 ؛ 0,5 ؛ 0,75 ؛ 1%) مع مقارنتها بعامل سطحي كيميائي (توين 80) أظهرت النتائج أن للماء المقطر و زيت الزيتون البكر خصائص فيزيائية و كيميائية ملائمة لعملية الاستحلاب ، و أن المستحلب المحضر ب 0,75 % من الكازين اتسم بمؤشرات جد هامة في ثباته عبر الزمن مقارنة بالمستحلبات الأخرى.

الكلمات الجوهرية : كازين، مستحلب، حليب، توين 80، زيت الزيتون البكر ، جرة.

Résumé

Les protéines laitières ont nombreuses propriétés physiques, chimiques et fonctionnelles. Notre travail a pour but de réaliser une étude comparée du pouvoir émulsifiant de la caséine du lait., il est basé d'une part sur l'étude des propriétés physiques et chimiques des composants des émulsions (l'eau distillée et l'huile d'olive vierge) et d'autre part sur l'étude du pouvoir émulsifiant de la caséine du lait prise avec doses différentes (0 ; 0,25 ; 0,5 ; 0,75 ; 1%) en les comparant avec l'agent du surface (Tween 80). Les résultats ont montré que l'eau distillée et l'huile d'olive vierge ont des propriétés physiques et chimiques favorables à l'émulsification et que l'émulsion préparée à 0,75% de la caséine s'est caractérisée par des indices très importants dans sa stabilité au cours du temps l'en comparant aux autres émulsions.

Mots clés : Caséine, émulsion, lait, Tween 80, huile d'olive vierge, dose.

Abstract

Dairy protein has many physical, chemical and functional properties. Our work aims to perform a comparative study of the emulsifying power of milk casein. It is based on the one hand on the study of the physical and chemical properties of the emulsion components (distilled water and olive oil viarge) and on the other hand on the study of the emulsifying power of milk casein taken at different doses (0 ; 0,25 ; 0,5 ; 0,75 ; 1%) by composing them with surfactant (Tween 80). The results showed that distilled water and virgin olive oil have physical and chemical properties favorable to emulsification and that the emulsion prepared at 0,75% of casein was characterized by indisposable indices at its stability over time in comparaison with other emulsions.

Key words : Casein, emulsion, milk, Tween 80, Virgin olive oil, dose.