الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Ibn Khaldoun –Tiaret–
Faculté Sciences de la Nature et de la Vie
Département Nutrition et Technologie Agro-Alimentaire

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 alimentaires

Spécialité : Agroalimentaire et contrôle de qualité

Présenté par :

Bouchekifa Halima

Amara Halima

Hamadouche Fatima Zohra

Thème

Contribution à l'étude de l'effet de la fixation de la présure par des particules argileuses sur le rendement fromager

Soutenu publiquement le 12/10/2021

Jury:	**Grade**
Président : M. HADJ SAID A.	**MCA**
Encadrant : M. MOULAY M.	**MCA**
Co-encadrant: M. BENBEGUARA M.	**MAA**
EXAMINATEUR : M. HOUSINE L.	**MCA**

Année universitaire 2019-2020

Remerciement

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce Modeste travail.

En seconde lieu, nous tenons à remercier notre promotrice Mme MOULAY M. et co- promoteurMr. Benbeguara M, pour tous leurs conseils et leurs orientations durant la réalisation ce travail. Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury Mr HADJ SAID A.et Mr HOCINE L. Pour l'intérêt qu'ils vont porter à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions

Nos remercîments vont également aux techniciens du laboratoire de technologie Alimentaire messieurs :Ben Hlima , Houari Aouali et Bachir, pour leurs aides.

Dédicace

Au nom du dieu clément et miséricordieux et que le salut de dieu soit sur son prophète MOHAMED

De ma part, et avec des grands sentiments et d'une joie immense que je dédie ce travail à mes chères parents, qui sont à l'origine de mon existence, que dieu les protège, ils m'ont soutenu le long de L'élaboration de ce travail.

A ma très chère mère mon modèle à suivre qui m'a entouré d'amour mes plus pénibles moments et qui m'a guidé vers le chemin droit.

A mon très chère père qui m'a encouragé et conseillé pendant mes plus pénibles moments et qui m'a guidé vers le chemin droit.

A mes très chères sœurs Kheira, Houria, Fatima pour ses aides, son encourage.

Mon très chers frères A.E.K, Med, M'hamed, Hamid, Adda, Houari, Toufik Nadjme el-dinne.

A mes amies karima, sara, hanene et mes camarades de spécialité agroalimentaire et contrôle de qualité.

Halima

Dédicace

Au nom du dieu clément et miséricordieux et que le salut de dieu soit sur son prophète MOHAMED

De ma part, et avec des grands sentiments et d'une joie immense que je dédie ce travail à mes chères parents, qui sont à l'origine de mon existence, que dieu les protège, ils m'ont soutenu le long de
L'élaboration de ce travail.

A ma très chère mère mon modèle à suivre qui m'a entouré d'amour mes plus pénibles moments et qui m'a guidé vers le chemin droit.

A mon très chère père qui m'a encouragé et conseillé pendant mes plus pénibles moments et qui m'a guidé vers le chemin droit.

A mes très chère sœur Merieme pour ses aides, son encourage.

Mon très cher frère Mohamed

et mon amie ahlem

Halima

Dédicace

Au nom du dieu clément et miséricordieux et que le salut de dieu soit sur son prophète MOHAMED

De ma part, et avec des grands sentiments et d'une Joie immense que je dédie ce travail à mes chères parents, qui sont à l'origine de mon existence, que dieu les protège, ils m'ont soutenu le long de L'élaboration de ce travail.

A ma très chère mère mon modèle à suivre qui m'a entouré d'amour mes plus pénibles moments et qui m'a guidé vers le chemin droit.

A mon très chère père qui m'a encouragé et conseillé pendant mes plus pénibles moments et qui m'a guidé vers le chemin droit.

A mes très chères sœurs IMAN, HOUDA, LAMIA, pour ses aides, son encourage.

Mon très cher frère MOHAMED.

A mes amies AHLAM, SARA et mes camarades de spécialité agroalimentaire et contrôle de qualité.

Fatima Zohra

Sommaire

Sommaire

Liste des abréviations…….....i
Liste des tableaux……...ii
Liste des figures……iii
Liste des photos……iv
Introduction……..01

PREMIERE PARTIE : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

1. lait 02
1.1. Définition.....02
1.2. Composition du lait.....02
1.2.1. Eau.....02
1.2.2. Les lipides.....02
1.2.3. Les protéines.....02
1.2.4. Les glucides 03
1.2.5. Les vitamines 03
1.2.6. Les enzymes 03
2. Coagulation du lait.....04
2.1. Coagulation acide 04
2.2. Coagulation enzymatique.....04
2.3. Coagulation mixte.....04
3. Immobilisation des enzymes.....05
3.1. Méthodes d'immobilisation 05
3.1.1. L'adsorption 05
3.2. Intérêt de l'immobilisation.....05
4. L'argile 05
4.1. Définition 06
4.2. Composition d'argile 06

DEUXIEME PARTIE : PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE I : MATERIEL ET METHODES

1.1. Objectifs de l'étude 07
1.2. Lieu et période du travail 07
1.3. Matériel et méthodes.....07
1.3.1. Produits et matériel utilisés 07
1.3.1.1. Produits.....07
1.3.1.1.1 Matières premières et leur origine.....07
1.3.1.1.2 Produits chimiques et réactifs 07
1.3.1.2. Matériel.....08
1.3.2. Méthodes 09
1.3.2.1. Protocole expérimental.....09
1.3.2.2. Lait 10
1.3.2.2.1. Préparation du lait 10
1.3.2.2.2. Analyses physico-chimiques du lait 10
1.3.2.2.2.1. Mesure de pH 10
1.3.2.2.2.2. Acidité titrable.....10
1.3.2.2.2.3. Densité 11
1.3.2.3. Caractérisation de l'enzyme.....11
1.3.2.3.1. Temps de floculation 11
1.3.2.3.2. Temps de prise 11
1.3.2.3.3. Activité coagulante 12
1.3.2.3.4. Force coagulante 12
1.3.2.4. Préparation de la suspension d'argile 12
1.3.2.4.1. Purification de l'argile.....12
1.3.2.4.2. Détermination de la concentration en argile.....13
1.2.2.3. Rendement fromager 13

CHAPITRE II : RESULTATS ET DISCUSSION

2.1. Analyses physico-chimiques du lait 14
2.1.1. pH.....14
2.1 .2. Acidité titrable 14
2.1.3. Densité.....14
2.2. Caractérisation de l'enzyme utilisée.....15
2.2.1. Temps de floculation.....15
2.2.2. Temps de prise.....15
2.2.3. Activité coagulante 15
2.2.4. Force coagulante.....16
2.3. Caractérisation de l'enzyme utilisée (libre et fixée sur l'argile) 16
2.4. Concentration en argile de la suspension siphonnée. 18
2.5. Présentation des articles.....18
2.5.1. L'article de la préparation d'invertase insolubilisée par fixation sur bentonite.....18
2.5.1.1. Préparation des complexes 18
2.5.1.2. Résultats 19
2.5.1.3. Discussion 19
2.5.2. L'article d'influence de la polymérisation de la D-aminoacide oxidase sur le comportement de l'enzyme immobilisée sur chitosane par fixation covalente 20
2.5.2.1. Préparation du biocatalyseur 20
2.5.2.2. Résultats 20
2.5.2.3. Discussion 21
Conclusion 22
Références bibliographique
Annexes
Résumé
الملخص

Liste des abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation

C: Concentration

Ca : concentration en argile

D : Densité

°D: degré Dornic

FAD : flavin adenine dinucleotide

FAO: Food and Agricultural Organization

TRS : tours

NaOH Hydroxyde de sodium

nm : nanomètre

RF: rendement fromager

Sec : seconde

Liste des tableaux

Numéro	Titre	Page
01	Composition chimique élémentaire de bentonite de Maghnia	06
02	Appareillage ; verreries et autres	08
03	Résultat des analyses physicochimique du lait	14
04	Caractérisation de fromase® 2200 TL	15
05	Caractérisation de la fromase®2200 TL libre et fixée	16
06	Caractérisation d'enzyme (libre et fixée)	17
07	Concentration de la suspension argileuse	18
08	Activité enzymatique après fixation sur support et après lavages. Les résultats sont exprimés en pour cent de I 'activité de la solution enzymatique avant fixation.	19

Liste des figures

Numéro	Titre	Page
01	Structure des argiles	06
02	Protocole expérimental	09
03	Influence du FAD sur l'activité de la D-aminoacide oxydase libre	20
04	Influence du FAD sur l'activité de la D-aminoacide oxydase immobilisée sur chitosane par fixation covalente	21

Liste des photos

Numéro	Titre	Page
	Composition de lait en poudre célia	Annexe 01
01	Le lait en poudre célia	Annexe 02
02	Mésure le lait à 130 g/l	Annexe 03
03	Mesure de pH	Annexe 04
04	La caractérisation d'enzyme	Annexe 05
05	Enzyme fromase® 2200 TL	Annexe 06
06	Préparation d'argile	Annexe 07

Introduction

Introduction

Le lait est un aliment complet mais du point de vue physicochimique est un produit très complexe .La connaissance approfondie de sa composition, de sa structure et de ses propriétés physiques et chimiques est indispensables à la compréhension des transformations du lait et des produits obtenus lors des différents traitements industriels **(Lapointe-Vignola, 2002).**

La transformation du lait en fromage a permis de conserver des éléments nutritifs du lait sur des périodes plus ou moins longues **(Gelais et Tirard, 2009).**

Les fromages sont des produits précieux d'une grande valeur nutritionnelle et de haute qualité gustative, ils jouent un rôle important dans l'alimentation humaine, ils sont très riches en éléments nutritifs **(Feinberg, 1987).**

Dans l'industrie fromagère la coagulation du lait est une étape importante au cours de laquelle l'utilisation d'un agent coagulant est indispensable. La présure obtenue à partir de la caillette de veau avant servage, reste l'agent coagulant le plus ancien le plus utilisé et le mieux adapté à la transformation du lait en fromage **(Lenoire et al. 1985).**

L'immobilisation des enzymes induit une modification de leur activité et généralement une augmentation de leur stabilité, la stabilité de l'enzyme immobilisée dépend de la nature intrinsèque de l'enzyme, des conditions d'immobilisation et de la nature du matériau de support utilisé **(Jarrar, 2011).**

Les supports d'immobilisation peuvent être de nature minérale tel que l'argile grâce à leur capacité d'adsorption **(Doucet, 2006).**

Nous avons utilisé dans notre travail une présure industrielle dénommée fromase® 2200 TL fongique pour étudier l'effet de son immobilisation par des particules argileuses sur le rendement fromager du lait.

Première partie

Synthèse bibliographique

1. Lait

1.1. Définition

Le lait a été 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 de colostrum» **(Pougheon, 2001 ; Romain et *al.*, 2008).**

1.2. Composition de lait

Le lait comprend quatre types de constituants importants que sont : les lipides, les protides, les glucides. Mais de nombreux autres constituants sont présents en quantité minime comme les vitamines et enzymes **(Larousse, 2002).**

1.2.1. Eau

Selon **Mathieu (1998)**, C'est le composé le plus abondant représente 902 g par litre. Elle forme une solution vraie avec les glucides, les minéraux, une solution colloïdale avec les protéines hydrophiles du sérum **(Amiot et *al.*, 2002).**

1.2.2. Les lipides

La matière grasse du lait se composent principalement de triglycérides, phospholipides et une fraction insaponifiable constituée en grande partie de cholestérol et de β-carotène, elle se présente sous forme de globules gras, immergés dans l'eau : petites gouttelettes de triglycérides enveloppée d'une membrane de substances diverses **(Mathieu, 1998** ; **Amiot et *al.*, 2002).**

1.2.3. Les protéines

Le lait contient 3,2% de protéines (soit 32 g par litre) constitué pour :

- 80 % de caséine,
- 19% de protéines solubles : albumines lactoglobulines,
- et 1% d'enzymes.
- Les protéines laitières apportent tous les acides aminés essentiels **(Galantier et Bernard, 2005).**

1.2.4. Les glucides

D'après **Amiot et *al*., (2002),** Le lactose est le glucide le plus important du lait, Sa teneur s'élève, en moyenne, à 50 g par litre de lait. D'autres sucres sont également présents mais seulement à l'état de traces**.**

1.2.5. Les Vitamines

On distingue d'une part les vitamines hydrosolubles (vitamine du groupe B et vitamine C) en quantités constantes, et d'autre part les vitamines liposolubles (A, D, E et K) en quantités variables **(Jeantet et *al*., 2008).**

1.2.6. Les Enzymes

Le lait contient principalement trois groupes d'enzymes les hydrolases déshydrogénases (Ou oxydases) et les oxygénases, les deux principaux facteurs qui influent sur l'activité enzymatique sont le pH et la température, En effet, chaque enzyme possède un pH et une température d'activité maximale **(Veisseyre, 1975**).

2. Coagulation du lait

La fabrication du fromage nécessite une phase de coagulation du lait, On obtiendra ainsi un caillé ou fromage non affiné **(Eck et Gillis, 1997).**

2.1. Coagulation acide

La coagulation acide est provoquée par le ferment lactique qui transforme le lactose en acide lactique ce qui provoque la diminution du pH du lait de fromagerie, les résidus acides libres fixent des protons qui conduit une solubilisation du phosphate de calcium colloïdal, un élément important dans la stabilité des micelles de caséine **(Lucey, 2008 ;Tsakalidou, 2010).**

2.2. Coagulation enzymatique

Un certain nombre d'enzymes d'origine animale, végétale et microbienne on la propriété de coaguler le lait.

Les enzymes d'origine animale sont représentées essentiellement par la présure de veau, d'agneau ou de chevreau et la pepsine de porc ou de poulet **(Dalgleish, 1992)**.

Pour les enzymes d'origine végétale, on cite la ficine (figuier), la bromélaine (ananas) et les enzymes de la pomme de Sodome (calotropisprocera), d'artichaut, de chardon, et de courge **(Aworh et Muller, 1987).**

Selon **Cavalcanti et *al*., (2004),** certains microorganismes sont capables de synthétiser un certain nombre d'enzymes utilisées pour coaguler le lait. Parmi ceux-ci, des moisissures (*Endothiaparasitica, Mucor meihei, Mucor pusullus, Mucor baciliformisetc),* des bactéries (*Escherichia coli, Bacillus subtilis, Bacillus cereusetc*) et actinomycètes (*Nocardiopsissp)***.**

2.3. Coagulation mixte

Elle résulte de l'action conjuguée présure et de l'acidification lactique. Elle est à l'origine de la fabrication de nombreux fromages, tels que fromages à pâte molle et à pâte pressée non cuite **(Jeantet et *al*., 2007).**

3. Immobilisation des enzymes

Une enzyme immobilisée est une enzyme liée par des moyens physico-chimiques en surface ou à l'intérieur d'un support solide **(Ghasemi, 2007).**

3.1. Méthodes d'immobilisation

Il existe cinq méthodes générales d'immobilisation des enzymes .Ce sont :

- ✓ L'adsorption.
- ✓ La liaison covalente.
- ✓ L'inclusion.
- ✓ La floculation.
- ✓ Rétention par procédés membranaires **(Bourgeois et Larpent, 1996**).

3.1.1. L'adsorption

L'adsorption repose sur la capacité de certains corps minéraux ou organiques à fixer une molécule donnée à leur surface. L'immobilisation est alors due à des interactions faibles de type Van der Waals, liaisons hydrogène, transfert de changes (liaisons ioniques), échanges d'ions ou encore à des interactions homophiles (hydrobes et/ou hydrophiles).l'enzyme et le support dans des conditions de pH, température et de force ionique données **(Ruzgas, 1996).**

3.2. Les intérêts de l'immobilisation

D'après **(Louisot, 1983),** intérêt présente par l'immobilisation des enzymes est double :

-sur le plan conceptuel, il est possible de définir des modèle permettent de mieux appréhender le fonctionnement des enzymes membranaire in vivo.

-sur le plan pratique, l'immobilisation des enzymes permet de mieux coordonner des actions séquentielles, de récupérer les enzymes après emploi, conduisant ainsi à la mise au point de ce que l'on appelle déjà des réacteurs enzymatiques.

Ceci n'est pas sans difficulté : il faut apprécier les facteurs de diffusion, d'environnement, les effets de surface, les contraintes d'accessibilité enzyme-substrat, les déviations de la cinétique et les effets de canalisation…etc.

4. L'argile

4.1. Définition

L'argile est un matériau naturel, d'origine géologique. C'est un terme générique qui regroupe un ensemble de roches sédimentaires, de la famille des cristaux, caractérisées par leur forte teneur en substances minérales, tout particulièrement en silice **(Cousin, 2013).**

La figure suivante donne la structure de l'argile.

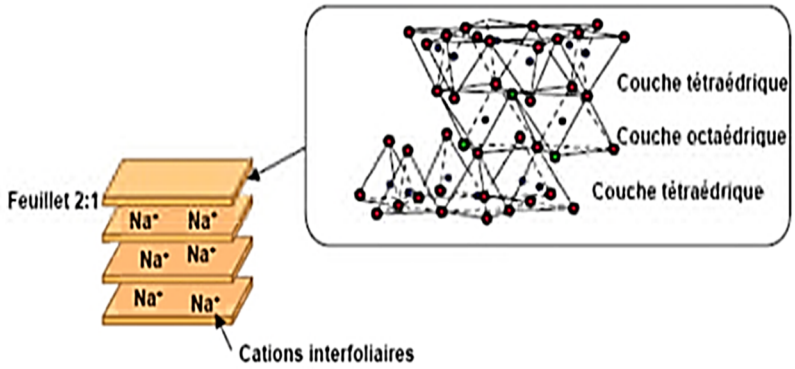


Figure 01 : structure des argiles **(Yahiaoui, 2012)**

4.2. Composition d'argile

La composition chimique de l'argile est donnée dans le tableau 1

Tableau 1 : Composition chimique élémentaire de bentonite de Maghnia **(Ouali, 2001)**

Éléments	**SiO_2**	**Al_2O_3**	**Fe_2O**	**MgO**	**CaO**	**Na_2O**	**K_2O**	**TiO_2**	**SiO_2/AL_2O_3**	**Perte au feu**
(%)	65 .2	17.25	2 .10	3.10	1.20	2.15	0.20	0.20	3.78	8.20

Deuxième partie

Partie expérimentale

Chapitre –I–

Matériel et méthodes

1.1. Objectifs de l'étude

L'objectif de notre étude est de voir l'effet de l'immobilisation de l'enzyme fromase® 2200 TL par des particules argileuses sur rendement fromager.

1.2. Lieu du travail

Les travaux présentés dans cette étude ont été effectués au sein des laboratoires de science alimentaire et physiologie végétale au niveau de la faculté des sciences de la nature et de la vie, université Ibn khaldoun –Tiaret.

1.3. Matériel et méthodes

1.3.1. Produits et matériel utilisés

1.3.1.1. Produits

1.3.1.1.1. Matières premières et leur origine

- Lait : le lait utilise dans notre expérimentation, est un lait entier en poudre de marque Celia à 26% de matière grasse provient du commerce **(Annexe 02).**

-Enzyme : l'enzyme utilisé c'est le fromase® 2200 TL qui nous a été offerte par laboratoire de Tiaret **(Annexe 06).**

-Argile : l'argile utilisé dans notre travail provient d'un gisement près de Maghnia elle est commercialisée sous l'appellation de Bentonite de Maghnia **(Annexe 07).**

1.3.1.1.2. Produits chimiques et reactifs

-Hydroxyde de sodium NaOH (0.1N).

-Phénolphtaléine.

1.3.1.2. Matériel

Le matériel utilise dans notre expérimentation est présente dans le tableau 02

Tableau 02 : appareillage ; verreries et autres.

Verreries	Appareillage	Autre
– Béchers – Burette graduée (25ml) – Dessiccateur – Eprouvettes graduées – (100ml ,1000ml) – Entonnoir – Pipettes graduées – (2ml, 5ml et 10ml) – Tubes à essais – Pycnomètre – Verres de montre – Micropipette (10µl, 200µl, 1000µl)	– Agitateur magnétique thermique (Stuart) – Étuve (Memmert) – Bain marie (Memmert) – Balance électrique (sartorius) – pH-mètre (Hanna) – Réfrigérateur (IRIS) – Autoclave (Wolf) – Pompe à vide	– Seringues – Spatule – Barreau magnétique – Pissettes – Papier aluminium – Papier filtre

1.3.2. Méthodes

1.3.2.1. Protocole expérimental

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

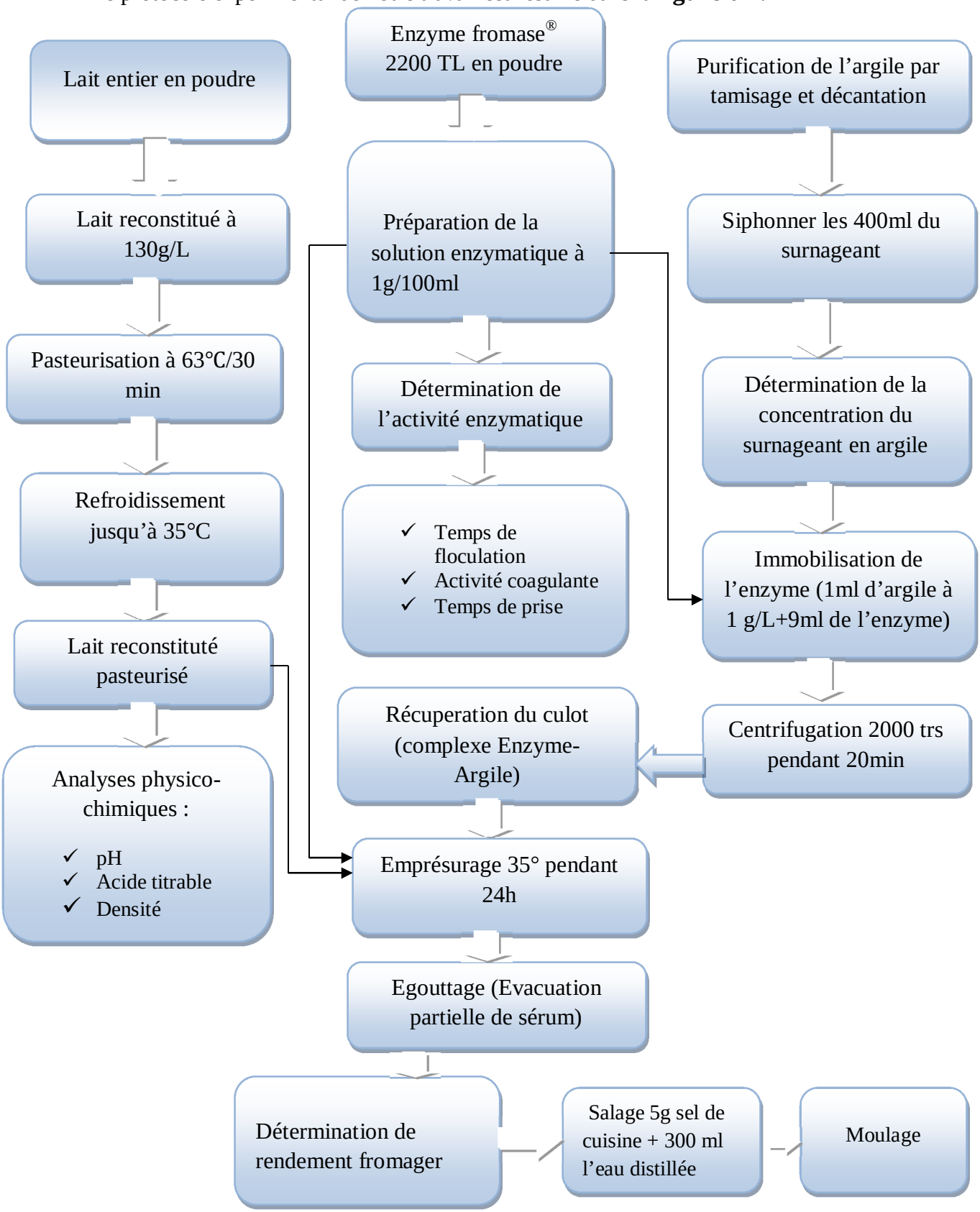


Figure 02 : Protocole expérimental.

1.3.2.2. Lait

1.3.2.2.1. Préparation du lait

Pour l'obtention d'un lait reconstitué à130g/L, on ajoute 13g de lait à100ml d'eau minérale, ce mélange est agité jusqu'à son homogénéisation à l'aide d'un agitateur magnétique, on procède ensuite à une pasteurisation du lait à 63°C pendant 30min puis laisse le refroidir jusqu'à 35°C **(Ebing et Rutgers, 2006).**

1.3.2.2.2. Analyse physico-chimique du lait

1.3.2.2.2.1. pH

✓ **Principe**

La détermination du pH est réalisée à l'aide d'un ph–mètre selon la méthode **AFNOR, (1986).**

✓ **Mode opératoire**

- L'opération débute par l'étalonnage de l'appareil à l'aide de deux solutions tampons (pH 4,00 et 7,00) à 25℃
- Rince L'électrode du pH-mètre à l'eau distillée puis sèche avec du papier buvard**.**
- Ensuite on mètre le ph –mettre en marche et la valeur du ph s'affiche à l'écran de cet appareil
- Immédiatement après usage, l'électrode est rince puis sèche.

1.3.2.2.2.2. Détermination de l'acidité titrable

Selon **AFNOR, (1993)** L'acidité est mesure par dosage de l'acide lactique d'une solution d'hydroxyde de sodium 0.1NaOH. La phénolphtaléine indique la limite de neutralisation par changement de couleur .L'acidité du lait est exprimée en degré doronic (°D) où : 1°D= 0.1g d'acide lactique dans un litre de lait.

$$A = V \times 10$$

A : Quantité d'acide lactique en (g/l)

V : est le volume en ml de solution de soude versé dans le titrage.

1.3.2.2.2.3. 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) ;

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

$$D = (p_2 - p_0) / (p_1 - p_0)$$

1.3.2.3. Caractérisation de l'enzyme

1.3.2.3.1. Temps de floculation

C'est l'apparition des premiers flocons de caséines visible à l'œil nu **(Alais, 1984).**

✓ **Mode opératoire**

Le temps de floculation est mesure à l'aide d'un chronomètre qui est déclenche lors de l'ajoute de 1ml de la solution enzymatique à 10ml du lait dans un tube à essai et maintenue au bain maries à 30°C le chronomètre est arrêt dès l'apparition des premiers flocons.

1.3.2.3.2. Temps de prise

Temps de prise ou la durée de prise est le point d'apparition des premières gouttelettes du lactosérum sur la surface du gel, le coagulum devient rigide et ne coule plus sur la paroi du tube c'est-à-dire gélification apparente du lait **(Alais, 1974 ; luquet et Boudier, 1981).**

✓ **Mode opératoire**

Un volume de 10ml de lait est verse dans un tube à essai maintenu à 30°C dans un bain marie, puis addition de 1 ml de la solution enzymatique, le tube est laisse jusqu'à la solidification du gel et l'apparition des premiers gouttelettes du sérum sur la surface du gel Le temps écoule représente le temps de prise.

1.3.2.3.3. Activité coagulante

L'activité coagulant d'un extrait enzymatique est exprimée soit par l'unité d'activité coagulante (U.A.C) ou unité présure (UP), est définie comme étant la quantité d'enzyme par millilitre d'enzyme qui provoque la floculation de 10ml du lait en 100 sec à 30℃ **(Alais, 1974) ; (Ramet, 1997).**

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

Où :

V : volume du lait

V' : volume de l'extrait enzymatique

T : temps de floculation en sec.

1.3.2.3.4. Force de coagulante

Selon **Alais, (1984),** Représente le volume du lait coagulable par unité de volume d'une enzyme ou d'un extrait enzymatique, en 40min à 35 ℃ et à pH = 6,4. Elle est exprimée selon la formule :

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

Où :

F : Force de l'enzyme.

V : Volume du lait ajusté à pH = 6,4 et T=35 ℃.

V': Volume de la solution enzymatique en ml.

t : Temps de coagulation du lait en sec.

1.3.2.4. Préparation de la suspension d'argile

1.3.2.4.1. Purification de l'argile

La suspension de particules d'argile est obtenue à partir de l'argile naturelle de Maghnia (Algérie), après purification par décantation dans un tube à essai en verre. Vingt grammes d'argile tamisée à travers un tamis de 40 µm, est mis en suspension dans un litre d'eau distillée, agité pendant 2 heures et laissé au repos pendant 24 heures **Hadj Said et *al.*, (2019).** Ensuite la suspension 400ml du surnageant par siphonnage avec un écoulement lent **Haffane et *al.*, (2016).**

1.3.2.4.2. Détermination de la concentration en argile

La détermination de la concentration d'argile est résumée comme suit :

- Sécher le papier filtre avant l'utilisation dans une étuve à 105°C jusqu'à la stabilisation du poids ;
- Prélever 50ml de la suspension d'argile puis la filtrer sous vide ;
- Récupérer le papier filtre et le sécher dans une étuve à 105°C jusqu'à la stabilisation du poids ;
- Mettre le papier filtre dans un dessiccateur pendant 30min dans Le but d'éliminer humidité du papier.

La détermination de la concentration est donne par la formule suivante :

$$Ca=\Delta Ps/V$$

Où :

Ca : Concentration en argile en g/l

ΔPs : Différence des poids après stabilisation en g.

V : volume de la prise d'essai en L**.**

1.3.2.5. Rendement de fromage

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 100L ou 100kg) **(Vandeweghe, 1987).**

Le rendement fromager est exprimé selon la formule suivante :

$$RF=\text{Quantité de caille frais / quantité du lait} \times 100$$

Chapitre –II–

Résultats et discussion

2.1. Analyses physico-chimiques du lait

Le tableau 03 résumé les résultats des analyses physico-chimiques du lait.

Tableau03 : Résultats des Analyses physico-chimiques du lait.

Nombres	pH	Acidité titrable (°D)	Densité
Essai 01	6.7	20	1.027
Essai 02	6.6	19	1.032
Essai 03	6.62	21	1.030
Moyenne	6.64	20	1.029

2.1.1. pH

D'après Les résultats du pH obtenus, on constate que cette valeur est comparable aux résultats trouvées par **Dahou et *al.*, (2018)** et **Bekri et *al.*, (2018)** qui ont trouvé une valeur de 6.6.

Notre résultats est identique à celui trouvé par **Bouattou et *al.*, (2017)** soit 6.64. La valeur du pH enregistrée et comprise dans l'intervalle de la Norme **AFNOR, (1986)** qui se situe entre 6.5 et 6.75.

2.1.2. Acidité titrable

D'après le tableau 03 la valeur de l'acidité titrable est de 20°D, cette valeur est comprise dans l'intervalle donné par **Esseghir, (2003)** soit 19 à 23 °D et aux valeurs des travaux de **Dahou et *al.*, (2018), Bouattou et *al.*, (2017) et Absi et *al.*, (2017)** qui ont trouvé 23 °D,19 °D et 20 °D respectivement.

2.1.3. Densité

D'après le tableau 03 la valeur de la densité trouvée est de 1.029, ce résultat est identique à celui trouvé par **Dahou et *al.*, (2018), Bouattou et *al.*, (2017), Absi et *al.*, (2017)** soit 1.028, 1.030 et 1.028 respectivement.

2.2. Caractérisation de l'enzyme utilisée

Les caractéristiques de la fromase® 2200 TL sont regroupées dans le tableau 04.

Tableau04 : Caractérisation de la fromase® 2200 TL.

Paramètres	Fromase® 2200 TL
Temps de floculation (Sec) (35C°)	319.8
Temps de Prise (min) (35C°)	31.3
Activité coagulante UAC/ml	31.26
Force coagulante	1/7504.69

2.2.1. Temps de Floculation

D'après le tableau 04, on remarque que le temps de floculation d'enzyme fromase®2200 TL est de 319.80 sec qui légèrement supérieure aux résultats de **Dahou et *al.*, (2018)**, **Lakehal, (2019)** et **Bekri et *al.*, (2018)** qui ont trouvé 305.4 sec**,** 300 sec et 300 sec respectivement. Cette valeur reste inférieure à celle trouvée par **Bouattou et *al.*,(2017)** qui ont trouvé 350 sec. Nos résultats sont conformes aux résultats donnés par **Alais et lagrange (1972) ; Benyahia, (2013)** qui ont trouvé des valeurs comprises entre 180sec à 600 sec.

Selon **Isselnane, (2014)** temps de floculation influencé par la variation du pH, température, la teneur en ions calcium, et la dose d'enzyme et de sa nature.

2.2.2. Temps de prise

La valeur trouvée du temps de prise est de 31.3 min, cette valeur est identique aux valeurs données **Bouattou et *al.*, (2017), Bekri et *al.*, (2018) et Dahou et *al.*, (2018),** soit 30 min,30 min et 30.5 min respectivement .

D'autre part ce résultat est inférieur à la valeur trouvée par **Lakehal, (2019)** soit 31.3 vs 40, mais reste toujours conforme à la norme donnée par **l'AFO, (1990)** soit 25 à 30 min.

2.2.3. Activité coagulante

D'après le tableau 04, on remarque que la valeur trouvée de l'activité coagulante est de 31.26 UAC/ml qui légèrement inférieure aux résultats de **Bekri et *al.*, (2018)** ; **Dahou et *al.*, (2018)** qui ont trouvé 33.33 UAC/ml et 32.74 UAC/ml respectivement. Cette valeur reste supérieure à celles trouvées par **Lakehal, (2019)** et **Bouattou et *al.*, (2017)** qui ont trouvé 3.33 UAC/ml et 17.15 UAC/ml respectivement.

2.2.4. Force coagulante

En référant aux résultats mentionnés dans le tableau 04, on constate que la force coagulante est 1/7504.69 qui légèrement inférieur aux résultats de **Dahou et *al.*, (2018)** et **Lakehal, (2019**) qui ont trouvé 1/7858.54 et 1/8000 respectivement mais cette valeur reste supérieure à celle trouvée par **Bouattou et *al.*, (2017)** qui ont trouvé 1/4117. ce résultat est différent à celui obtenu par **Nouani et *al.*, (2009)** évalué à 1/10000.

Suite au pandémie COVID 19 les restes des travaux prévus, on a pas pu les réalises, et on a procède à la discussion des travaux et articles précédents réalisés dans le même contexte.

2.3. Caractérisation de l'enzyme utilisée (libre et fixée sur l'argile)

Les caractéristiques de la fromase® 2200 TL (libre et fixée sur l'argile) sont regroupées dans le tableau 05.

Tableau 05 : Caractérisation de la fromase® 2200 TL libre et fixée.

En comparant les caractéristiques de l'enzyme fromase® 2200 TL libre avec celui fixée réalisé par **Dahou et *al.*, (2018).**

L'enzyme / paramètre	**Fromase® 2200 TL libre**	**fromase® 2200 TL fixée Dahou et *al.*, (2018).**
Temps de floculation (Sec) (35C°)	319.8	270
Temps de Prise (min) (35C°)	31.3	20.10
Activité coagulante UAC/ml	31.26	37.03
Force coagulante	1/7504.69	1/8888.88

D'autres travaux réalisés par **Bouakka et *al.*, (2016), Djilali et *al.*, (2016)** dans le même contexte sont résumé dans le tableau 06

Tableau 06 : Caractérisation de l'enzyme (libre et fixée)

Auteurs	Paramètre	**Solution de chymosine**	**Complexe argile chymosine**
Bouakka et *al*., (2016)	Temps de Floculation (sec)	97	43
	Activité coagulante UP	1.03	2.32
	Force coagulante (US)	8	14.28
Djilali et *al*., (2016).		**Dilution de 10 d'E.E l'enzyme végétale (ficus glabatra)**	**Complexe (argile-enzyme)**
	Temps de floculation en secondes	350	125
	Activité coagulante U.A.C/mL)	285.71	800
	Force coagulante (US/mL)	1600	26666.67

D'après les travaux qui ont été réalisés nous constatons que :

Le temps de floculation de l'enzyme fixée sur un support argileux est plus court comparativement à celui de l'enzyme libre, par contre l'activité coagulante et la force coagulante sont augmentées après fixation.

Nous observons que le temps de prise diminue après la fixation de l'enzyme sur un support argileux, donc l'argile joue un rôle d'activateur pour l'enzyme. D'après nos résultats mentionnés dans le tableau, on observe que l'activité coagulante de l'enzyme fixée est légèrement supérieure à celle de l'enzyme libre.

La force coagulante pour l'enzyme libre est légèrement inférieure au résultat de l'enzyme fixée sur un support argileux.

Alors, nous avons constaté que la bentonite de Maghnia a augmenté l'activité de l'enzyme.

2.4. Détermination de la concentration d'argile dans la suspension siphonnée

Le tableau 07 donne la valeur de concentration en argile de la suspension siphonnée.

Tableau 07 : concentration de la suspension argileuse.

	Le poids du papier filtre séché en (g)	
	Avant la filtration	Après la filtration
La pesée	1.370	2.1926
Différence des poids stables	0.8226	
C (g/l)	16.452	

Pm = 0.8226 g

Ca = Pm (g) / V (L) $\Longrightarrow$ Ca = 0.8226/50. 10^{-3} g/l

Le résultat obtenu montre que la concentration de la suspension argileuse est de 16.452g/l

On constate que notre valeur trouvée 16.45 g/l, est supérieure à celle trouvée par **Dahou et *al*., (2018), Djab et Habat., (2017) et Bouakkez *al*., (2019)** qui ont trouvé 14g/l**,** 14g/l et 15.266g/l respectivement mais, cette valeur est inférieure à celle trouvée par **Bouakka et *al*., (2016)** et **Loukrif et *al*., (2019)** qui ont trouvé17g/l et 17.45 g/l respectivement.

2.5. Présentation des articles

2.5.1. Article de **Monsan et Durand, (1971)**, qui travaillé sur la préparation d'invertase insolubilisée par fixation sur bentonite.

2.5.1.1. Préparation des complexes

100g de bentonite sont mis en suspension dans 200 ml de dioxane contenant 5 g de chlorure de cyanuryle (Fluka).On agite pendent 90 min à 20°.

Le complexe bentonite –chlorure de cyanuryle (BCC) est séparé par centrifugation et lavé cinq fois par remise en suspension dans du dioxane pur puis séché sous vide. La bentonite fixe 0.68% en poids de chlorure de cyanuryle.

L'invertase (serva) est mise en solution dans l'eau distillée et on ajoute le complexe BCC. La suspension est agitée pendant une heure à 0°. Le complexe bentonite –chlorure de cyanuryle –invertase (BCCI) ainsi obtenu est lavé trois fois par remise en suspension dans de l'eau distillée afin d'éliminer l'invertase non fixée. Le complexe est ensuite lavé trois fois par une solution de soude pH 10,5 afin d'éliminer l'enzyme éventuellement adsorbée sur la bentonite ; la soude est ensuite enlevée par trois lavages à l'eau distillée. Le complexe bentonite-invertase adsorbée (BI) est obtenu par la même méthode en remplaçant dans la solution d'enzyme, le complexe BCC par de la bentonite non traitée.

2.5.1.2. Résultats

Tableau 08 : Activité enzymatique après fixation sur support et après lavages. Les résultats sont exprimés en pour cent de I 'activité de la solution enzymatique avant fixation.

Activité enzymatique	Complexe BCCI	Complexe BI
Dans le surnageant après fixation	41.8	24.5
Dans les eaux de lavages (lavages à l'eau)	5.4	55.7
Dans les eaux de lavage à la soude)	1.3	10.9
Complexe	6.8	1.2

2.5.1.3. Discussion

Les résultats ci-dessus montrent qu'il est possible d'insolubiliser l'invertase par fixation sur la bentonite par l'intermédiaire de chlorure de cyanuryle. Le dérive ainsi obtenu est caractérisé par une stabilité accrue vis à vis de facteurs de dénaturation tels que la température et le vieillissement.

La méthode d'insolubilisation décrite est largement applicable puisqu'elle permit de préparer des complexes avec de nombreuses autres enzymes : ß-amylase, cellulase, ribonucléase, trypsine, uréase. L'étude de l'utilisation continue de ces dérivés tant en lit fixe

qu'en réacteur agité et la recherche des causes de la stabilisation des enzymes sont actuellement poursuivies.

2.5.2. Article de **Lemainque et *al*., (1988)**, qui travaillé sur influence de la polymérisation de la D-aminoacide oxidase sur le comportement de l'enzyme immobilisée sur chitosane par fixation covalente.

2.5.2.1. Préparation du biocatalyseur

Le chitosane est solubilisé dans une solution d'acide acétique à 5% à (m/v) raison de 5 g pour 100 ml d'acide acétique. Les prises d'essai représentent 100 mg de chitosane sec. Le chitosane solubilisé est précipité. Dans une solution tampon pyrophosphate 0,05 M à pH 9.0. Une fois le précipité lavé et centrifugé, 3 ml d'une solution de glutaraldéhyde à 5% (m/v) de pH 8,5 sont ajoutés et l'ensemble est mis à agiter durant une heure à température ambiante. Le précipité est ensuite lavé plusieurs fois par le tampon pyrophosphate 0,05 M pH 8,5 jusqu'à disparition totale du glutaraldéhyde dans les solutions de lavage ; chaque lavage est suivi d'une centrifugation afin de récupérer la phase solide. La D-aminoacide oxydase commerciale (holoenzyme) est en suspension dans le sulfate d'ammonium à raison de 5 mg de protéines par ml. Elle possède une activité spécifique de 15 U/mg pour la D-alanine à 25 °C et à pH 8,5.Aprés centrifugation, le surnageant est prélevé et l'enzyme est remise en solution dans du tampon pyrophosphate 0,05 M pH 8,5. La solution enzymatique est conservée à 4°C un volume de 1 ml de solution enzymatique est mis en contact du support, préalablement activé par le glutaraldéhyde, pendant une nuit à température ambiante et sous agitation modérée. Le surnageant est récupéré et le support lave plusieurs fois par du tampon pyrophosphate 0,05 M pH 8,5 jusqu'à disparition de la présence de protéines dans la solution.

2.5.2.2. Résultats

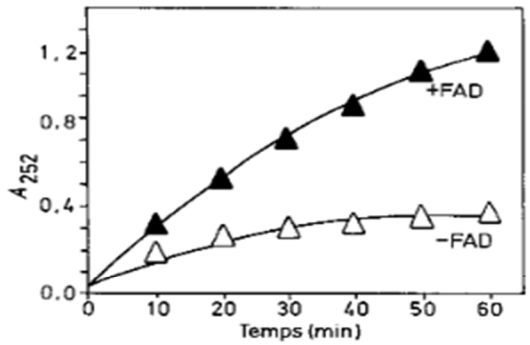


Fig. 1. *Influence du FAD sur l'activité de la D-aminoacide oxydase libre*. Courbes linéarisées par régression polynômiale de degré 2. (−FAD), pas de FAD exogène; $v_0 = 0{,}1$ unité de ΔA par minute; taux de transformation sur 60 minutes: 1,5%; coefficient de corrélation: 0.97; écart-type: 0,037. (+FAD), FAD exogène 10^{-5} mol · l^{-1}; $v_0 = 0{,}22$ unité de ΔA par minute; taux de transformation sur 60 minutes:4,5%; coefficient de corrélation: 0.9985; écart-type: 0,026

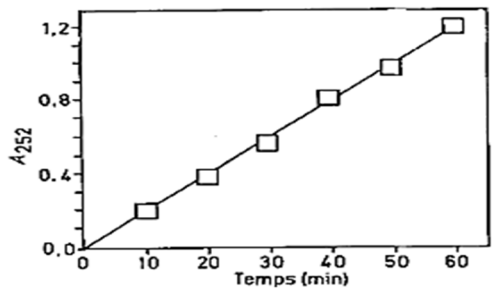


Fig. 2. *Influence du FAD sur l'activité de la D-aminoacide oxydase immobilisée sur chitosane par fixation covalente*. La cinétique est réalisée selon un protocole comparable à celui suivi pour tester l'enzyme libre mais elle ne fait pas intervenir de FAD exogène. La droite de régresion linéaire (coefficient de corrélation: 0,9992) fournit une vitesse initiale v_0 de 0,22 unité de ΔA par minute (aprés correction liée aux dilutions)

2.5.2.3. Discussion

En l'absence de FAD exogène, on constate une réduction très nette de la valeur de la vitesse initiale mais surtout une diminution de la stabilité apparente de l'enzyme libre (Fig. 1).

La perte d'activité, qui correspond à la dissociation progressive du FAD, est d'autant plus importante que le substrat est dilué et que la cinétique est prolongée. Ces résultats confirment les constatations de Dixon et Kleppe.

Dans le cas de l'enzyme immobiliste, la vitesse de réaction est constante durant toute la durée du test (même après 15 heures d'essai), malgré l'absence de FAD exogène en solution. Les différences d'activité ne sont enregistrées qu'entre deux essais.

C'est l'intervention d'une certaine stabilisation de la structure enzymatique au niveau du support qui s'opposerait à l'exclusion du FAD hors de la structure protéique. Ce résultat est à rapprocher du phénomène de coopérativité positive qui accompagne la dimérisation de l'enzyme. Curieusement, Tu et McCormick ont déterminé une constante de dissociation du FAD semblable pour l'enzyme libre et l'enzyme immobiliste. Dans notre cas, l'immobilisation concernerait essentiellement le dimère ou d'autres oligomères qui, une fois immobilisés, seraient caractérises par une constante de dissociation du complexe apoenzyme. FAD très faible. C'est la raison pour laquelle les comparaisons d'activité entre l'enzyme soluble et l'enzyme immobiliste se réfèrent à l'activité de l'enzyme soluble mesurée en présence de FAD exogène.

Conclusion

L'objectif principal de notre travail consiste à étudier l'effet de l'adsorption de l'enzyme fromase® 2200 TL sur l'argile sur le caillé de lait.

L'étude expérimentale que nous avons réalisée nous a permis de constater que :

- Les paramètres physico-chimiques du lait reconstitué, utilisé dans la fabrication du fromage, et préparé à partir du lait entier en poudre « célia », le pH est l'un des paramètres les plus importants qu'il faut noter, du fait qu'il joue un rôle déterminant dans la coagulation, ont montré que les résultats du pH (6.64) de l'acidité titrable (20D°), la densité (1,029).
- Cependant la caractérisation de l'enzyme fromase® 2200 TL a montré que le temps de floculation est (319.8 Sec), alors que nous avons enregistré que la force coagulante dont la valeur (1/7504.69), le temps de prise est (31.8) et l'activité coagulante 31.26 UAC/ml.
- L'adsorption est un phénomène de surface et sa maitrise joué un rôle important dans plusieurs domaines biologie, physique et chimie, La bentonite purifiée a été utilisées comme support adsorbant, la valeur trouvée de la concentration en argile de la suspension siphonnée est égale 16.452g/L.
- Après la présentation des deux articles de **Monsan et Durand, (1971)** et **Lemainque et *al*., (1988)**, on peut tirer les points suivants :.
- L'étude de l'utilisation continue de ces dérivés tant en lit fixe qu'en réacteur agité et la recherche des causes de la stabilisation des enzymes sont actuellement poursuivies.
- l'immobilisation concernerait essentiellement le dimère ou d'autres oligomères qui, une fois immobilisés, seraient caractérises par une constante de dissociation du complexe apoenzyme FAD très faible.

Enfin les résultats obtenus dans cette étude prouvent la grande importance de l'utilisation d'une argile comme un support dans la coagulation du lait donne qualité et quantité dans la fabrication du fromage traditionnel.

Références bibliographique

A

Absi N., Bough A., et Laachi B., (2017). Essai de fabrication d'un fromage frais par coagulation mixte : enzymatique (chymosine à) et lactique (Lactococcus diacetylactis et Leuconostoc mesenteroides) immobilisées .Mémoire de master. Université IBN Khaldoun, Faculté des Sciences de la nature et de la Vie, Tiaret. P 23.

AFNOR., (1986). Contrôle la qualité des produits laitiers. P 222.

AFNOR., (1993). Contrôle de qualité des produits alimentaires lait et produits laitiers. Analyses physico- chimiques. 4éme Edition.

ALAIS C., (1984). Science du lait. Principes de la technique laitière. Ed. SEPAIC ,4eme Edition ,814p.

ALAIS C., (1974). Science du lait principe des techniques laitières .3eme édition 807p.

Alais C., et Lagrange A., (1972). Etude biochimique d'une protéase coagulante produite par Mucor miehei. I. Activité coagulante et activité protéolytique .INRA éditions, pp.407-427.

Amiot J., Paul A., Laurent B., Jean-Luk B., Britt., Michel. Castaigne et François. (2002). 'Science et technologie du lait, transformation du lait, 2eme Edition. Fondation de technologies laitières Inc., Ecole polytechnique de Montréal'. p 600.

Aworth OC., et Muller HG., (1987). Cheese making properties of vegetable rennet from Sodom apple (calotropis procera). Food chemistry, 26:71-79.

B

Bekri A., et Smatel M., (2018). Etude comparative de la cinétique de coagulation du lait par la fromase 2200TL et la chymosine libres .Mémoire de master. Université IBN Khaldoun, Faculté des Sciences de la nature et de la Vie, Tiaret. P12.

Benyahia FA., (2001). 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.

Bouakkez H., et Zoubir I., (2019) . Effet de l'immobilisation des streptococcus par des particules argileuses sur les qualites du yaourt. Mémoire de master. Université IBN Khaldoun, Faculté des Sciences de la nature et de la Vie, Tiaret. P 23.

Bouattou K., Zerakni B., etHameurlaine I., (2017). Essai de fabrication d'un fromage frais par coagulation mixte : enzymatique (chymosine) et lactique (Lactococcus diacetylactis et Leuconostoc mesenteroides). Mémoire de master. Université IBN Khaldoun, Faculté des Sciences de la nature et de la Vie, Tiaret. P 23.

Boukka A., Boussedi A., et Tounsi F N., (2016). Effet de la concentration en Argile sur l'immobilisation d'une enzyme industrielle sur des particules Argileuse en suspension. Mémoire de master. Université IBN Khaldoun, Faculté des Sciences de la nature et de la Vie, Tiaret. P 23.

Bourdier JF., et Luquet FM., (1981). Dictionnaire laitier. Paris : Tec & Doc-Lavoisier.

Bourgeois C.M., Larpent J.P., (1996). Aliments fermentés et fermentations alimentaires, Microbiologie Alimentaire Tome 02,2eme & doc, pp57-58-59-60-61.

C

Cavalcanti MTH., Teixera MFS., Lima Filho JL., et Porto ALF., (2004). Partial purification of new milk –clotting enzyme produced by Nocardiopsis sp. bioresource Technology, 93: 29-35.

Cousin N., (2013). Argile, éditions Eyrolles dépôt légal : avril 2013 ISBN : 978-2-212-55642-1.

D

Dahou M., Merzoug M., et Seghier A., (2018). Cinétique de coagulation du lait par la fromase ® 2200 TL immobilisée sur un support argileux .Mémoire de master. Université IBN Khaldoun, Faculté des Sciences de la nature et de la Vie, Tiaret. P 23.

Dalgleish DG., (1992). The enzymatic coagulation of milk .Advanced Dairy Chemistry Proteins, 1:579-619.

Djab Z., Habat A., (2017). Cinetique d'immobilisation sur un support solide de la chymosine et des bactéries lactiques. Mémoire de master. Université IBN Khaldoun, Faculté des Sciences de la nature et de la Vie, Tiaret. P 2

Djilali A., Derrag A., (2016). Immobilisation d'une enzyme végétale (ficus glabtra) sur des particules argileuse en suspension : Effet de la concentration d'argile .Mémoire de master. Université IBN Khaldoun, Faculté des Sciences de la nature et de la Vie, Tiaret. P 43.

Doucet. Roger. (2006). Le climat et les sols agricoles. 4 eme édition BERGER. Pp : 426

E

Ebing P., et Rutgers K., (2006). La préparation des laitages. 6ème Ed. Fondation Agromisa et CTA Wageningen. Pays Bas, 98p.

Eck A., et Gillis J.C., (1997). Le fromage. 3eme édition, Lavoisier, Paris, France. 874p.

Esseghir A., et Ould Alissa 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.A.O., (1990). Lait et produit laitiers dans la nutrition humaine. Lait d'autres animaux d'élevage collection. FAO / alimentation et nutrition.

Feinberg M., Favier.J-C., et Ireland-Ripert.J., (1987) .Répertoire général des aliments : 2.Table de composition des produits laitiers.

G

Galantier M., Bernard B., (2005) : En pratique : connaissance et place du lait et des produits litières dans une alimentation équilibrée cahier de nutrition et dietitique, 40(1) ,57-63.

Gelais et Tirard Collet ST., (2009). Fromage : Science et tecknologie du lait transformation du lait. ES/ISBN. Canada. P 345.

H

Hadj Said ., Moulay M., Benbeguara M., et Hocine L., (2019). Preparation of a biosorbent complex (clay particles/Streptococcus thermophilus) to treat polluted water with methylene blue.p31.

Haffane S., Achak O., et Chafik T., (2016). Etude de l'effet de purification et de

Modification d'une argile locale sur les propriétés structurales (Investigation of the effect of purication and modification of local clay on its stuctural and textural properties). J.Mater.Environ.Sci.7 (2).525-530.

I

Isselnane S ., (2014) . Caractérisation chromatographique et électrophorétique de l'extrait coagulant issu de caillettes de dromadaires adultes.p 28.

J

Jarrar H., (2011) .Bioélectrodes enzymatique pour des applications en biocapteurs et en biopiles. these de doctorat. Ecole Nationale Supérieure de Chimie De Montpellier. Institut Européen des Membranes de Montpellier. p165.

Jeantet R., Croguennec T., Mahaut M., Schuck P., Brule G., (2008). Les produits laitiers.2eme Edition : Lavoisier. France, p1.

Jeantet R., Croguennec TH., Schuck P., Brulé G., (2007). Science des aliments. Edition : Lavoisier. France, p.

L

Lakehal Z., (2019). Effet du traitement thermique sur le rendemet fromager du lait. Mémoire d'ingénieur d'état en génie biologie. Université de mostaganem .P 25.

Lapointe-Vignola, C.L., (2002). Science et technologie du lait, transformation du lait. Presses inter Polytechnique. Québec .608p.

Larousse A., (2002).Science et technologie du lait : transformation du lait. p. 767. Available at: https://books.google.com/books?id=E-rb_Pff15sC&pgis=1.

Lemainque A., Braun J., LE GOFFIC F., (1988). Influence de la polymérisation de là la D'aminoacide oxidase sur le comportement de l'enzyme immobilisée sur chitosane par fixation covalente .P.

Lenoire J.,Lamberet G., Schmidt J.L., et Tourneur C., (1985). La maitrise du biocatalyseur fromage . Biofutur ., (12) .23-50.

Louisot p., (1983), boichimie generale, structure et metabolique, Ed : Masson, Paris.

Loukrif S.W., Mahnoun Kh., Mahouz Kh., (2019) .effet de l'immobilisation des bactéries lactiques (STREPTOCOCCUS THERMOPHILUS ET Lactobacillus bulgaricules argileuses sur les qualités du yaourt. Mémoire de master. Université IBN Khaldoun, Faculté des Sciences de la nature et de la Vie, Tiaret. p21.

Lucey J.A., (2008). Some perspectives on the use of cheese as a food ingredient. Dairy Sci. Technol. p.1-22.

M

Mathieu J., (1998).initiation à la physicochimie du lait. Edition Lavoisier, technique de documentation, paris, 220p.

MONSAN.P., et Durand.G., (1971). préparation d'invertase insolubilisée par fixation sur bentonite .p.

N

Nouani A., Dako E., Morsli A., Belhamiche N., Belbraouet S., Bellalm. M., et Dadie A., (2009). Characterization of the purified coagulant extracts derived from artichoke flowers (cynarascolumus) and from the fig tree latex (ficuscarica) in light of their use in the manufacture of traditional cheesese in Algeria. J. food Technol., 7:20-29.

O

Ouali., M (2001) .cours des procèdes unitaires biologiques et traitement des eaux, Edition. OPU. P15.

P

Pougheon S., (2001). Contribution à l'étude des variations de la composition du lait et ses Conséquences en technologie laitière. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Vétérinaire.

R

Ramet J.P., (1997). Les agents de transformation du lait in le fromage, 3eme édition, Tech. & Doc. Paris, Pp: 165-172.

Romain J., Thomas G., Jeantet R., Groguennec T., Mahout M., Schuck P., Brule G. 2008. Les produits laitiers. Edition: Lavoiser.France.

T

Tsakalidou E., (2010). Handbook of dairy products. Chapter 30. Microbial flora. uniaxial compression. Journal of Food Science 57 (5) : 1078-1081.

V

Vandeweghe., (1987). Le rendement en fromage. Predétermination et mesure, in André ECK Le fromage. 2 eme édition Tec et DOC Lavoisier, 467 p.

Veisseyre R., (1975). Technologie du lait. Constituants, récolte, traitement et transformation du lait. Ed Maison rustique Paris. 112-133.

Y

Yahiaoui N., (2012). Etude de l'adsorption des composes phénoliques des magisters, d'olive sur carbonate de calcium, hydroxyapatite et charbon actif. Mémoire de magister, Université de Tizi- Ouzou. P 41.

Annexes

Annexe 01: Composition de lait en poudre Célia

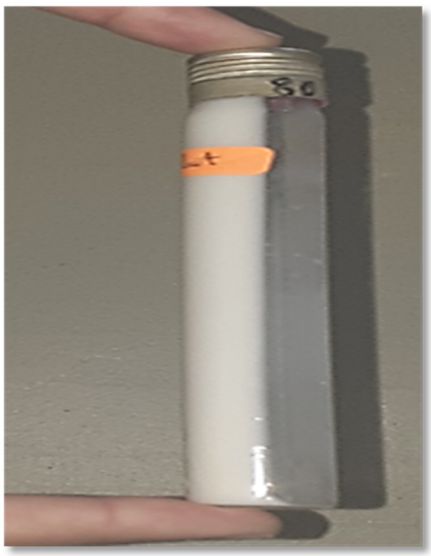
Valeurs nutritionnelles moyennes		**Pour 100g de lait en poudre Celia**	**En % des AJR pour 1 verre (20g de lait en poudre célia)**
Energie	KJ Kcal	2067 494	
Protéines	g	24	
Lipides	g	26	
Lactose	g	39	
Minéraux	g	5,8	
Calcium	mg	850	21%
Vitamines			
A	µg	619	15%
D	µg	8	32%
B1	mg	0,2	2%
B2	mg	1,4	20%
B6	mg	0,2	2,8%
B12	µg	2	16%
C	mg	8	2%
E	mg	0,8	1,4%

- **Annexe 02 :** Le lait en poudre Celia

- **Annexe 03 :** Mesure le lait à 130 g/L

Annexe 04 : Mesure de pH

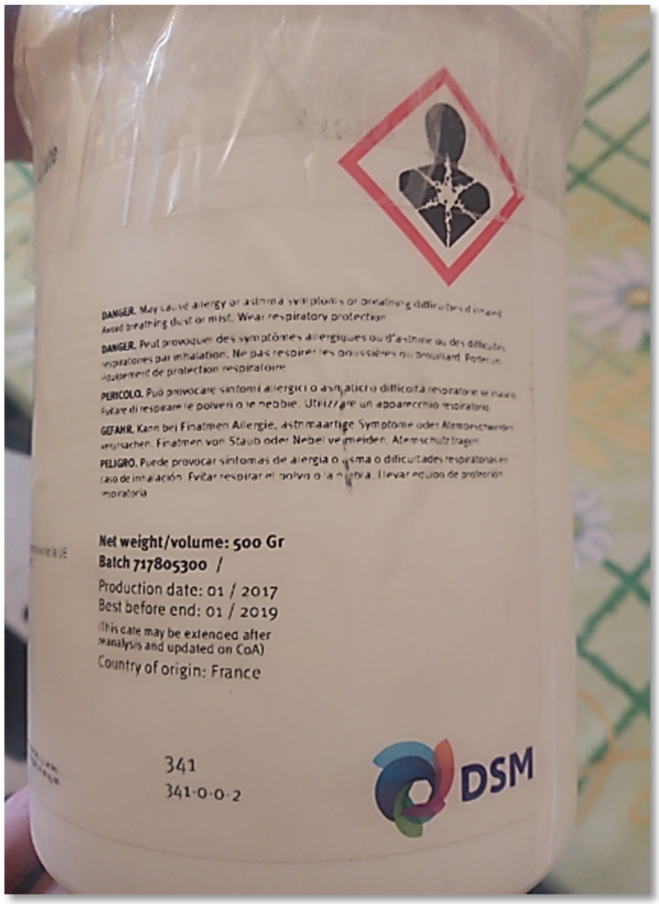
- **Annexe 05 :** Caractérisation d'enzyme



5.1. Détermination le temps de floculation

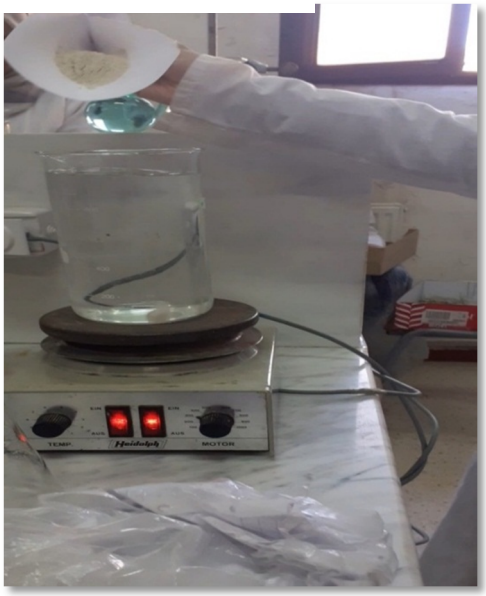
5.2. Détermination le temps de prise

Annexe 06: Enzyme fromase ® 2200TL fongique



Annexe 07 : Préparation d'argile

Mesure de 20g d'argile

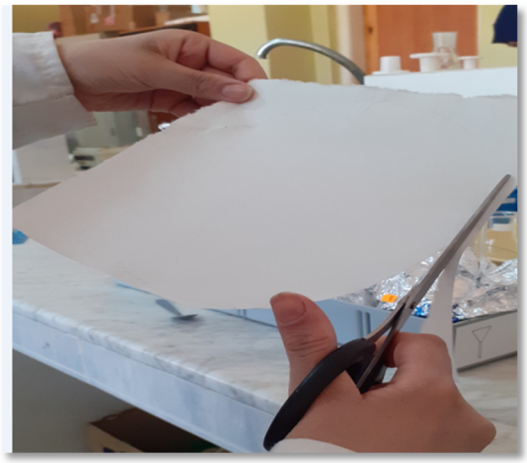


Agitation de 20g d'argile

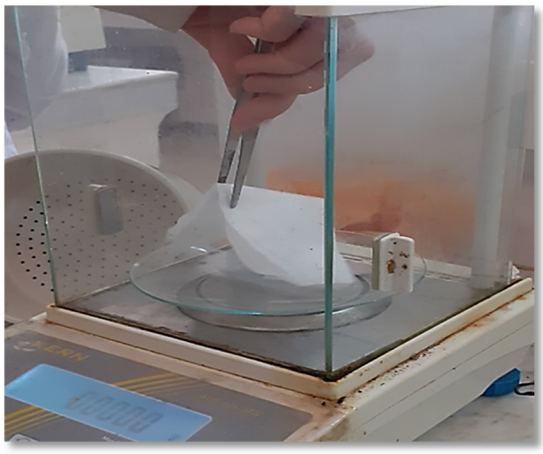
Agitation de la suspension

Décantation de la suspension

Récupération par siphonnage



Préparation de papier filtre



Mesure le papier filtre

Filtration par sous vide

Mesure le papier filtre séchée

Résumé

Cette étude a pour objectif de voir l'effet de l'immobilisation de l'enzyme fromase® 2200 TL par des particules argileuses sur le rendement fromager.

La technique utilisée pour la fixation de l'enzyme est l'adsorption.

-Le résultat obtenu montre que la concentration de la suspension argileuse est de 16.452g/L

La caractérisation de l'enzyme « fromase® 2200 TL » a montré que cette dernière présente un temps de floculation de 319.8 Sec, alors que nous avons enregistré que la force coagulante dont la valeur (1/7504.69), le temps de prise est (31.8) et l'activité coagulante 31.26 UAC/ml.

Les mots clé : immobilisation, fromase® 2200 TL, bentonite de Maghnia, fromage, rendement, activité enzymatique.

ملخص :

تهدف هذه الدراسة الى معرفة تأثير تثبيت الأنزيم Fromase® 2200 TL بواسطة جزيئات الطين على مردود الجبن.

- التقنية المستخدمة لتثبيت الأنزيم هي الإمتزاز.
- تظهر النتيجة التي تحصلنا عليها أن تركيز تعليق الطين هو l16,452 g/l
- أظهرت تغيرات الانزيم .Fromase® 2200 TL أن هذا الأخير يعرض زمن التلبد 319,8 ثانية بينما سجلنا أن قوة ة التخثر الاي قيمتها 7504,69/1 زمن التخثر 31,8 دقيقة ، نشاط التخثر 31,26 UAC.

الكلمات المفتاحية : تثبيت، الأنزيم Fromase® 2200 TL ، بنتونيت مغنية، الجبن، المردود، النشاط الانزيمي .