

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

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 Nutrition et Technologie Agroalimentaire



Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de Master académique

Domaine : "Sciences de la Nature et de la Vie"

Filière : "Sciences alimentaires"

Spécialité : "Agro-alimentaire et contrôle de qualité "

Thème

Effet du traitement thermique sur le rendement fromager du lait

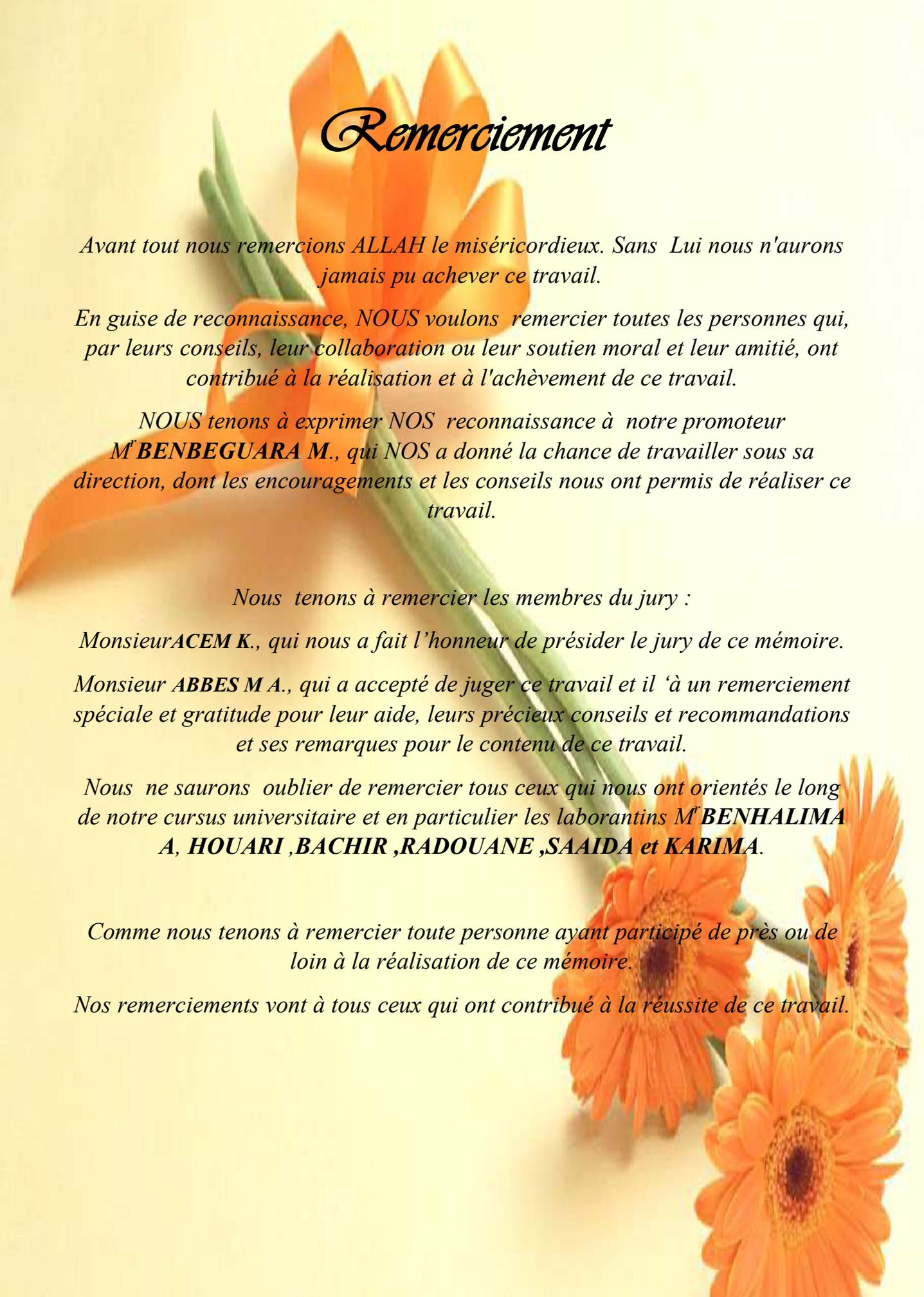
Présenté et soutenu publiquement le 03-07-2019 par :

- M^{me} LAKEHAL Zahira

JURY:

- **President: M^rACEM K.** MCA
- **Promoteur: M^rBENBAGUARA M.** MAA
- **Examineur : M^r ABBES M A.** MCA

Année universitaire : 2018 -2019



Remerciement

Avant tout nous remercions ALLAH le miséricordieux. Sans Lui nous n'aurons jamais pu achever ce travail.

En guise de reconnaissance, NOUS voulons remercier toutes les personnes qui, par leurs conseils, leur collaboration ou leur soutien moral et leur amitié, ont contribué à la réalisation et à l'achèvement de ce travail.

*NOUS tenons à exprimer NOS reconnaissance à notre promoteur **M^r BENBEGUARA M.**, qui NOS a donné la chance de travailler sous sa direction, dont les encouragements et les conseils nous ont permis de réaliser ce travail.*

Nous tenons à remercier les membres du jury :

*Monsieur **ACEM K.**, qui nous a fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire.*

*Monsieur **ABBES M A.**, qui a accepté de juger ce travail et il 'à un remerciement spéciale et gratitude pour leur aide, leurs précieux conseils et recommandations et ses remarques pour le contenu de ce travail.*

*Nous ne saurons oublier de remercier tous ceux qui nous ont orientés le long de notre cursus universitaire et en particulier les laborantins **M^r BENHALIMA A, HOUARI ,BACHIR ,RADOUANE ,SAAIDA et KARIMA.***

Comme nous tenons à remercier toute personne ayant participé de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.

Nos remerciements vont à tous ceux qui ont contribué à la réussite de ce travail.



Dédicace

J'ai le grand honneur de dédier ce modeste travail :

A celui qui a été toujours Mon support dans cette vie, celui qui me donne le courage éclatant pour continuer à chaque fois que j'ai l'impression de reculer...

***Papa** que DIEU vous protège*

*A celle qui était et qui restera mon soutien dans cette vie, à celle qui m'a renseigné comment aimer DIEU ; comment fait apparaître le succès et la prospérité du sein du mal et des problèmes... à vous **maman**, que DIEU vous protège et vous donne la pleine santé et le plein bonheur du monde, de joie et*

D'attestations.

*A Mon mari **Abdelkarim** qui sacrifié pour moi et qui mérite toute ma reconnaissance.*

*A Mon très chers frères **M'hamed ,Nouredine,Zakaria** et Mes très chères sœurs **Fatiha,Linda**, je vous réserve toujours une place dans mon coeur et mes pensées.*

*A Mes enfants **Abdelhakim** et **Ishak***

*A mon amie **Nacera** et tous mes Amis sans exception.*

Zahira

Liste des abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation

BSA:Bovin SerumAlbumin

C:Concentration

C₀:Concentration initiale

D : Densité

°D : Degré dornic

DO : Densité Optique

EST : Extrait Sec Totale

FAO:Food and Agricultural Organization

GIPLAIT : Groupe Industriel des Productions Laitières

L:Litre

NaOH : Hydroxyde de sodium

nm : nanomètre

pH:potentiel d'hydrogène

Rf : Rendement fromager

Sec:seconde

U.N.C : Unité d'Activité Coagulante

Liste des tableaux

| Numéro | Titre | Page |
|-----------|--|-----------|
| 01 | Composition moyenne du lait entier. | 03 |
| 02 | Dénaturation des protéines soluble du lait par divers traitements thermiques industriels | 05 |
| 03 | La teneur des différents constituants de fromage frais | 07 |
| 04 | Produits chimiques et réactif utilisés durant l'expérimentation. | 10 |
| 05 | Matériel utilisés durant l'expérimentation. | 10 |
| 06 | Préparation de la courbe d'étalonnage des protéines | 16 |
| 07 | Les valeurs du pH et l'acidité du lait de vache cru. | 22 |
| 08 | Les valeurs du pH et l'acidité du fromage et de lactosérum. | 22 |
| 09 | La valeur de la densité du lait de vache cru. | 23 |
| 10 | Les résultats d'extrait sec total du lait de vache cru exprimés en (g /l) | 24 |
| 11 | Caractérisation des enzymes utilisés | 25 |
| 12 | Les résultats du rendement fromager des trois types de fromage | 29 |
| 13 | Évaluation sensorielle des différents types de fromages (test de dégustation) | 30 |
| 14 | Cinétique de coagulation du lait pasteurisé à 63°C /30 min | Annexe 03 |
| 15 | Cinétique de coagulation du lait pasteurisé à 72°C / 30sec | Annexe 03 |
| 16 | Cinétique de coagulation du lait pasteurisé à 92°C / 2 sec | Annexe 03 |
| 17 | Fiche de dégustation | Annexe 05 |

Liste des figures

| Numéro | Titre | Page |
|---------------|---|-------------|
| 01 | Protocole expérimental globale. | 11 |
| 02 | Diagramme de fabrication de fromage frais | 17 |
| 03 | Variation de la concentration des protéines de filtrat en fonction de temps à différentes températures. | 26 |
| 04 | La variation du pH de filtrat en fonction de temps à différentes températures. | 27 |
| 05 | La variation de l'acidité de filtrat en fonction de temps à différentes températures. | 28 |
| 06 | Courbe d'étalonnage du dosage des protéines. | Annexe 01 |

Liste des photos

| Numéro | Titre | page |
|---------------|--------------------------------------|-------------|
| 01 | Emprésurage du lait. | Annexe 04 |
| 02 | Etude de la cinétique de coagulation | Annexe 04 |
| 03 | Mesure de pH | Annexe 04 |
| 04 | Mesure de l'acidité | Annexe 04 |
| 05 | Dosage des protéines | Annexe 04 |
| 06 | Fromage frais | Annexe 04 |
| 07 | Test de dégustation | Annexe 05 |

| | |
|------------------------|------|
| Liste des abréviations | i |
| Liste des figures | ii |
| Liste des tableaux | iii |
| Liste des photos | iiii |

Sommaire

| | |
|-------------------|----|
| Introduction..... | 01 |
|-------------------|----|

Partie I : synthèse bibliographique

| | |
|--|----|
| 1. lait..... | 02 |
| 1.1. Définitions du lait..... | 02 |
| 1.2. La composition du lait..... | 02 |
| 1.3. Effet de traitement thermique sur la qualité du lait..... | 03 |
| 1.3.1. La pasteurisation..... | 03 |
| 1.3.1.1. définition..... | 03 |
| 1.3.1.2. Les procédés de la pasteurisation..... | 04 |
| 1.3.2. Procédé UHT..... | 04 |
| 1.3.2.1. Définition..... | 04 |
| 1.3.3. La stérilisation..... | 05 |
| 1.3.3.1. Définition..... | 05 |
| 4. Le fromage..... | 06 |
| 4.1. Définition..... | 06 |
| 4.2. Composition du fromage..... | 06 |
| 4.3. Rendement fromage..... | 08 |

Partie II : étude expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthodes

| | |
|--|----|
| I.1.l'objectifs de l'étude..... | 09 |
| I.2.lieu et durée de travail..... | 09 |
| I.3.Produits et matériel utilisés..... | 09 |
| I.3.1.Produits utilisé..... | 09 |
| I.3.1.1.La matière première..... | 09 |

| | |
|--|----|
| I.3.1.2. Produits chimiques..... | 09 |
| I.3.2. Matériel..... | 10 |
| I.4. Méthodes..... | 11 |
| I.4.1. Protocole expérimental..... | 11 |
| I.4.1. Préparation du lait..... | 12 |
| I.4.2. Analyses physico-chimiques et biochimiques du lait..... | 12 |
| I. 4.2.1. pH..... | 12 |
| I.4.2. 2. L'acidité..... | 12 |
| I.4.2.3.Extrait sec totale..... | 13 |
| I.4.2.4. Densité..... | 14 |
| I.4.3. Analyses Biochimiques | 14 |
| I.4.3.1. Test à l'alcool..... | 14 |
| I.4.3.2. Test de peroxydase (réaction de Dupouy)..... | 14 |
| I.4.3.3. Dosage des protéines..... | 15 |
| I.4.4. Traitement du lait..... | 16 |
| I.4.5. Refroidissement du lait | 16 |
| I.4.6. Fabrication de fromage..... | 16 |
| I.4.6.1. Emprésurage..... | 18 |
| I.4.6.2. Coagulation..... | 18 |
| I.4.6.3. Égouttage | 18 |
| I.4.6.4. Tranchage..... | 18 |
| I.4.6.5. Salage..... | 18 |
| I.4.6.6. Moulage et démoulage..... | 18 |
| I.4.6.7. Conservation..... | 19 |
| I.5. Caractéristique de l'enzyme..... | 19 |
| I.5.1. Temps de floculation | 19 |
| I.5.2. Activité coagulante..... | 19 |
| I.5.3. Force coagulante..... | 19 |
| I.5.4. Temps de prise..... | 20 |
| I.6. Caractérisation du produit fini..... | 20 |

| | |
|---|----|
| I.6.1. Rendement fromager..... | 20 |
| I.6.2. Analyses organoleptiques du fromage préparé..... | 21 |

Chapitre II : résultats et discussion

| | |
|--|----|
| II.1. Caractéristiques physicochimiques des échantillons..... | 22 |
| II.1.1. pH et acidité..... | 22 |
| II.1.3. Densité..... | 23 |
| II.1.4. L'extrait sec total (E. S. T)..... | 24 |
| II.2. Les caractéristiques biochimiques..... | 24 |
| II.2.1. Test d'alcool..... | 24 |
| II.2.2. Test de peroxydase..... | 24 |
| II.3. Caractérisation de l'enzymes utilisée..... | 25 |
| II.3.1. Temps de floculation..... | 25 |
| II.3.2. Temps de prise..... | 25 |
| II.3.3. Activité coagulante..... | 25 |
| II.3.4. Force de coagulation..... | 26 |
| II.4. Cinétique de coagulation du lait | 26 |
| II.4.1. Variation de la concentration des protéines de filtrat en fonction de temps..... | 26 |
| II.4.2. Variation du pH et l'acidité en fonction de temps..... | 27 |
| II.5.2. Rendement fromager..... | 28 |
| II.5. Test sensoriel..... | 29 |

Conclusion

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Introduction

Introduction

Plus que tout autre aliment, le lait est une nourriture spécifiquement adaptée à chaque espèce animale.

C'est un aliment liquide complet, très nourrissant, réunissant à lui seul tous les composants nécessaires à l'alimentation humaine.

Le lait cru est rare dans de nombreux pays où la production laitière est insuffisante. La technique de reconstitution représente ainsi une solution pour offrir un produit proche du lait frais **(Moller, 2000)**.

Le lait est un aliment dont la durée de vie est très limitée. En effet, son pH, voisin de la neutralité, le rend très facilement altérable par les micro-organismes et les enzymes. Sa richesse et sa fragilité en font un milieu idéal, où de nombreux micro-organismes comme les moisissures, les levures et les bactéries se reproduisent très vite. Ses vitamines et ses matières grasses peuvent se transformer sous l'influence de la lumière, de l'oxygène, et de la température. **(Luquet, 1985)**

Le lait doit donc impérativement être conservé et protégé des détériorations naturelles. Pour cela, différentes techniques sont possibles, telle que la pasteurisation et avoir une forme idéale de conditionnement aseptique. **(Moller, 2000)**

Le lait pasteurisé conditionné est le produit le plus consommé du fait que le produit fini conserve toutes les propriétés nutritionnelles du lait cru.

Le fromage fut à son origine, un mode de conservation du lait ou du moins des éléments susceptibles d'être conservés, au prix de fermentations que l'Homme a appris à diriger **(Eck et Gillis, 2006)**. Le fromage constitue un élément important dans l'alimentation humaine. Ses taux élevés en lactose, lipides et en protéines en font de lui un aliment nutritif, riche en énergie **(Walther et al., 2008)**.

Notre étude consiste à étudier l'effet de traitement thermique de lait sur le rendement fromagère

Partie I

Synthèse bibliographique

1.lait

1.1. Définitions

Le lait était défini en 1908 au cours du congrès international de la répression des fraudes à Genève comme étant « Le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Le lait doit être recueilli proprement et ne doit pas contenir du colostrum » (**Pougheon etGoursaud, 2001**).

Selon **Aboutyeb (2009)**, le lait est un liquide blanc, opaque, de saveur légèrement sucrée, constituant un aliment complet et équilibré, sécrété par les glandes mammaires de la femme et par celles des mammifères femelles pour la nutrition des jeunes.

Le lait cru est un lait qui n'a subi aucun traitement de conservation sauf la réfrigération à la ferme. La date limite de vente correspond au lendemain du jour de la traite. Le lait cru doit être porté à l'ébullition avant consommation (car il contient des germes pathogènes). Il doit être conservé au réfrigérateur et consommé dans les 24h (**Fredot, 2006**).

Jeantetet al. (2008) rapportent que le lait doit être en outre collecté dans de bonnes conditions hygiéniques et présenter toutes les garanties sanitaires. Il peut être commercialisé en l'état mais le plus souvent après avoir subi des traitements de standardisation lipidique et d'épuration microbienne pour limiter les risques hygiéniques et assurer une plus longue conservation.

1.2. Composition du lait

Le lait est une source importante de protéines, de calcium, il est riche en acides aminés essentiels, caractérisé par une forte proportion d'acides gras à chaîne courte (**Favier, 1985;Franworth et Mainville, 2010**).

La composition moyenne du lait entier est donnée dans le tableau 1.

Tableau 01: Composition moyenne du lait cru(Fredot, 2006).

| Composants | Teneurs (g/100g) |
|-----------------------|-------------------------|
| Eau | 89.5 |
| Dérivés azotés | 3.44 |
| Protéines | 3.27 |
| Caséine | 2.71 |
| Protéines solubles | 0.56 |
| Azote non protéique | 0.17 |
| Matières grasses | 3.5 |
| Lipides neutres | 3.4 |
| Lipides complexes | <0.05 |
| Composés liposolubles | <0.05 |
| Glucides | 4.8 |
| Lactose | 4.7 |
| Gaz dissous | 5% du volume du lait |
| Extrait sec total | 12.8 g |

1.3. Effet du traitement thermique sur la qualité du lait

1.3.1. La pasteurisation

1.3.1.1. Définition

Plusieurs définitions ont été données à cet effet par divers auteurs qui s'accordent tous à mettre l'accent sur l'assainissement correct du lait par la chaleur tout en se souciant de préserver la haute valeur nutritive du lait. Pasteuriser le lait, c'est détruire en lui, par l'emploi convenable de la chaleur, la presque totalité de la flore banale, la totalité de la flore

pathogène, tout en s'efforçant de ne toucher qu'au minimum à sa structure physique, à ses équilibres chimiques et à ses éléments biochimiques. (OuidMustapha A *et al.*, 2012). En autres termes d'assurer sa salubrité et de prolonger sa durée de vie (Meunier-Goddiket Sandra.,2002).

1.3.1.2. Les procédés de la pasteurisation

La pasteurisation est un procédé consistant à chauffer du lait cru pendant quelques minutes ou secondes à une température la plus basse possible, entre 63 et 95° C, puis à le refroidir à 4°C de manière à détruire les germes nocifs qui pourraient être présents dans le lait, et réduire le nombre de microorganismes nullement dangereux pour la santé. (OuidMustapha A *et al.*, 2012). Pour que le lait soit pasteurisé, il doit être soumis :

A- Pasteurisation basse (62-65°C/30min) ou LTLT (Lowtemperature long time)

C'est une méthode lente et discontinue, mais qui présente l'avantage de ne pas modifier les propriétés du lait. (Jeantetet *al.*, 2008)

B- Pasteurisation haute (71-72°C/15-40s) ou HTST (High température short time)

Elle est réservée au lait de bonne qualité hygiénique. Au plan organoleptique et nutritionnel, la pasteurisation haute n'a que peu d'effets. Au niveau biochimique, la phosphatase alcaline est détruite ; par contre la peroxydase reste active et les taux de dénaturation des protéines sériques et des vitamines sont faibles. La DLC des laits ayant subi une pasteurisation haute et de sept jours après conditionnement. (Jeantetet *al.*, 2008)

C-Flash pasteurisation(85-90°C/1-2s)

Elle est pratiquée sur les laits crus de qualité moyenne ; la phosphatase et la peroxydase sont détruites. (Jeantetet *al.*, 2008)

1.3.2. Procédé UHT

1.3.2.1. Définition

Le traitement UHT du lait et des produits laitiers c'est l'application continue de la chaleur qui se déroule à des températures élevées entre 135-150° C durant un bref moment qui rend le produit commercialement stérile, lorsqu'il est combiné à un conditionnement aseptique (Siddappaet *al.*.,2012).Les bactéries aussi bien que les spores sont détruites, et un certain nombre d'enzymes sont inactivés, ce qui fait que le lait emballé se conserve plus

longtemps (3mois au minimum).Une fois l'emballage ouvert, le lait ne se conserve toutefois que quelques jours au réfrigérateur (**Vandercammen ,2011**).

1.3.3. La stérilisation

1.3.3.1. Définition

La dénomination « lait stérilisé » est réservée au lait préalablement conditionné dans un emballage hermétique, puis chauffé pendant 15 à 20 minutes à une température de 115-120°C afin de détruire tous les germes susceptibles de s'y développer. Le lait est ensuite rapidement refroidi. Il se conserve à température ambiante, tant que l'emballage n'a pas été ouvert (**Merigaud et al., 2009**).

Tableau 02 : Dénaturation des protéines soluble du lait par divers traitements thermiques industriels (**Veisseyre, 1975**).

| Condition de chauffage | Procédés | Importance de la dénaturation (% des protéines soluble dénaturant) |
|-------------------------------|-------------------------------|---|
| 63° C -30mn | Pasteurisation basse | Négligeable |
| 72°C -15 à20 sec | Pasteurisation HTST | Négligeable |
| 80°C 1 mn | _____ | 20% |
| 145°C-1à 2 sec | Chauffage UHT | 60% |
| 80° C -30mn | _____ | 90% |
| 90° C -5 mn | _____ | 100% |
| 115°C -15 mn | Stérilisation par autoclavage | 100% |

2.Fromage

2.1. Définition

Selon **CodexAlimentarius (2004)**, le fromage est le produit frais ou affiné, de consistance solide ou semi Solide, dans lequel le rapport protéines de sérum/caséine ne dépasse par celui du lait et qui est obtenu par :

-Coagulation complète ou partielle des matières premières suivantes ; du lait, du lait écrémé, du Lait partiellement écrémé, de la crème, de la crème de lactosérum ou du babeurre, seule ou en combinaison, grâce à l'action de la présure ou d'autres agent coagulants appropriés et par l'égouttage partiel du lactosérum résultant de cette coagulation.

-L'emploi des techniques de fabrication entraînant la coagulation du lait et/ou de matière provenant du lait, de façon à obtenir un produit fini ayant des caractéristiques physiques, chimiques et organoleptiques similaires à celles du produit défini (**Eck,1997**).

2.2. Composition du fromage

Le fromage est très riche de par sa composition, en protéines, eau, peptides bioactifs, acides aminés, lipides, acides gras, vitamines et en minéraux (**Walther et al., 2008**).

Le tableau 05 illustre la composition moyenne des différents types de fromages.

Tableau 03 : La teneur des différents constituants de fromage frais d'après (Walther *et al.*, 2008).

| Composants | Teneur par 100g |
|---------------------|-----------------|
| Eau | 52.3g |
| Protéines | 16.8 g |
| Glucides | 2.8 g |
| Lipides | 22.8 g |
| AGS | 13.5 g |
| AGMI | 6.9 g |
| AGPI | 0.62 g |
| Cholestérol | 70 mg |
| Sodium | 1139 mg |
| Potassium | 149 mg |
| Magnésium | 20 mg |
| Phosphore | 754 mg |
| Calcium | 492 mg |
| Fer | 0.8 mg |
| Rétinol | 226 µg |
| β-Carotène | 120 µg |
| vitamine D | 0.14 µg |
| Vitamine E | 0.5 mg |
| Thiamine | 0.08 mg |
| Riboflavine | 0.6 mg |
| Niacine | 0.15 mg |
| Vitamine B6 | 0.07 mg |
| Vitamine B12 52.3 g | 0.08 µg |

AGS : Acide Gras Saturé.

AGMI : Acide Gras Monoinsaturé.

AGPI : Acide Gras Polyinsaturé.

2.3. Rendement fromager

Le rendement fromager est influencé par la composition du lait en particulier sa teneur en lipides et en caséines, la composition finale du fromage, les pertes de lipides, de protéines et de fines dans le lactosérum et la technique de fabrication fromagère. Un facteur très important des rendements fromagers est l'humidité du fromage. Une augmentation de 1 % de l'humidité d'un fromage contenant 37 % d'humidité augmentera le rendement de 1,87 % de l'humidité des fromages **Ramet (1978)**.

Les principales raisons de tels pré-traitements du lait de fabrication fromagère sont :

1. De contrôler la microbiologie du lait cru et du fromage résultant, mieux que ce qui est possible par pasteurisation (par exemple inactivation ou retrait des spores, contrôle des bactéries lactiques non levain).
2. D'accroître le rendement en fromage, par exemple en induisant l'incorporation de protéines de lactosérum par traitement thermique ou haute pression, ou d'améliorer les propriétés sensorielles du fromage allégé en matière grasse par l'addition directe de protéines de lactosérum microparticulées.
3. D'orienter l'affinage du fromage, par exemple en réduisant la probabilité de développement de défauts de flaveur par inactivation d'enzymes ou en accélérant l'affinage en accroissant les interactions enzyme-substrat
4. D'améliorer la texture et les autres propriétés fonctionnelles, par exemple la fonte.

Partie II

Etude expérimentale

Chapitre I :
Matériel et méthodes

I. Matériel et méthodes

I.1. Objectifs de l'étude

L'objectif de notre travail est de voir l'effet de traitement thermique sur le rendement fromager du lait et l'appréciation sensorielle du fromage obtenu.

I.2. lieu et durée de travail

Les travaux qui font l'objet de ce présent mémoire ont été réalisés dans les laboratoires de sciences alimentaires et de biochimie de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et le laboratoire d'hygiène et pathologie animale EX ITMA, de l'université Ibn Khaldoun de Tiaret.

L'étude s'est étalée sur une période de 14-01-2019 à 28-03-2019.

I.3. Produits et matériel utilisés

I.3.1. Produits utilisés

I.3.1.1. La matière première

- **Lait de vache cru**

La collecte du lait de vache a été réalisée au niveau de l'unité GIPLAIT de Wilaya de Tiaret.

- **Présure industrielle**

C'est une chymosine en poudre de couleur blanche obtenue par fermentation et de la nomination CHY-MAX Powder, elle est constituée de 100% chymosine plus des conservateurs : chlorure de sodium et benzoate de sodium. Son activité coagulante est de 1300 en minimum garantie pendant la date limite d'utilisation optimale (DLUO). Elle est d'origine de Danemark.

- **BSA** : Bovine sérum albumin nous avons utilisé comme protéine de référence.

I.3.1.2. Produits chimiques

Le tableau 04 résume les produits chimiques utilisés dans notre l'expérimentation

Tableau 04 : Produits chimiques et réactif utilisés durant l'expérimentation.

| Produits chimiques | Réactif |
|--|--|
| Hydroxyde de SoudeiumNaOH (0.1N) | Phénolphtaléine, C ₂₀ H ₁₄ O ₄ (5%) |
| Sulfate de cuivre (CuSO ₄) | Gaiacol |
| Tartrate de Na et K | FolinCéocalteu |
| Carbonate de Sodium (Na ₂ CO ₃) | |
| Carbonate de Sodium (Na ₂ CO ₃) | |
| Ethanol Absolue | |
| Eau Oxygénée | |

I.3.2. Matériel

Le matériel utilisés dans notre travail est résumé dans le tableau 05.

Tableau 05 : Matériel utilisés durant l'expérimentation.

| Verreries | Appareillage | Autres |
|--|---|---|
| -Béchers (10 ml, 100 ml, 400 ml, 1000 ml) - Burette de mohr à robinet -Pycnomètre - Entonnoir -Eprouvettes graduées (10 ml, 100 ml) -Fioles Jaugées (500ml) - Pipettes graduées (10ml) - Micropipette -Tubes à essais -Cuve de spectrophotomètre -Verre à montre | -Agitateur magnétique (KIKA Labortechnik) -Autoclave -Bain marie (Memmert) -pH-mètre (HANNA-INSTRUMENT). -balance (SILVERCREST). -Centrifugeuse (SIGMA laborzentrifugen). -Etuve (Memmert) T max=300°C. -Plaque chauffante (KIKA Labortechnik) T max=300°C. -Réfrigérateur (Philips). -Spectrophotomètre (SIGMADZU). -Thermomètre (Sensor). - Dessiccateur | -Passoirs. -Capsules -Papier absorbant. -Papier aluminium. -Papier filtre. -Pince. -Spatule. -des moules. -voile. |

I.4. Méthodes

I.4.1. Protocole expérimental

Le protocole expérimental de notre travail est résumé dans la figure 01.

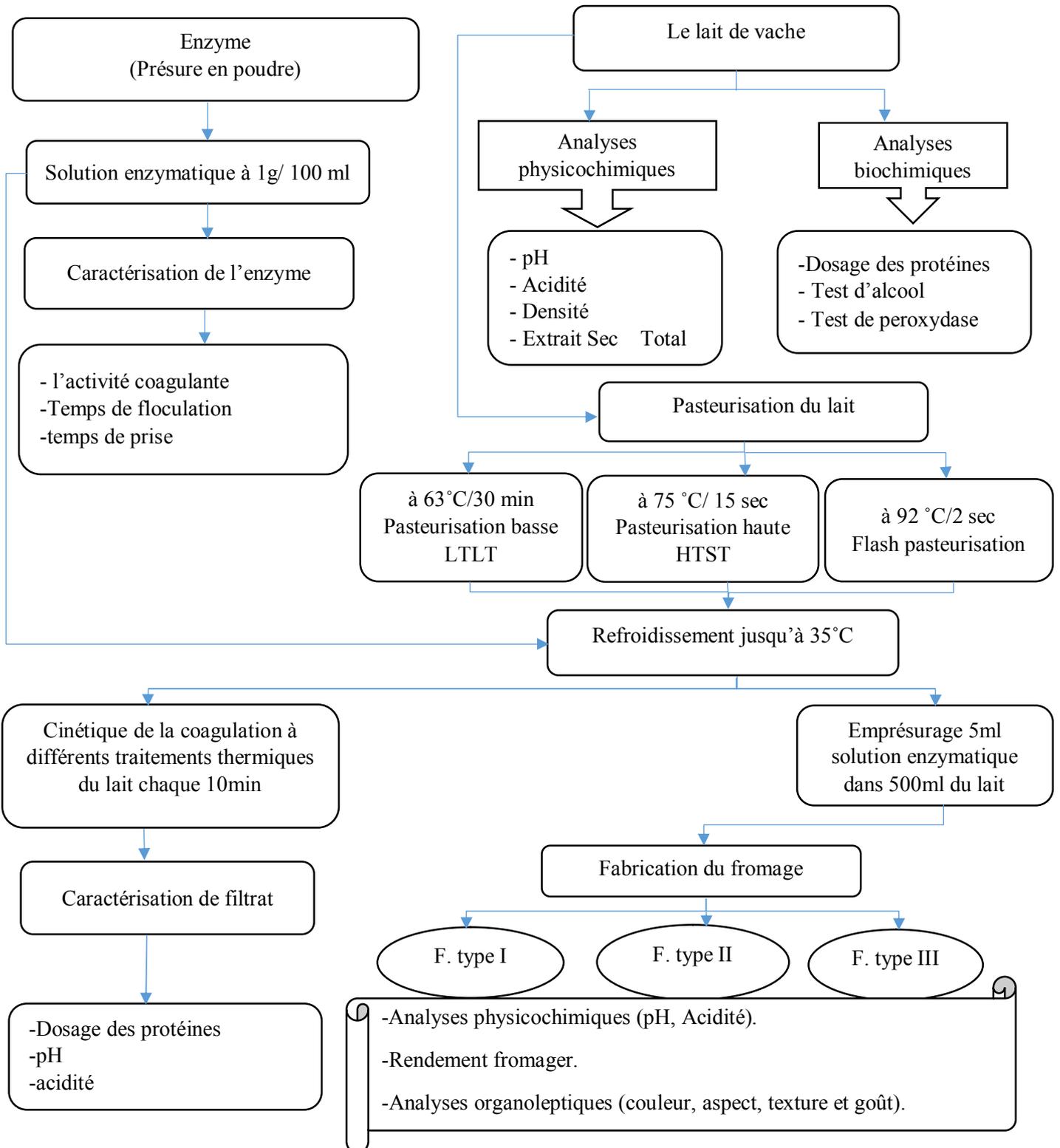


Figure 01:protocole expérimental globale.

I.4.1. Préparation du lait

Dans notre étude la matière première utilisée pour la fabrication du fromage est le lait de vache cru.

Pour déterminer les caractéristiques du lait et de fromage, différentes analyses physico-chimiques et biochimiques ont été effectuées :

I.4.2. Analyses physico-chimiques et biochimiques du lait

Les analyses physicochimiques et biochimiques sont effectuées sur le lait de vache et le fromage.

I. 4.2.1. pH

Le pH par définition est la mesure de l'activité des ions H⁺ contenus dans une solution. La mesure du pH, renseigne sur l'acidité du lait. Ce dernier est considéré frais si son pH est compris entre [6,4 à 6,8] (**Afnor, 1985**).

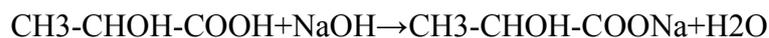
Mode opératoire

- étalonner le pH mètre avec deux solutions tampons de pH=4 et pH=7;
- rincer l'électrode avec l'eau distillée;
- plonger l'électrode dans un bécher contenant (le lait ou latosérum) à analyser et lire la valeur de pH stabilisée qui est affichée directement sur le pH metre.

Et pour le fromage (étant 4g de fromage dilué dans 40 ml d'eau distillée).

I.4.2. 2. L'acidité

Elle est basée sur le titrage de l'acide lactique par la soude ((NaOH) 1/9N) en présence de la phénolphtaléine (1%), comme indicateur coloré, qui indique la limite de la neutralisation par changement de couleur (rose pale).



Cette acidité est exprimée en degré Dornic (°D) où: 1 ° D représente 0,1 g d'acide lactique dans un litre de lait (**Mathieu, 1998**).

Mode opératoire

- 10 ml de l'échantillon (lait ou lactosérum) sont préparés dans un bêcher de 100 ml;
- Ajouter à la solution 0,3 ml de la solution de phénolphthaléine à 1%;
- Titrer avec la soude (NaOH N/9) jusqu'au virage de couleur vers le rose de la solution qui doit persister pendant une dizaine de seconds.

Et pour le fromage préparé (soit 4g de fromage dilué dans 40ml d'eau distillée),

Expression des résultats

- L'acidité est exprimée en degré Dornic (°D) et donnée par la formule suivante:

$$A=V.10$$

V: volume en ml de solution d'hydroxyde de sodium (soude Dornic).

4.2.3. Extrait sec totale

On entend par «matière sèche» du lait le produit résultant de la dessiccation du lait dans les conditions décrites par la norme (Afnor, 1985).

Mode opératoire

- Dans la capsule séchée et tarée, introduire à l'aide de la pipette 3g de lait;
- Introduire dans l'étuve réglée à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ et l'y laisser 3 heures;
- Mettre ensuite la capsule dans le dessiccateur et laisser refroidir jusqu'à la température ambiante;
- On pèse en suite à l'aide d'une balance analytique le résidu.

Expression des résultats

La matière sèche est exprimée en pourcentage comme suit:

$$\text{EST}=[(M1-M0) / (M2-M0)].$$

M0: est la masse en grammes de la capsule vide.

M1: est la masse en grammes de la capsule et du résidu après dessiccation et refroidissement.

M2: est la masse en grammes de la capsule et de l'échantillon avant dessiccation.

I.4.2.4. Densité

La densité du lait, est le rapport des masses d'un même volume de lait et d'eau à 20° C (Mathieu ,1998).

Mode opératoire

- Peser le pycnomètre vide (P_0) ;
- Peser le pycnomètre rempli d'eau distillée (P_1) ;
- Peser le pycnomètre avec l'échantillon (P_2).

Expression des résultats

La densité est déterminée selon la formule suivante à une température de 20° C.

$$D = \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0}$$

I.4.3. Analyses Biochimiques

I.4.3.1. Test à l'alcool

C'est un test qui permet de déterminer l'aptitude du lait à la pasteurisation. Dans un tube à essai, sont mélangés en quantité égale (5ml) du lait et de l'alcool éthylique à 68°. La réaction est immédiate. Ce test est réalisé sur place. Le résultat est positif s'il y a floculation.

Dans ce cas le lait est donc instable à la chaleur. Il est négatif s'il y a absence de floculation : ce lait est stable (Douiket *al.*,2003).

I.4.3.2. Test de peroxydase (réaction de Dupouy)

Les bactéries aérobies possèdent une peroxydase qui catalyse la réaction :



Cette enzyme présente dans le lait cru est inactivée à 80°C (un chauffage de quelques secondes suffit). Un chauffage de 30 minutes à 72°C la détruit également. Elle a la propriété de décomposer l'eau oxygénée. L'oxygène libéré peut être mis en évidence par l'oxydation d'une substance donatrice d'hydrogène comme le gaïacol

Cette oxydation se traduira par une coloration rose (**Joseph ,1998**).

Principe

On ajoute à 2 ml de lait entubés à essais, 2 ml de solution aqueuse de gaïacol à 2% et 1 goutte d'eau oxygénée. Après agitation, le tube est gardé dans la main. La pasteurisation est correcte lorsqu'il n'y a pas de changement de coloration après 1 minute. (**Joseph ,1998**).

I.4.3.3. Dosage des protéines

La méthode de dosage des protéines est définie selon **Lowry et al (1951)**.

a. Principe

L'addition successive à une solution protéique diluée d'un sel de cuivre en milieu alcalin puis du réactif de Folin-Ciocalteu donne une coloration bleue foncée. Celle-ci résulte de la réaction du cuivre sur les liaisons peptidiques et la réduction de l'acide phospho-tungsto-molybdique par la tyrosine, le tryptophane et la cystéine (**Delobette et al., 1991**).

b. Mode opératoire

-1 ml d'échantillon contenant au maximum 100 mg de protéines et au minimum 25mg ;

- Ajouter 5ml de solution C (annexe 01), mélanger ;

- Laisser au repos 10 minutes à T° ambiante ;

- Ajouter 0,5ml de réactif de folin Ciocalteu ;

- Laisser 30 minutes à l'obscurité et lire la D.O à 750 nm au spectrophotomètre U.V contre un blanc.

Gamme étalon : on utilise BSA pour la courbe d'étalonnage $DO = f(c)$

Tableau 06 : Préparation de la courbe d'étalonnage des protéines

| | | | | | | | |
|---|------|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| Concentration de BSA ($\mu\text{g/ml}$) | 0 | 10 | 20 | 40 | 60 | 80 | 100 |
| Solution mère de BSA (μl) | 0 | 100 | 200 | 400 | 600 | 800 | 1000 |
| Eau distillée (μl) | 1000 | 900 | 800 | 600 | 400 | 200 | 0 |

Pour le calcul de la teneur en protéines de l'échantillon, on utilise la courbe d'étalonnage établie $DO = f(c)$ voir (annexe 01)

I.4.4. Traitement du lait

Le lait est un produit très périssable et doit donc subir de nombreux traitements dans le but de prolonger sa durée de conservation et d'éliminer tout risque pour la santé du consommateur. Nous avons utilisé trois température différente de pasteurisation, En utilise le bain mari.

- Pasteurisation base ($62-65^{\circ}\text{C}/30\text{min}$) ou LTLT (low temperature long time)
- Pasteurisation haute ($71-72^{\circ}\text{C}/15-40\text{s}$) ou HTST (High temperature short time)
- Flash pasteurisation ($85-92^{\circ}\text{C}/1-2\text{s}$)(**Jeantet *et al.*, 2008**)

I.4.5. Refroidissement du lait

Le refroidissement correct du lait ($30^{\circ}\text{C}-35^{\circ}\text{C}$) est une condition primordiale pour assurer l'activité de l'enzyme(**Bengana,2001**).

I.4.6. Fabrication de fromage

La préparation de fromage frais se fait selon le protocole suivant donne par **Jeantet *et al* (2007)** :

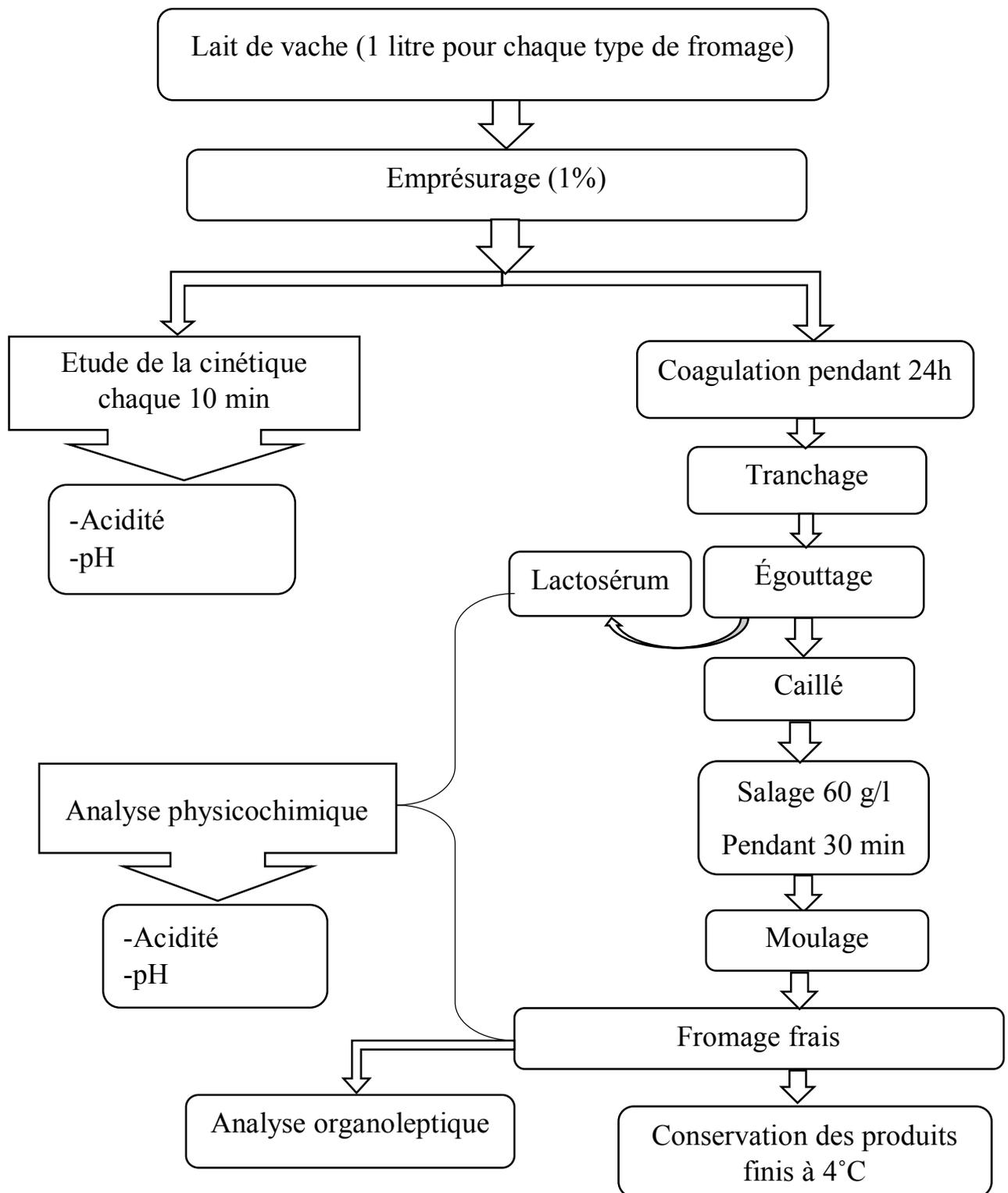


Figure 02: Diagramme de fabrication de fromage frais **Jeantet *al* (2007)**.

I.4.6.1. Emprésurage

L' emprésurage consiste à ajouter 5ml de la solution enzymatique à une concentration de 1g de présure industriel /100ml d'eau distillé ;La dose d'enzyme additionné est (5ml de solution enzymatique est ajouter dans 500 ml de lait)

1. Concernant cette étape on a divisé la quantité du lait en deux :

On laisse la première quantité à coaguler sans la remuer pendant 24 h. pour la 2^{ème} quantité on a étudié la cinétique de la coagulation des protéines (ph, acidité, et dosage des protéines) chaque 10 min

I.4.6.2. Coagulation

La coagulation s'effectue après 24 heures de l'ajout de la présure, et on obtient le caillé. Donc le lait passe de l'état liquide à l'état solide (**Ramet, 1978**).

I.4.6.3. Égouttage

L'égouttage se traduit par la séparation d'une part, d'un bloc pâteux et d'autre part d'un liquide, En utilisant un tissu fin qui sert à l'élimination du lactosérum.

I.4.6.4. Tranchage

Il consiste à découper le gel en portions égales afin d'accroître la surface d'exsudation du lactosérum (**Ramet, 1978 et Veisseyre 1975**).

I.4.6.5. Salage

On peut saler le fromage soit par pulvérisation en surface de sel fin (à pâte molle) soit par immersion dans un bain de saumure (eau +sel) (**Fredot, 2005**).

Dans notre expérience ; juste après l'égouttage, Les fromages sont placés pendant 30 min dans un bain de saumure, d'une concentration de 60g/l, puis on fait un deuxième égouttage pendant 1h.

I.4.6.6. Moulage et démoulage

Les fromages sont pressés dans des moule en silicone

I.4.6.7. Conservation

C'est une étape qui consiste à mettre le fromage préparé dans un réfrigérateur à une température de 4°C jusqu'au moment d'analyses.

I.5. Caractéristique de l'enzyme

I.5.1. Temps de floculation

Selon **Eck (1987)**, le temps de floculation est le temps de l'apparition des premiers flocons visibles à l'œil nu après le contact entre le substrat et la solution enzymatique.

La mesure du temps de floculation est faite soit à 32° C, soit à 35° C, la floculation visible sur la paroi du tube soit comprise entre 3 et 10 min (**Alais, 1974**).

- Mode opératoire

Un volume de 100ml de lait est versé dans un bécher et porté à 35°C au bain marie, puis on ajoute 1ml de la solution enzymatique dès l'apparition des premiers flocons sur la paroi des tubes on détermine le temps écoulé, c'est le temps de floculation

I.5.2. Activité coagulante

Le pouvoir coagulant des protéases est déterminé par la mesure de l'activité coagulante, cette activité s'exprime par la quantité d'enzyme contenue dans 1ml, qui peut coaguler 10 ml du lait en 100 Sec à 30°C (**Alais, 1974**).

L'activité coagulante est exprimée par la formule suivante :

Où :

$$UP = 10.V/T. V'$$

UP : Unité présure.

V : volume du lait en ml.

V' : Volume de l'extrait enzymatique en ml.

T : temps de floculation en Sec.

I.5.3. Force coagulante

L'activité coagulante peut être également exprimée en force coagulante (**Tsouli, 1979 ; Nouaniet al., 2009**). Cette force définit le volume du lait coagulé par unité de volume de solution enzymatique ou d'une enzyme en 40 minutes à 35°C et pH 6,4 du lait. La force coagulante est indiquée par la formule suivante :

Où :

$$F = 2400.V / t.V'$$

F : Force de l'enzyme.

V : Volume du lait ajusté à pH = 6.4 et T = 35°C.

V' : Volume de la solution enzymatique en ml.

t : Temps de coagulation du lait en Sec.

I.5.4. Temps de prise

Le temps de prise est le moment où apparaissent les premières gouttelettes du lactosérum sur la surface du gel, le coagulum devient rigide (**Alais, 1974**).

- Mode opératoire

Un volume de 100ml de lait est versé dans un bécher maintenu à 35°C dans un bain marie, puis additionné 1ml de la solution enzymatique, le tube est laissé jusqu'à la solidification du gel et l'apparition des premières gouttelettes du sérum sur la surface du gel. Le temps écoulé c'est le temps de prise.

I.6. Caractérisation du produit fini

Pour déterminer les caractéristiques des fromages, différentes analyses physico-chimiques ont été effectuées avec une évaluation organoleptiques.

I.6.1. Rendement fromager

Le rendement fromager ou le rendement de la transformation du lait en fromage est l'expression mathématique de la quantité de fromage obtenue à partir d'une quantité donnée de lait (souvent 100 L ou 100 Kg) (**Vandeweghe, 1987**).

Le rendement fromager est exprimé selon la formule suivante :

$$\text{Rf} = \text{Quantité de caillé frais} / \text{Quantité du lait} \times 100$$

I.6.2. Analyses organoleptiques du fromage préparé

Cette analyse a pour but d'estimer et d'évaluer les qualités organoleptiques du fromage « le goût, la texture l'odeur et la saveur ». La méthode est basée sur les appréciations de jury de Dégustation.

Une fiche de dégustation (annexe 05) a été mise à la disposition de chaque dégustateur afin attribuer à chaque caractère une note et établir un ordre d'appréciation. Avant de passer d'un fromage à l'autre, le dégustateur doit d'abord se rincer la bouche pour masquer le goût du fromage déjà dégusté.

Pour notre étude le test organoleptique a été réalisé grâce à un jury composé de 25 dégustateurs au sein de laboratoire de l'université.

Chapitre II :

Résultats et discussion

.1. Caractéristiques physicochimiques des échantillons

II.1.1. pH et acidité

Les résultats trouvés du pH et l'acidité des échantillons étudiés sont montrés dans les tableaux 07 et 08.

Tableau 07 : Les valeurs du pH et l'acidité du lait de vache cru.

| Nombre d'essai | pH | Acidité(°D) |
|------------------------|-------------|-------------|
| 1 ^{er} essai | 6.5 | 18 |
| 2 ^{eme} essai | 6,6 | 19 |
| 3 ^{eme} essai | 6,6 | 20 |
| Valeurs moyenne | 6,56 | 19 |

Tableau 08 :Les valeurs du pH et l'acidité du fromage et de lactosérum.

| Caractéristique types de fromage | pH | | Acidité(°D) | |
|-------------------------------------|---------|------------|-------------|------------|
| | Fromage | Lactosérum | Fromage | Lactosérum |
| Fromage type I | 5.81 | 5.72 | 19 | 34 |
| Fromage type II | 5.75 | 5.63 | 20 | 35 |
| Fromage type III | 5.79 | 5.50 | 21 | 38 |

D'après le tableau 07, la valeur du pH du lait trouvée est de 6,56 qui est conforme aux résultats trouvés par **Sissaoet al. (2015)** qui varient de 6,52 à 6,59.

D'après **Mathieu(1998)**, le pH varie avec la richesse du lait en phosphore, citrates, et caséines. Il évolue au cours de lactation, il change avec l'état sanitaire du pis et peut dépasser 7 dans le cas d'une mammite.

L'acidité est définie comme le titre du lait, elle permet de mesurer la teneur totale du lait en acide lactique (**Danish, 1986**).

Nous constatons d'après le tableau 07 la valeur de l'acidité titrable est de 19° D, cette valeur est comprise dans l'intervalle donné par **Esseghir(2003)** soit 19 à 23° D.

Les valeurs mentionnées dans le tableau 08 montrent que Les trois types de fromage présentent des valeurs du pH proche, qui sont conformes aux normes établies par **Eck et Gillis (1997)** soit 5,5 à 6,5.

D'autre part les résultats de l'acidité titrable de nos échantillons sont : 19°D, 20°D, et 21°D pour les trois types de fromages respectivement. En comparant ces résultats par la norme de **Codex Alimentarius (2004)** qui est de 19 à 21(°D), on trouve que les valeurs concordent à la norme.

En ce qui concerne les valeurs expérimentales du pH de notre lactosérum est de 5.72 pour le type I, 5.63 pour le type II et 5,50 pour le type III. Ces valeurs sont proches à la norme signalée sur la **FAO (2002)**, qui est 5,1.

Selon **FAO (2002)** l'acidité de lactosérum doux est de 35D° Il, apparaît d'après les résultats trouvés, que l'acidité de lactosérum des trois types de fromages sont proche à la norme.

II.1.3. Densité

Les résultats de la densité des échantillons analysés sont illustrés dans le tableau 09.

Tableau 09 : La valeur de la densité du lait de vache cru.

| Nombre d'essai | Valeurs trouvée à 20°C |
|-----------------------------|-------------------------------|
| 1^{er} essai | 1,033 |
| 2eme essai | 1,030 |
| Valeur moyenne | 1,031 |

D'après **Mathieu (1998)**, La densité est une propriété physique qui varie selon la température, la teneur en matière grasse et le mouillage.

Notre résultat de densité trouvé est identique aux valeurs citées par **Sissaoet al., 2015**. Qui sont de l'ordre de 1,0286 à 1,0321

II.1.4. L'extrait sec total (E. S. T)

Le tableau 10 résume les résultats trouvés pour l'extrait sec total de lait de vache cru.

Tableau 10 : Les résultats d'extrait sec total du lait de vache cru exprimés en (g /l)

| Nombre d'essai | E.S.T (g /l) |
|------------------------|--------------|
| 1 ^{er} essai | 132 |
| 2 ^{eme} essai | 140 |
| Valeur moyenne | 136 |

L'eau représente 90% du lait, mais il existe quelques variations quant à la teneur en matière sèche ; le lait de vache en contient 136 g /Kg de lait, donc notre résultat est adéquat comparativement à la valeur précédente trouvée par **Zeller (2005)**.

II.2. Les caractéristiques biochimiques

II.2.1. Test d'alcool

Ce test permet de prévoir la stabilité du lait lors du chauffage. Si un lait précipite sous l'influence d'un alcool, ce lait sera aussi instable à la chaleur. Cela veut dire qu'il est altéré et que sa composition en matières protéiques et salines est anormale. On peut donc détecter de façon rapide des laits de mauvaise qualité chimique (**Joseph, 1998**).

Nous avons observé l'absence de traces ou floculation du lait sur les parois de tube, donc le résultat du test d'alcool est négatif.

Selon **Douik et al., (2003)** s'il y a absence de floculation ce lait est stable.

II.2.2. Test de peroxydase

Dans notre résultat il n'y a pas de changement de coloration ; Le résultat est négatif.

Selon **Joseph, (1998)** La pasteurisation est correcte lorsqu'il n'y a pas de changement de coloration après 1 minute.

II.3. Caractérisation de l'enzymes utilisée

Les caractéristiques de l'enzyme utilisée sont regroupées dans le tableau 11

Tableau 11 : Caractérisation de l'enzyme utilisée

| Les paramètres | Enzyme (présure) |
|----------------------------------|------------------|
| Temps de floculation (sec) (35°) | 300 |
| Temps de prise (min) (35°C) | 40 |
| Activité coagulante U A C/ ml | 3.33 |
| Force de coagulation | 1/8000 |

II.3.1. Temps de floculation

C'est le temps d'apparition de premiers flocons visibles à l'œil nu (**Ramet, 1997**).

D'après le tableau 11 on remarque que le temps de floculation est d'environ 300 sec.

Nos résultats sont conformes aux résultats donnés par **Alais et Lagrange (1972)** ; **Benyahia (2013)** qui ont trouvé des valeurs comprises entre 180 sec à 600 sec.

II.3.2. Temps de prise

Selon **FAO (1990)**, Le temps de prise représente généralement le double du temps de floculation.

Selon les résultats mentionnés dans le tableau 13, la valeur de temps de prise est 40min. Comparativement aux résultats trouvés par **FAO (1990)**, On constate que nos résultats sont dans l'intervalle citée précédemment.

II.3.3. Activité coagulante

La valeur de l'Unité d'Activité Coagulante (U.A.C) trouvée est de 3.33 unité/ml. Par comparaison, notre résultat est supérieur à la valeur donnée par **Boughellout (2007)** qui est de 2,42 unité/ml à 30°C. Donc l'unité d'activité coagulante est liée au temps de floculation. Si ce dernier est élevé, l'unité d'activité coagulante est faible.

II.3.4. Force de coagulation

Le résultat de la force coagulante trouvée dans notre expérimentation est 1/8000 Ce résultat est différent à celui obtenu par *Nouaniet al., (2009)* évalué à 1/10000

II.4. Cinétique de coagulation du lait

II.4.1. Variation de la concentration des protéines de filtrat en fonction de temps

Le suivi de la variation de concentration des protéines de filtrat en fonction de temps du lait traités à différentes températures résultant par coagulation de la présure sont résumés dans la figure 03.

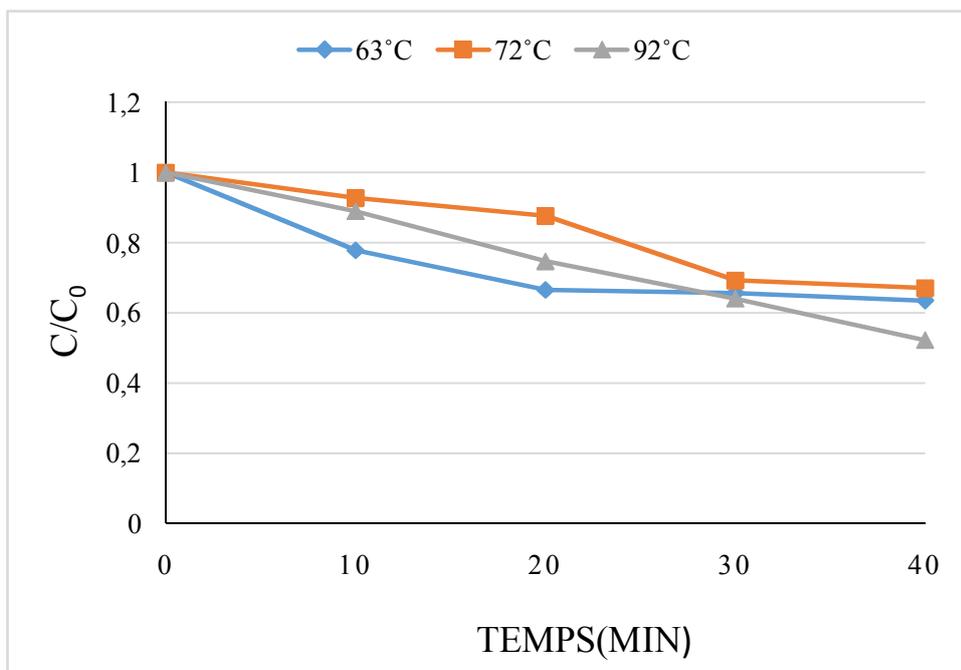


Figure 03 : Variation de la concentration des protéines de filtrat en fonction de temps à différentes températures.

D'après les courbes de la variation de concentration des protéines de filtrat (lactosérum) en fonction de temps du lait traités à différentes températures résultant par coagulation de la présure basée sur la détermination de la concentration des protéines dans le lactosérum par rapport à la concentration initiale des protéines du lait, on peut ressortir les points suivants :

- Nous observons que l'allure des courbes est décroissante en fonction du temps pour l'ensemble des graphes, cette diminution est expliquée par la précipitation des protéines sous l'action des enzymes qui attaquent la liaison Phe105-Met106 et conduit à une déstabilisation micellaire des caséines (**Eck et Gillis, 1997**).
- D'autre part la comparaison entre les trois températures de pasteurisation nous pouvons noter que l'allure de régression de la courbe indiquant la variation de concentration de protéines obtenues après traitements du lait à 92°C atteint la valeur la plus faible par rapport aux autres allures obtenues avec différentes températures cela due à l'effet de la haute température qui coagule les protéines et les chutes.

Nous constatons que le rapport C/C_0 chute rapidement dans les dix premières minutes pour tous les courbes, cela est expliqué par la saturation de l'enzyme avec le substrat qui conduit à l'augmentation de la vitesse de transformation du substrat en produit (**Kumaran, 1991**).

II.4.2. Variation du pH et l'acidité en fonction de temps

Les figures 04, 05 Résumes la variation du pH et l'acidité en fonction du temps des différentes températures utilisé dans la pasteurisation du lait.

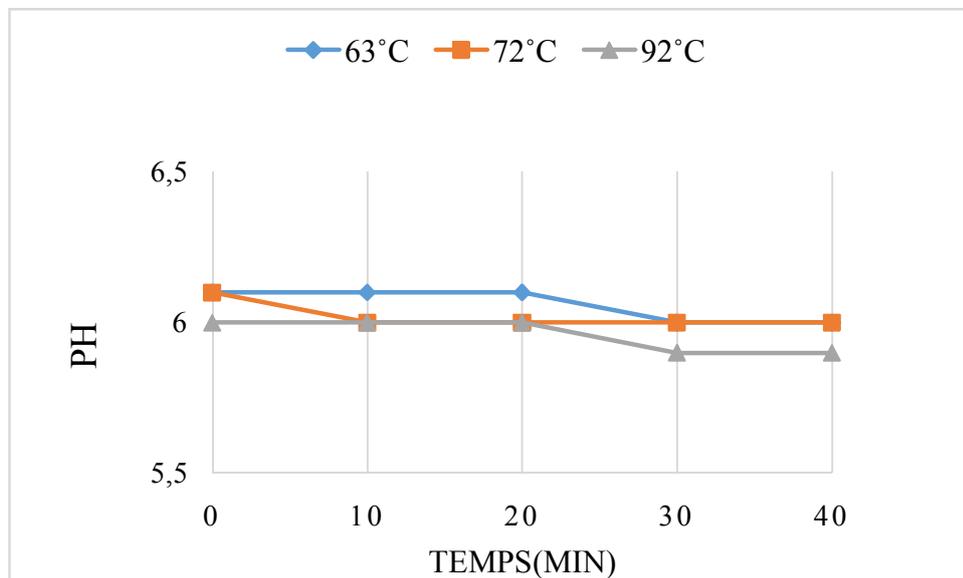


Figure 04: La variation du pH de filtrat en fonction de temps à différentes températures.

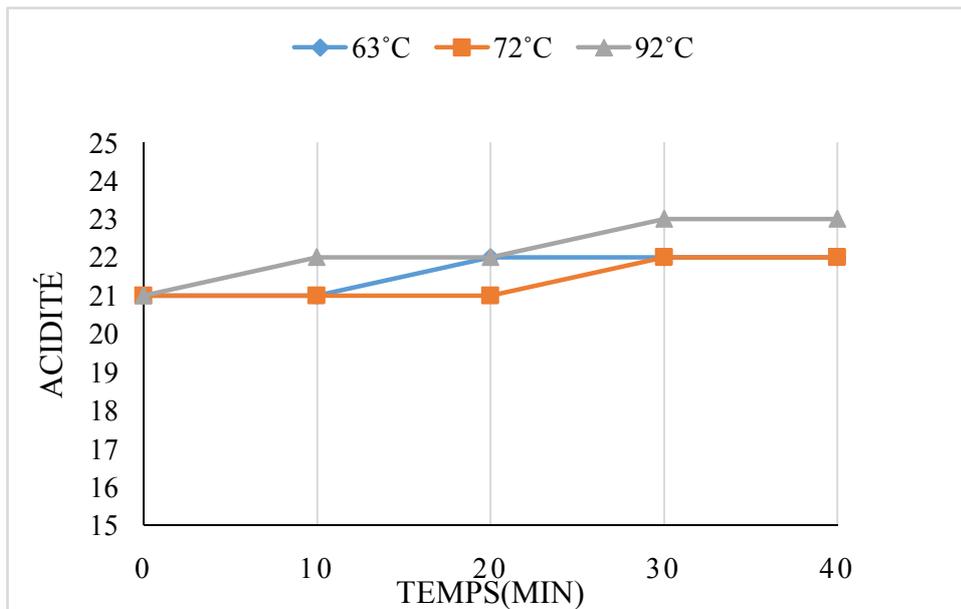


Figure 05 : La variation de l'acidité de filtrat en fonction de temps à différentes températures.

Le pH et l'acidité titrable sont deux mesures d'acidité du lait. Le pH permet de déterminer les ions H⁺, alors que l'acidité titrable exprime la quantité d'acide lactique. Cependant, le résultat de l'acidité titrable exprime une acidité due en partie à la caséine, aux acides organique et aux substances minérales, en acide lactique.

L'allure des courbes de pH sont décroissante par contre l'allure des courbes de l'acidité sont légèrement croissante au cours de la coagulation.

D'après les courbes le pH a atteint une valeur minimale 5.9 pour le lait traité à 92°C, qui correspond à une acidité de 22°C

Selon **Hammarsten** cité par **Brule et Lenoir(1987)** qui distinguait deux étapes dans le processus de coagulation ; la première, correspondant à une action spécifique de l'enzyme, provoque une protéolyse limitée de la caséine avec libération de la protéase et formation de paracaséines, la seconde correspond à l'insolubilisation de la paracaséine en milieu calcique.

II.5.2. Rendement fromager

Les résultats du rendement fromager obtenus sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 12 : Les résultats du rendement fromager des trois types de fromage

| Type de Fromage | Volume de Lait | Poids du Fromage | RF (%) |
|-------------------------|----------------|------------------|--------|
| Type I (à 92°C/2 sec) | 500ml | 81.30g | 16.26 |
| Type II (à 72°C/20 sec) | 500ml | 56.57g | 11.31 |
| Type III (à 63°C/30sec) | 500ml | 47.92g | 9.58 |

D'après les résultats trouvés nous avons constatés que le rendement le plus élevé est enregistré pour lait traité à 92 °C et le plus faible pour le lait traité à 63°C, cette différence est due probablement au traitement thermique qui coagule les protéines et fait les chuter.

On peut dire que la cause principale **Selon Ramet (1984)**, Il importe, en effet, que l'activité protéolytique de l'enzyme soit faible afin d'éviter une hydrolyse trop importante des différentes fractions caséiniques qui entraînerait des chutes de rendement et pourrait être responsable, au sein d'un caillé en cours de maturation, de l'apparition de défauts de texture et de flaveur, il faut signaler dans notre le temps de floculation est moyen soit (300 sec).

Généralement, le taux faible du coagulum par rapport au lactosérum est dû principalement à la faible teneur de l'extrait sec total du lait cru de vache par rapport à la quantité d'eau. C'est pour cette raison que l'enrichissement du lait cru par la poudre du lait est indispensable dans les industries fromagères pour un bon rendement de produits.

II.5. Test sensoriel

Les résultats du test sensoriel sont donnés dans le tableau13

Tableau 13: Évaluation sensorielle des différents types de fromages (test de dégustation)

| Critère | Sensation ressenties | Fromage type I | Fromage type II | Fromage type II |
|---------------------------------|-----------------------------|-----------------------|------------------------|------------------------|
| Couleur | Jaunâtre | 16% | 80% | 4% |
| | jaune crème | 4% | 20% | 4% |
| | crème claire | 12% | 0% | 0% |
| | Blanchâtre | 68% | 0% | 92% |
| Aspect | Sec | 28% | 32% | 68% |
| | Mouillé | 44% | 4% | 8% |
| | Hydratant | 12% | 8% | 16% |
| | Collante | 16% | 56% | 8% |
| Texture | Ferme | 12% | 68% | 8% |
| | Granulée | 0% | 20% | 84% |
| | Souple | 48% | 0% | 4% |
| | Elastique | 40% | 8% | 4% |
| | Onctueuse | 0% | 4% | 0% |
| Goût | Bon | 60% | 56% | 16% |
| | Moyen | 24% | 20% | 60% |
| | Acide | 12% | 16% | 8% |
| | Amère | 0% | 0% | 0% |
| | Salé | 8% | 8% | 16% |
| Odeur | lait cru | 24% | 20% | 32% |
| | Beurre | 12% | 24% | 24% |
| | Fromage | 64% | 56% | 44% |
| Appréciation globale (%) | Bon | 84% | 66% | 16% |
| | Moyen | 16% | 30% | 76% |
| | Mauvais | 0% | 4% | 8% |

A travers les notes attribuées aux différents descripteurs, nous constatons que les membres du panel de dégustation décrivent le fromage traité à 92°C comme suit : une couleur blanchâtre, un aspect mouillé, texture souple, un bon goût, une odeur de fromage, ce qui lui donne une bonne qualité.

D'après les dégustateurs soit (84%) ont jugé que le fromage traité à 92 °C est de bon qualité et 76% ont jugé que le fromage traité à 63°C est de qualité moyenne.

Cette analyse a montré que l'appréciation globale des dégustateurs ont jugé que le fromage obtenu est acceptable pour les trois types.

Conclusion

Conclusion

Ce travail nous a permis de voir l'effet du traitement thermique sur le rendement fromager du lait et l'appréciation sensorielle du fromage obtenu.

Les analyses physicochimiques, biochimiques pour le lait de vache cru ont montré que les résultats du pH (6.5), de l'acidité titrable (19°D), la densité (1.031) et l'extrait sec total(136g/l), sont conformes aux normes du **Jora (1998)** ce qui traduit la bonne qualité de la matière première utilisée.

Cependant la caractérisation de l'enzyme a montré que le temps de floculation est (300 sec), alors que nous avons enregistré que la force coagulante dont la valeur (1/8000), le temps de prise est (40min), et l'activité coagulante (3.33 UAC/ml).

Le suivi de la cinétique du pH, l'acidité, et les protéines pendant la coagulation a montré que le pH a atteint une valeur minimale 5.9 pour le lait traité à 92°C, qui correspond à une acidité de 22 °D. et la variation de concentration de protéines obtenues après traitements du lait à 92°C atteint la valeur la plus faible par rapport aux autres.

En ce qui concerne, Les résultats de rendement fromager ont révélé que le fromage de type I traité a 92°C représente le rendement le plus élevé 16.26%, Les fromages fabriqués ont subi des analyses physicochimiques, et sensorielle et les résultats ont été satisfaisants et les fromages ont été jugés acceptables.

Il est à signaler que les fromages type I sont de bon goût et de couleur blanchâtre qui subit un traitement thermique à 92° C.

Toutefois, cette étude reste préliminaire, il est nécessaire de la compléter par la fabrication du fromage avec d'autres enzymes et des recherches traitent l'effet d'autres paramètres influençant l'activité enzymatique.

Référence

bibliographique

Référence bibliographique

A

1. **ABOUTAYEB R. (2009).** Technologie du lait et dérivés laitiers <http://www.azaquar.com>
2. **AFNOR. (1985).** Contrôle de qualité des produits laitiers –Analyse physiques et chimiques ,3^{ème} édition :Pp107-251 (321p).
3. **ALAIS C., LAGRANGE A. (1972).** Etude biochimique d'une protéase coagulante produite par *Mucor miehei*. I. Activité coagulante et activité protéolytique. INRA éditions, pp.407-427.
4. **ALAIS C. (1974).** Principes des techniques laitières : Science du lait. Ed. Publicité, Paris.513p.

B

5. **BENGANA M. (2001).** Isolement, purification des enzymes protéolytiques (pepsine, chymosine) issues de caillottes de bovins adultes ; incorporation de ces préparations dans la fabrication du fromage à pâte molle type camembert à la laiterie de Draa Ben Khada. Thèse de Magister, Institut national agronomique, El-Harrach, Alger. Pp1-82.
6. **BENYAHIA F A. (2013).** Extraction de la pepsine et utilisation dans la coagulation du lait en vue d'une valorisation des proventricules de volailles au profit de la filière lait en Algérie. Thèse
7. **BOUGHELLOUT H. (2007).** Coagulation du lait par la pepsine du poulet. Mémoire de Magistère. Université Mentouri : Institut de la Nutrition de l'Alimentation et des Technologies Agro-alimentaires. Constantine. P55. Proteolytic Enzymes. ED., G.E. Perlmann and L. Lorand, Acad. Press Inc., New York, V .19, p.347-358, 1042p.
8. **BRULE G., LENOIR.J. (1987).** La coagulation du lait. In le fromage (coordonné par André ECK, Pp01-21. 2^{ème} Ed. Technique et documentation (lavoisier) 11,rue lavoisier – F75384 Paris cedex 08.

C

9. **CODEX ALIMENTARIUS. (2004).** Code d'usage en matière d'hygiène pour le lait et les produits laitiers. pp57-200.

D

10. DANISH T D. (1986). Technologie laitière. édition. Europa lads.

11. DELOBETTE H., FRIRY A., PLEWNIAKEREGLY J M. (1991). Le dosage des protéines. Ed .Biofutur. 132p

12. DOUIK R., ETTRIQUI A., ZRELLI S. (2003). Relation entre le test à l'alcool et la qualité du lait à la réception. Microb. Hyg. Alim., 15(42) : Pp19-26.

E

13. ECK A., GILLIS J.C. (1997). Le Fromage, De la science à l'assurance- qualité ;3ème Ed. Tec & Doc Lavoisier, Paris, 98-146-229-891p.

14. ECK A ., GILLIS JC. (2006). Le fromage. 3ème Edition : Tec et Doc, Lavoisier. Paris. 891p

15. ESSEGHIR A., OULD AISSA B. (2003). Contribution à l'étude de l'évolution des caractères physico-chimiques, microbiologiques et organoleptiques des camemberts préparés avec du lait reconstitué écrémé au cours de l'affinage. Mémoire d'ingénieur d'état en génie biologie. Université de mostaganem .P :4, 11, 28, 29,34.

F

16. FAVIER J.C. (1985). Composition du lait de vache-Laits de consommation, <http://www.horizon.documentation.fr>.

17. FAO. (2002). Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires Comtté du CODEX sur le lait et produits laitiers.

18. F.A.O. (1990). Lait et les produits laitiers dans la nutrition humaine. Lait d'autres animaux d'élevage collection.FAO/alimentation et nutrition.

19. Franworth E. et Mainville I. (2010). Les produits laitiers fermentés et leur potentiel thérapeutique, Centre de recherche et de développement sur les aliments, Saint- Hyacinthe. <http://www.dos.transf.edwa.pdf>.

20. FREDOT E. (2005) Connaissance des aliments-Bases alimentaires et nutritionnelles de la diététique, Tec et Doc, Lavoisier : p 10-14.253 (397 pages).

J

21. **JEANTET., CROGUENNEC T., SCHUCK P., BRULE G. (2007).** Science des aliments-technologie des produits alimentaires Ed. Tec et Doc, Lavoisier .pp 17.
22. **JEANTET R., CROGUENNEC T., MAHAUT M., SCHUCK P., BRULE G. (2008)** Les produits laitiers ,2ème édition, Tec et Doc, Lavoisier: 1-3-13-14-17 (185 pages).
23. **J.O.R.A . (1998).** Arrêté interministériel du 24 janvier 1998 modifiant et complétant l'arrêté du 23 juillet 1994 relatif aux spécifications microbiologique de certaines denrées alimentaires .pp7.
24. **JOSEPH L M., TAN T K., WONG S M. (1998).** Antifungal effects of hydrogen peroxide and peroxidase on spore germination and mycelial growth of *Pseudocercospora* species. *Can. J. Bot.*, 76, 2119- 2124.

K

25. **KUMARAN S. (1991).** Immobilisation d'enzymes pour la réalisation de biocapteurs: Analyse par injection en flux continu (FIA): Applications au dosage des composés polluants. Génie des procédés. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne; Université Claude Bernard, Lyon I., Français, p. 117.

L

26. **LOWRY O H., ROSEBROUGH N J., FARR A L., RANDALL R J. (1951).** Protein measurement with the folin phenol reagent. *J. Bio.Chem.*193: 265- 275.
27. **LUQUET F.M. (1985).** Lait et produits laitiers: vache, brebis, chèvre. 3 volumes, Paris, Technique et documentation, Lavoisier, 150 p.

M

28. **MATHIEU J. (1998).** Ecole nationale des industries du lait et des viandes de la Roche-Sur-Foron. Initiation à la physico-chimie du lait. Edition. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp : 12-210.
29. **MEUNIER-GODDIK L., SANDRA S. (2002).** Liquid Milk Products / Pasteurized Milk Encyclopedia of Dairy Sciences. Amsterdam: Academic Press 3, 1627-1632.
30. **MERIGAUD JP., LEMOINE T., AGUER D., GILLIS JC., JOUNNEAU F., KOUUBI L., LEPECHEUR E., MADIOT T. (2009).** Spécification technique de l'achat

public laits et produits laitiers Groupes d'étude des marchés de restaurations collective et de nutrition (GEM RCN).

31. MOLLER S. (2000). La reconstitution du lait. Edition: INA. Paris. P: 36.

N

32. NOUANI A., DAKO E., MORSLI A., BELHAMICHE N., BELBRAOUE T S., BELLALM M., DADIE A. (2009). characterization of the purified coagulant extracts derived from artichoke flowers (*Cynara scolymus*) and from the fig tree latex (*Ficus carica*) in light of their use in the manufacture of traditional cheeses in Algeria . J .Food Technol .,7.Pp20-29.

O

33. OUID MUSTAPHA A., N'DIYAE D., OUID KORY B. (2012). Etude de la qualité du lait pasteurisé des industries laitières situées à Nouakcote (Mauritanie) Sciences du vivant Biologie. Editions Mersenne: Volume 4 N 0120804 ISSN 2111 - 4706.

P

34. POUGHEON S., GOURSAUD J. (2001). Le lait et ses constituants caractéristiques physicochimiques, In : DEBRY, G. Lait, nutrition et santé, Tec & Doc, Paris :p 6,342 (566pages).

R

35. RAMET J.P.(1978). Assistance in cheese making in Egypt.FAO. Mission Report. Roma.

36. RAMET J.P. (1997). Les agents de transformation du lait; la présure et les enzymes coagulantes In: Le fromage. Ed., A. Eck, 3ème Ed. Technique et documentation Lavoisier, p101-107. Vol : 539.

S

37.SISSAO M., MILLOGO V., OUEDRAOGO G.A.(2015). Composition chimique et qualité bactériologique des laits crus et pasteurisés au Burkina Faso. ISSN 1813-548X, Pp142 – 154.

38. SIDDAPPA V., NANJEGOWDA DK., VISWANATH P. (2012). Occurrence of aflatoxin M1 in some samples of UHT, raw & pasteurized milk from Indian states of Kamataka and Tamilnadu. Food and Chemical Toxicology 50: 4158-4162.

T

39. TSOULI J. (1979). Etude d'un protéase coagulant extraite de *Cynarascolymus* et de *Cynaracardunculus*, adaptation de la méthode conductimétrique pour la détermination du temps de coagulation de lait et le contrôle des fabrications. Doctorates-sci., Univ. C. Bernard, Lyon, Pp1-62

V

40. VANDEWEGHE J. (1987). Le rendement en fromage, prédétermination et mesure. In : A. ECK (éd.) : Le fromage, Technique & Documentation - Lavoisier, 2ème édition, Paris, 467-475.

41. VEISSEYRE R., (1975). Technologie du lait. 3ème édition, Paris, La maison rustique, 714 p. P 25

42. VANDERCAMMEN M., (2011). quel Lait choisir Crioc centre de recherche et d'information des organisation de consommateurs. 015-11.p1-3.

W

43. WALTHER B, SCHMID A, SIEBER R et WEHRMULLER K. (2008). Cheese in nutrition and health. Dairy Sci. Technol. 88, 389–405.

Z

44. ZELLER B. (2005). Le fromage de chèvre : spécificités technologiques et économiques. Ed. Ecole national vétérinaire. Toulouse. Pp 8-10.

Annexes

Annexe 01:

Dosage des protéines

Préparation des réactifs pour le dosage des protéines

* Solution alcaline A

- Soude 0,1 N (2g /500ml) -----500 ml
- Carbonate de sodium Na₂CO₃-----10 g

* Solution cuivrique B :

- Sulfate de cuivre (0,32 g/100ml) -----2 ml
- Tartrate de Na et K (1g/100 ml) -----2ml

* Solution C

- Solution A -----50 ml
- Solution B -----1ml.

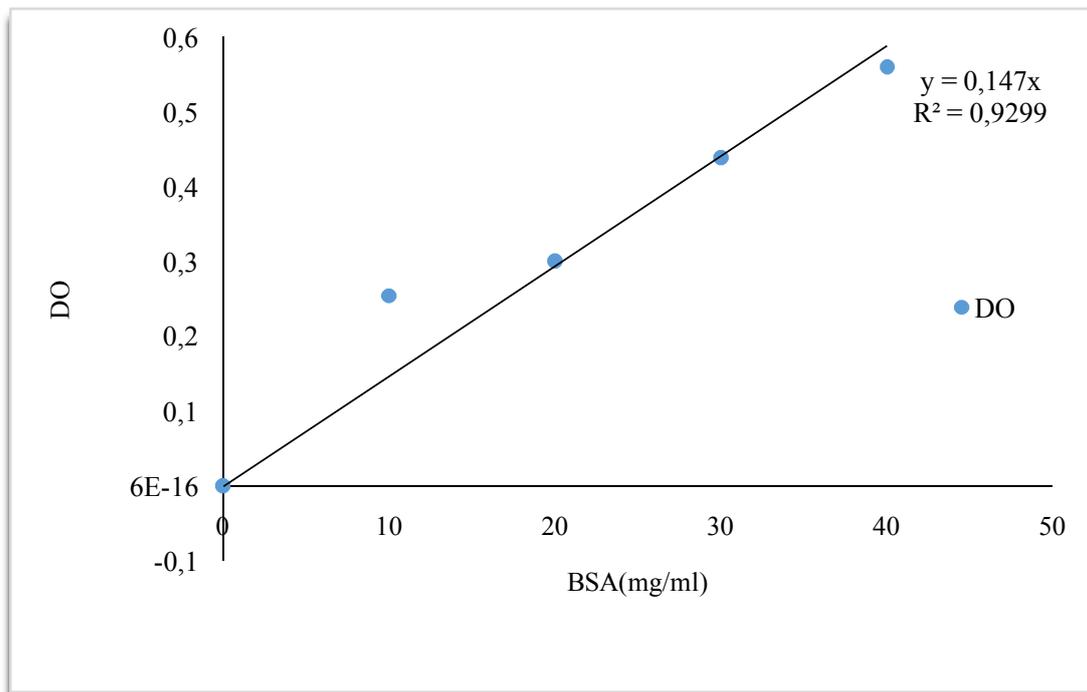


Figure 06 : Courbe d'étalonnage du dosage des protéines

Annexe 02 : Détermination de concentration de protéines en BSA dans le lait

$$y = 0,147x$$

$$y (\text{DO}) = 0,147x$$

A l'aide de la formule précédente et les valeurs de la densité optique, on détermine la concentration de protéine en BSA.

$$\text{Donc : } X = 0.855 / 0.147$$

$$X = 5.816 * 100 \text{ (100 facteur de dilution)}$$

$$X = 581.63$$

Concentration de protéine $C_0 = 581.63 \text{ g/l}$

Annexe 03 : la cinétique de coagulation du lait à différentes températures de pasteurisation.

Tableau 14: Cinétique de coagulation du lait pasteurisé à 63°C /30 min

| Temps (min) | 0 | 10 | 20 | 30 | 40 |
|--------------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Facteur de dilution | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| DO (nm) | 0.855 | 0.666 | 0.569 | 0.561 | 0.543 |
| Concentration de protéines (C) (g/l) | 581.63 | 456.06 | 387.07 | 381.63 | 369.38 |
| C/C ₀ | 1 | 0.778 | 0.665 | 0.656 | 0.635 |

Tableau 15 : Cinétique de coagulation du lait pasteurisé à 72°C / 30sec

| Temps (min) | 0 | 10 | 20 | 30 | 40 |
|--------------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Facteur de dilution | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| DO (nm) | 0.786 | 0.729 | 0.690 | 0.545 | 0.528 |
| Concentration de protéines (C) (g/l) | 534.69 | 495.91 | 469.38 | 370.74 | 359.14 |
| C/C ₀ | 1 | 0.927 | 0.877 | 0.693 | 0.671 |

Tableau 16 : Cinétique de coagulation du lait pasteurisé à 92°C / 2 sec

| Temps (min) | 0 | 10 | 20 | 30 | 40 |
|--------------------------------------|--------|--------|--------|--------|-------|
| Facteur de dilution | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| DO (nm) | 0.756 | 0.676 | 0.565 | 0.484 | 0.395 |
| Concentration de protéines (C) (g/l) | 514.28 | 459.86 | 384.35 | 329.25 | 268.7 |
| C/C ₀ | 1 | 0.890 | 0.747 | 0.640 | 0.522 |

Annexe 04: Photos prises lors de l'expérimentation



Photo 01 : Emprésurage du lait.



Figure 02 : Etude de la cinétique de coagulation.



Figure03 : Mesure de pH



Figure 04 : Mesure de l'acidité



Figure : 05 : Dosage des protéines



Figure 06 : fromage frais



Figure07 : Test de dégustation

Annexe 05 :

Tableau 17 : Fiche de dégustation

| Échantillon | | fromage type I | fromage type II | fromage type III |
|---------------------------------|--------------|----------------|-----------------|------------------|
| caractère étudié | | | | |
| Couleur | Jaunâtre | | | |
| | jaune crème | | | |
| | crème claire | | | |
| | blanchâtre | | | |
| Aspect | Sec | | | |
| | Mouillé | | | |
| | hydratant | | | |
| | Collante | | | |
| Texture | Ferme | | | |
| | Granulée | | | |
| | Souple | | | |
| | Elastique | | | |
| | onctueuse | | | |
| Goût | Bon | | | |
| | Moyen | | | |
| | Acide | | | |
| | Amère | | | |
| | Salé | | | |
| Odeur | lait cru | | | |
| | Beurre | | | |
| | Fromage | | | |
| Appréciation globale (%) | Bon | | | |
| | Moyen | | | |
| | Mauvais | | | |