

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Saad Dahlab Blida 1



Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Biologie et Physiologie Cellulaire
Laboratoire de Biotechnologies, Environnement et Santé

Mémoire de fin d'études
En vue de l'obtention du diplôme de master

Option : Nutrition et diététique humaine



**CONTROLE DE QUALITE DE LA MATIERE PREMIERE AU PRODUIT FINI ET
SUIVI DU PROCESS D'UNE PATE A TARTINER**



Réalisé par :

Soutenu le :02/07/2018

- **BENAISSA Radhia**
- **SLAMANI Lamia**

Membres du jury :

M ^{me} Ayad A.	MAA	USDB1	Présidente
M ^{me} Kanane A.	MAA	USDB1	Examinatrice
M ^r Oussadou L.	MAA	USDB1	Promoteur

Année universitaire 2017-2018

C'est un moment favorable pour exprimer nos sincères remerciements.

Nous remercions Dieu le tout-puissant et miséricordieux qui nous a donné la volonté, la patience et le courage de réaliser ce travail.

Nous témoignons notre reconnaissance à notre promoteur : monsieur Oussadou L

Nos remerciements les plus sincères s'adressent aussi aux membres du jury : Monsieur Oussadou, Madame Ayad et Madame Kanane.

Tous les enseignants de la faculté.

Nous présentons nos plus sincères respects à Mr Akir Hamza pour son aide et son suivi et sa patience

Tout le personnel de l'unité Promasidor de Blida spécialement l'équipe Assurance Qualité.

Enfin, nous disons merci à toutes les personnes qui ont aidé de près ou de loin pour la réalisation de ce mémoire.

Lamia et Radhia

Résumé

Le contrôle microbiologique et physico-chimique des produits alimentaires destinés à la consommation humaine est indispensable pour éviter tout risque de contamination et veiller sur la santé du consommateur.

Ce travail a porté sur l'étude de la qualité hygiénique et le contrôle des analyses physicochimiques et microbiologiques de la pâte à tartiner, ainsi que le suivi de la stabilité et l'étude rhéologique du produit fini de deux marques (TWICO) et (2ème marque de référence) pendant le stockage à une température de 47°C durant 1 mois.

Les résultats des analyses physico-chimiques (pH, l'acidité, indice de peroxyde, humidité et matière grasse) effectuées pour les matières premières, et le produit fini (viscosité, taille des particules, l'humidité et brix) sont conformes à la norme suivie par l'entreprise.

Ainsi l'étude comparative de deux marques différentes démontrent la bonne qualité intrinsèque du produit fini étudié.

Les analyses microbiologiques des matières premières et du produit fini réalisées durant les étapes de fabrication de la pâte à tartiner montrent l'absence totale des germes (FTAM, coliformes totaux et fécaux, levures et moisissures, staphylocoques et salmonelles). Ainsi, nos résultats sont conformes à la norme nationale (JORA, 2005). Cette conformité révèle que l'unité « PROMASIDOR » veille sur les conditions de production de la pâte à tartiner. En terme de stockage, d'hygiène et de sécurité, et cela est du surtout au système HACCP appliqué dans l'entreprise.

Mots clé : Contrôle microbiologique et physico-chimique, pâte à tartiner, rhéologique, stabilité, suivi.

Summary

Microbiological and physico-chemical control of food products intended for human consumption is essential to avoid any risk of contamination and to ensure the health of the consumer.

This work focused on the study of the hygienic quality and the control of the physicochemical and microbiological analyzes of the spread, as well as the stability monitoring and the rheological study of the finished product of two brands (TWICO) and (2nd reference mark) during storage at a temperature of 47 ° C for 1 month.

The results of the physico-chemical analyzes (pH, acidity, peroxide index, moisture and fat) performed for the raw materials, and the finished product (viscosity, particle size, moisture and brix) are in accordance with the standard followed by the company.

Thus the comparative study of two different brands demonstrates the good intrinsic quality of the finished product studied.

The microbiological analyzes of the raw materials and the finished product carried out during the stages of manufacture of the spread show the total absence of the seeds (FTAM, total and faecal coliforms, yeasts and molds, staphylococci and salmonella). Thus, our results are consistent with the national standard (JORA, 2005). This compliance reveals that the "PROMASIDOR" unit is interested in the conditions of production of the spread. In terms of storage, hygiene and safety, and this is especially the HACCP system applied in the company.

Keywords: Microbiological and physico-chemical control, spread, rheology, stability, monitoring.

Liste des tableaux

Tableau I : Analyses microbiologiques effectuées	23
Tableau II : Analyses physiques chimiques effectuées.....	24
Tableau III : Résultats des analyses de l'humidité effectuée sur les matières premières	50
Tableau IV : Résultats des analyses du PH effectuées sur les matières premières.....	50
Tableau V : Résultats des analyses de l'indice de peroxyde effectuées sur deux matières Premières	51
Tableau VI : Résultats des analyses de l'acidité grasse effectuées sur deux matières premières... ..	51
Tableau VII : : Résultats des analyses effectuées sur la poudre de lait.....	52
Tableau VIII : Résultats des analyses de la finesse effectuée sur deux matières premières.....	52
Tableau IV : Résultats des analyses de deux paramètres effectuées sur le produit semi fini.....	53
Tableau X : Résultats des analyses de quatre paramètres effectuées sur le produit fini.....	53
Tableau XI : les résultats du contrôle microbiologique effectué sur les matières premières	55
Tableau XII : Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur le produit fini.....	56
Tableau XIII : Résultats de suivi sous stress à température 47°C.....	59

Liste des figures

Figure 1 : Le fruit de cacao 2

Figure 2 : Structure moléculaire de la phosphatidylcholine. 10

Figure 3 : Effet de l’ajout de lécithine sur la teneur en matière grasse nécessaire pour maintenir une viscosité constante dans le chocolat d’enrobage foncé 11

Figure 4 : classification de la rhéologie 14

Figure 5 : : Lois de comportement rhéologique usuelles 19

Figure 6 : Diagramme de fabrication de la pâte à tartiner 21

Figure 7 : Recherche des FTAM..... 36

Figure 8 : Recherche des coliformes.....37

Figure 9 : Recherche des levures et moisissures 39

Figure 10 : Recherche des anaérobies sulfito-réducteurs42

Figure 11 : Recherche des Salmonelle44

Figure 12 : Recherche des staphylococcus aureus46

Figure 13 : Recherche des entérobactéries.....48

Figure 14 : Recherche des streptocoques fécaux50

Figure 15 : Comparatif des deux pâtes à tartiner.....58

Figure 16 : Étude de stabilité de deux pâtes différents (Tableau croisé dynamique)58

Figure 17 : Courbe d’écoulement de twisco.....60

Figure 18 : Courbe d’écoulement comparative.....61

Introduction

Le chocolat est produit et consommé depuis plus d'un siècle. Les méthodes de préparation ont évolué et les techniques de production se sont diversifiées avec le temps, notamment avec le développement de l'industrialisation. Dans la plupart des cas, les procédés de production ont été adaptés de manière empirique aux recettes, en suivant les règles de bonnes pratiques (BPF).

Par définition, la dénomination « pâte à tartiner au chocolat » est réservée au produit de confiserie consistant en un mélange intime de sucre et de cacao auquel peuvent être ajoutées des matières grasses alimentaires. Le produit doit contenir au moins 8% en poids d'éléments totaux de cacao, dont 2,5% au moins d'extrait sec dégraissé de cacao (J.O.C E, 1971).

Le secteur agroalimentaire est aujourd'hui de plus en plus confronté à la mise en circulation ou à l'élaboration de produits ayant une rhéologie complexe (afin de répondre aux critères de consistance et de tartinabilité), tel que la pâte à tartiner. La concurrence des industrielles pour fournir le meilleur produit sur le marché est rude, ce qui pousse les services de recherche et développement à l'élaboration et la conception de nouvelles recettes. Les goûts et les critères de choix des consommateurs sont directement responsables de cet état de fait. Il faut savoir qu'aujourd'hui plus de 80 % des fluides traités dans l'industrie alimentaire ont un comportement rhéologique non newtonien, (Delaplace et Guèrin, 2006). Cet aliment participe au bien-être et à la santé, tout en répondant au besoin de l'organisme en Fer ou en Magnésium, de par sa composition riche en antioxydants. Il peut avoir divers effets positifs sur la santé en particulier le cacao et le chocolat noir, qui sont bénéfiques pour le système circulatoire (Ross, 2009). Tout le monde connaît le chocolat pour en avoir dégusté, mais c'est un produit dont l'origine, la fabrication et la maîtrise de sa qualité sont souvent ignorées.

Notre travail, réalisé au niveau du laboratoire d'assurance qualité de l'unité "Promasidor" consistait à effectuer un contrôle physico-chimique et microbiologique d'une pâte à tartiner au cours de sa fabrication depuis la matière première jusqu'au produit fini. Ainsi que le suivi de la stabilité (étuvage sous stress) et l'étude rhéologique de deux marques différentes.

Introduction



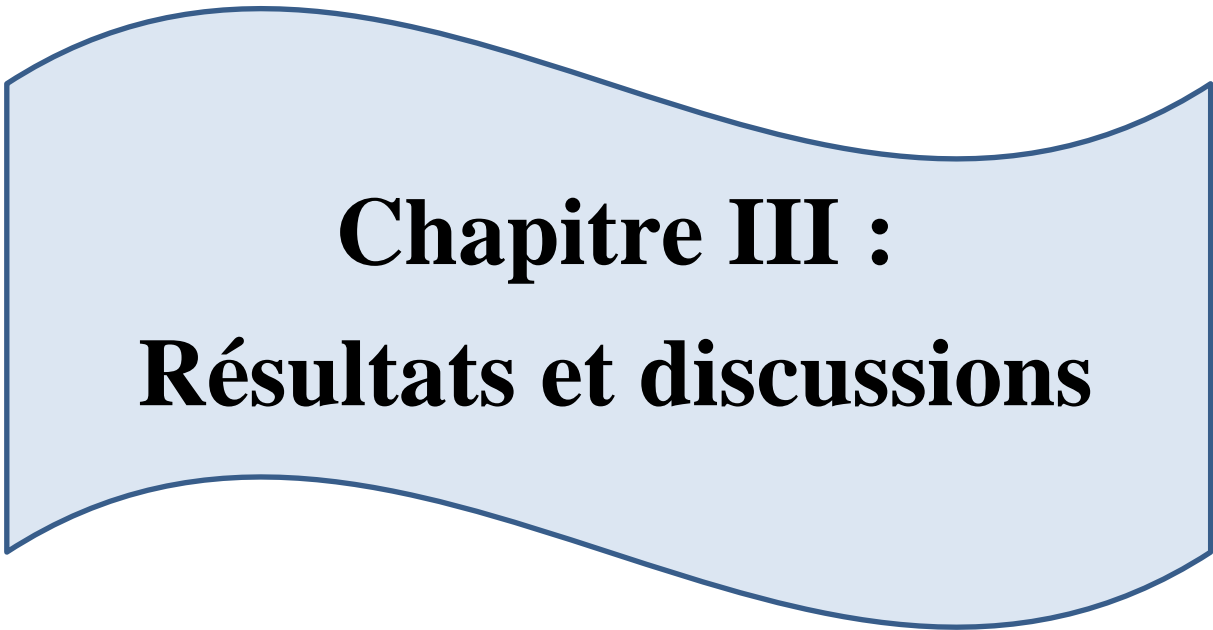
Introduction



Chapitre I : **Généralités**



Chapitre II :
Matériel et Méthodes



Chapitre III :
Résultats et discussions



Conclusion



**Références
bibliographiques**



Annexes

II- MATERIEL ET METHODES

Notre travail a été effectué au niveau du laboratoire d'assurance qualité de l'entreprise « PROMASIDOR DJAZAIR » durant une période de 3 mois (Mars - juin). Il consistait en des analyses physico-chimiques et microbiologiques de la pâte à tartiner « TWISCO » ainsi que le suivi (étuvage sous stress 47°C durant 1 mois) et une étude rhéologique du produit fini de deux marques (TWICO) et une autre marque de référence.

1-Matériel :

* Biologique :

Notre étude a porté sur le contrôle de 6 lots de pâte à tartiner « TWISCO » de matières premières (matière grasse, huile, sucre, poudre de cacao, poudre de lait, arôme de noisette, lécithine) au produit semi-fini et fini.

*Non biologique :

Il s'agit des appareillages et des milieux de culture présentés, réactifs et solutions utilisés (Annexe).

2- Méthodes :

2-1 Prélèvements et échantillonnage :

Les analyses microbiologiques et physico-chimiques concernent tous les ingrédients rentrant dans la composition de la pâte à tartiner « TWISCO » : matières premières et produits finis. Ces analyses se font à chaque arrivage des matières premières (sucre, cacao, huile et graisse végétale, arôme, poudre de lait) et prélèvement de la pâte à tartiner au cours de la chaîne de fabrication (produit semi fini) et après conditionnement (produit fini).

2-2 Milieux de culture et additifs

▪ Dilution pour les analyses microbiologiques

La solution mère ainsi que les dilutions décimales sont réalisées dans une solution d'eau physiologique ou d'eau peptonée tamponnée (EPT)

- Dilutions pour les analyses microbiologiques (préparation de l'échantillon pour essai selon la méthode de référence : règles générales NF EN ISO 6887-1 DE 1999 préparation des échantillons, de la suspension mère et des dilutions décimales)

La solution mère (SM) ainsi que les dilutions décimales sont réalisées dans l'eau physiologique ou l'eau peptone mais pas l'eau distillée pour respecter la pression osmotique et ainsi la survie des microorganismes.

➤ Dilutions décimales :

1 ml de SM + 9ml de diluant et homogénéisation : 10^{-1} , 1 ml de 10^{-1} + 9 ml de diluant : 10^{-2} , et ainsi de suite.

On homogénéise correctement au vortex ou par 25 tapotements rapides sur la paume de la main.

▪ Milieux de culture :

Plate count agar (PCA), Viande-fois (VF), Deoxychlorate agar, Giolitti Cantoni(GC), gélose Hektoen , Bouillion SFB, Chapman, Violet Red Bile Glucose Agar (VRBG), Oxytetracycline-Glucose-Yeast Extract Agar (OGA).

▪ Les additifs :

- a) Pour le milieu VF : Alun de fer et le sulfite de sodium sont ajoutés comme additifs.
- b) Pour le milieu GC : Téliurite de potassium est ajouté comme additif.
- c) Pour le milieu SFB : Sélénite de sodium ajouté comme additif.

L'ensemble des paramètres physico-chimiques et microbiologiques contrôlés sont récapitulés dans les tableaux suivants :

Tableau I – analyses microbiologies effectuées

M.P Germes	Arôme	Graisse végétale	Huile végétale	Lécithine De soja	Cacao	Poudre de lait	Sucre	Produit fini
Germe aérobie	X	X	X	X	X	X	X	X
Coliforme T	X					X		X
Coliforme F		X	X					X
Salmonella	X	X	X	X	X	X		
Moisissures	X			X	X	X	X	X
Levures	X	X	X		X	X	X	X
Clostridium S.R						X	X	
Streptocoque								X
Staphylococcus		X	X		X	X		X
Entérobactéries					X			

X : analyses effectuées

Tableau II – analyses physiques chimiques.

M.P Paramètres	Arôme	Graisse végétale	Huile végétale	Lécithine	Poudre de cacao	Poudre de lait	Sucre	Produit semi fini	Produit fini
Humidité	X	X	X	X	X	X	X		X
pH 10%	X			X	X	X			
Acidité grasse		X	X						
Indice de peroxyde		X	X						
Finesse					X		X		
Matière minérale						X			
Matière grasse						X			
Acidité						X			
Densité						X			
Brix (à 10%)								X	X
Taille des particules								X	X
Viscosité									X

2-3 -Les analyses physico-chimique :

Le but principal de ce contrôle est préventif. Il assure au consommateur la qualité organoleptique et la valeur nutritionnelle des produits et à l'unité de production, le respect et la confiance du client. Il permet de détecter d'éventuelles anomalies au cours de la fabrication et d'y remédier le plus vite possible.

2-3-1 Détermination de la teneur en eau de la poudre de lait : (JO n° 54 - 2013)

Principe :

Dessiccation de la poudre de lait à 100C° plus ou moins 2C° et pesée du résidu.

Mode opératoire

- Mélanger soigneusement l'échantillon pour laboratoire en secouant à plusieurs reprises et en retournant le récipient le contenant, éviter dans toute la mesure du possible, d'exposer à l'air, afin de réduire au minimum la modification de sa teneur en eau.
- Placer la capsule découverte et son couvercle dans l'étuve au moins pendant 1h, à la température de $103 \pm 2^\circ\text{C}$ couvrir ensuite la capsule et la placer dans le dessiccateur
- Laisser refroidir la capsule à température ambiante pendant 10 mn dans un dessiccateur et peser à 1,1 mg près. Introduire rapidement environ 3 g de la poudre de lait dans la capsule, remplacer le couvercle et peser immédiatement, à 0,1 mg près, puis mettre le tout (capsule + PDL + couvercle) dans l'étuve pendant 3h.
- Laisser refroidir la capsule à température ambiante pendant 10 mn dans le dessiccateur puis peser à 0,1 mg près. La teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse de produit.

Expression des résultats :

$$\frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \cdot 100$$

M0 : est la masse, en gramme de la capsule, du couvercle.

M1 : est la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai avant dessiccation.

M2 est la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai après dessiccation.

Prendre comme résultat la moyenne des deux déterminations si les conditions de répétitivité sont rempli

2-3-2 Détermination du potentiel d'hydrogène (pH) : (Méthode OICCC n° 9, 1963 ; hana112)**Principe :**

Le potentiel hydrogène (pH) est la concentration en ion d'hydrogène (H^+) d'une solution ionisée.

Mode opératoire :

- Dissoudre 10g de l'échantillon dans 100ml d'eau.
- Mélanger bien la solution pour qu'elle soit homogène.
- Plonger l'électrode dans le filtrat après étalonnage du pH-mètre.

Expression des résultats :

Lire directement le résultat sur le pH-mètre.

2-3-3 Détermination de l'acidité titrable : (JO n° 58 - 2015).**Principe :**

Titration de l'acidité par une solution alcaline en présence de phénolphthaléine.

Mode opératoire :

- Introduire 2g de poudre de lait dans 20 ml d'eau distillée, puis agiter vigoureusement.
- Laisser reposer environ 20 min.
- Ajouter à la solution 2 à 3 gouttes de phénolphthaléine puis titrer par une solution d'hydroxyde de sodium ($C(NaOH) = 0,1 \pm 0,0002 \text{ mol/L}$) jusqu'à ce qu'une goutte provoque une faible coloration rose persistant durant environ 5 secondes. La durée du titrage ne doit pas dépasser 45 secondes.

Expression des résultats :

- Noter le volume équivalent ($V_{\text{éq}}$) de la solution d'hydroxyde de sodium utilisé en millilitres à 0,05 ml près. L'acidité titrable en % est égale à :

$$0,045 \times V_{\text{éq}} \times 100$$

$$\text{ou : } 4,5 \times V_{\text{éq}}$$

2-3-4 Détermination de la matière grasse : méthode acido-butyrométrique (NF V04 – 155)**Principe**

De l'acide sulfurique concentré est additionné au lait afin de permettre une dissolution des protéines présentes. La séparation de la matière grasse du lait par centrifugation dans un butyromètre est favorisée par l'addition d'une petite quantité d'alcool amylique. La teneur en matière grasse est obtenue par lecture directe sur l'échelle du butyromètre.

Mode opératoire :

- Le butyromètre est rempli de 10 ml d'acide sulfurique recouvert de 7,5 ml d'eau et 1 à 2 ml d'alcool amylique.
- Peser 2,5 g de lait en poudre à l'aide d'une nacelle de pesée et les introduire dans le butyromètre avec un entonnoir et un pinceau à poils.
- Boucher puis placer le butyromètre dans une douille avec la poire en bas et agiter énergiquement jusqu'à l'obtention d'un mélange total du liquide en appuyant fermement avec le pouce sur le bouchon. Renverser plusieurs fois ; le butyromètre sert à bien répartir l'acide sulfurique restant dans la poire.
- Placer le butyromètre au bain-marie pendant 5 min à 65 °C
- Centrifuger à 350 tour/min pendant 5 min
- Retirer le butyromètre du centrifugeur et ajuster le bouchon, si nécessaire, pour amener la colonne de matière grasse dans la partie graduée
- Centrifuger à chaud une autre fois
- Lire après avoir de nouveau mis au bain-marie pendant 5 minutes.

Expression des résultats :

Après avoir enlevé le butyromètre du bain-marie, tenir celui-ci à la verticale de sorte que le ménisque de la colonne des lipides se trouve à la hauteur des yeux de l'utilisateur. A l'aide du bouchon, régler la ligne de séparation du liquide de dissolution/lipides sur un trait d'échelle du butyromètre et relever la hauteur de la colonne des lipides au point inférieur maximal du ménisque. Si la lecture prend plus longtemps, il faudra remettre le butyromètre dans le bain-marie.

2-3-5 Détermination de l'indice de réfraction ou degré Brix : (CRC,2006)**Principe**

Le principe est basé sur la réfraction de la lumière. Le réfractomètre donne par simple lecture, l'extrait sec du liquide sucré à 20°C.

Mode opératoire

- Vérifier que la température de l'échantillon est à 20 °C
- Placer à l'aide d'une pipette une goutte de l'échantillon sur la surface du prisme
- Appuyer sur le bouton lecture du réfractomètre

Expression des résultats :

Le taux de sucre (saccharose) = % directement lu sur l'écran du réfractomètre en : g de sucre / 100 g d'échantillon.

2-3-6 Détermination de la densité (NF.10.96.25)**Principe :**

L'échantillon est introduit dans un cylindre en acier inoxydable, pesé et exploité dans une Stampf-volumeter. Les résultats de la densité en vrac doivent être identifiés comme lâches, taraudés 100 fois.

Mode opératoire :

- Peser le cylindre sans le haut (enregistrer le poids W1). Adapter le cylindre et le haut ensemble et remplir avec de la poudre, (mélanger doucement le sachet contenant la PDL pour éviter de réduire la taille des particules de la poudre). Définir le nombre de coups à 100 fois pour la poudre de lait puis démarrer.
- Une fois que les coups sont terminés retirer le cylindre et peser à nouveau le cylindre contenant la poudre emballée (poids record que W2) et rapporter le volume V.

Expression des résultats :

La masse volumique apparente en (g/cm³) est égale à :

$$\frac{W1 - W2}{V}$$

❖ Dosage des protéines par méthode de Kjeldahl (sous-traitance) :

L'analyse n'est pas effectuée au niveau du laboratoire Promasidor, elle est sous-traiter par un laboratoire externe agréer.

2-3-7 Détermination de la matière minérale :**Principe**

Elle est déterminée par calcination de l'échantillon. Un chauffage puissant au four à 500°C permet la destruction et l'élimination totale des matières organiques qui se trouvent totalement dégradées en matières minérales qui s'échappent du creuset sous forme gazeuse, c'est la minéralisation (Alexis et Joachim,2016).

Mode opératoire

- Placer la capsule (creuset) découverte et son couvercle dans l'étuve au moins pendant 1h, à la température de 103 ± 2 °C couvrir ensuite la capsule et la placer dans le dessiccateur.
- Laisser refroidir la capsule à température ambiante pendant 10 mn dans un dessiccateur et peser à 1,1 mg près. Introduire rapidement environ 2 g de lait sec dans la capsule, replacer le couvercle et peser immédiatement, à 0,1 mg près, puis mettre le tout (capsule + PDL + couvercle) dans le four à moufle et régler en mode (cycle) poudre. Une fois le cycle terminer, utiliser une pince et des gants adapter (résistant à la chaleur), ne jamais tenir avec les mains.
- Laisser refroidir la capsule à température ambiante pendant 10 mn dans le dessiccateur puis peser à 0,1 mg près.

Expression des résultats :

. Le taux de cendre, exprimée en pourcentage en masse de produit, est donné par la formule :

$$\frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \cdot 100 \text{ ou } \frac{M_2}{M_1} \cdot 100$$

M0 : est la masse, en gramme de la capsule, du couvercle.

M1 : est la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai avant dessiccation.

M2 : est la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai après dessiccation.

Prendre comme résultat la moyenne des deux déterminations si les conditions de répétitivité sont remplies.

2-3-8 Détermination de la viscosité :

Principe :

Le principe de la viscosité est d'appliquer une force de mouvement au fluide en mettant en rotation, à vitesse constante, un mobile de taille définie.

Mode opératoire :

- Visser le Spindle délicatement puis allumer l'appareil (ce système d'accrochage est la partie fragile du dispositif).
- Mettre le pot de la pâte à tartiner au dessous puis faire descendre doucement le Spindle sans appliquer un cisaillement sur la surface de la pâte.
- Paramétrer l'appareil (densité, type de Spindle, vitesse de rotation et unité de mesure)
- Appuyé sur la touche de démarrage.

Expression des résultats :

Lire directement sur l'écran de viscosimètre, la valeur doit être stable et dans un intervalle de fidélité de 15% à 95% de préférence le plus proche possible de 50%.

2-3-9 Détermination de la finesse par l'analyse granulométrique`` Le tamisage par vibration`` : (NF P 18-560)

Principe :

L'analyse granulométrique permet de déterminer et d'observer les différents diamètres de grains qui constituent un granulat. Pour cela l'analyse consiste à séparer et classer à l'aide de tamis ces grains selon leur diamètre. Les grains ainsi isolés peuvent être pesés pour déterminer la proportion de chacun dans le granulat.

- Le tamisage par vibration s'effectue sur des matières sèches.
- L'échantillon analysé doit être en quantité suffisante pour être mesurable et pas trop important pour éviter de saturer les tamis ou de les faire déborder.
- La vibration fait descendre les grains au travers les tamis jusqu'à ce qu'ils soient bloqués par le tamis de la maille correspondante au diamètre inférieur ou proche du grain.

Mode opératoire :

- Pesez 100 gr de l'échantillon
- Déposez l'échantillon sur le tamis de diamètre le plus élevé
- Réglez les paramètres (cycle 5, vitesse de vibration 5 et durée du tamisage 3mn)
- Lancez l'opération
- Pesez les tamisats de chaque tamis (avec poids = pourcentage)

Expression des résultats :

Les pourcentages de tamisats retenus ou ceux des refus sont directement présentés puis comparés au seuils.

2-3-10 Étude de la dispersion des particules (Microscope) :**Principe :**

Une image numérique d'un échantillon est analysée en fonction du nombre, de la taille et de la distribution granulométrique des particules. Suivant l'application, les particules peuvent être des résidus organiques ou d'autres résidus. Les mêmes exigences fondamentales s'appliquent dans tous les cas : des mesures précises, une haute résolution, utilisation d'un logiciel d'analyse d'images.

Dans l'industrie agroalimentaire, la granulométrie et la distribution des particules sont souvent cruciales pour son efficacité. La distribution des particules doit être détectée et comparée avec la distribution spécifiée dans la norme. Pour améliorer le processus de fabrication, la taille des particules doit être optimisée (étape de broyage) afin d'obtenir la meilleure texture possible.

Mode opératoire :

- Ajouter une petite quantité d'échantillon dans un récipient en plastique
- Ajouter 1-2 gouttes de solution de glycérine pour disperser les globules gras
- Mélanger avec une petite spatule
- Ajouter 2-3 gouttes de solution d'iode pour colorer l'amidon
- Mélanger à nouveau
- Déposer une goutte du mélange sur une lame de microscope

- Permettre à une lamelle de glisser sur l'échantillon - ne pas appuyer
- Mettre la lame sous le microscope puis réglage .

Expression des résultats :

Observation directe sur microscope (image appareil photos numérique)

2-3-11 Détermination de la taille des particules :**Principe :**

La taille des particules est une propriété physique importante elle permet d'évaluer la texture de la pâte après fabrication. Un large éventail d'industries effectue régulièrement des mesures granulométriques sur des produits alimentaires.

Mode opératoire :

Pour ce faire il suffit d'ouvrir l'espace de mesure du micromètre et de mettre une couche de l'échantillon (la pâte à tartiner) sur la surface de contact de la partie fixe, de réduire l'espace de mesure en tournant le tambour jusqu'à proximité du produit et de finir la course de la partie mobile en tournant le limiteur de couple.

Expression des résultats :

La valeur est directement lue sur le cadran de l'instrument de mesure (micromètre).

❖ Étude rhéologique

L'étude a été effectuée au sein de laboratoire de rhéologie au niveau du département de génie des procédés d'université de Blida.

2-4 Analyses microbiologiques

Les bactéries contaminent de nombreux produits alimentaires et peuvent constituer un grave danger sur leurs qualités et leur conservation (**Giraud, 2012**).

L'objectif principal du contrôle microbiologique de la préparation alimentaire est

de révéler la présence éventuelle des microorganismes indésirables, et ceci dans le but d'assurer une meilleure qualité du produit fini.

Ces analyses sont effectuées pour les matières premières, le produit semi fini et le produit fini selon la norme JORA, 2015.

2-4-1 Recherche et dénombrement de la flore aérobie mésophile totale (FATM) à 30°C selon les normes NF EN ISO 4833-1 et 2 de 2013 :

Les microorganismes aérobies mésophiles ou *flore totale* reflètent l'histoire du produit et sont un indice de l'application des bonnes pratiques hygiéniques ou de la présence d'une flore d'altération. Ils peuvent être saprophytes ou pathogènes, endogènes, présents naturellement dans les matières premières ou apportés par les manipulations ou le process.

Ces micro-organismes peuvent par leurs quantités dégrader la denrée, altérer sa qualité marchande et même s'ils ne sont pas obligatoirement dangereux, provoquer des troubles digestifs ou allergiques chez le consommateur.

Mode opératoire :

- A partir des dilutions décimales allant de 10^{-3} à 10^{-1} , porter aseptiquement 1 ml dans une boîte de pétri vide préparée à cet usage et numérotée.
- Compléter ensuite avec 12 à 15 ml de gélose PCA fondue puis refroidie à $45^{\circ}\text{C} \pm 1$. Faire ensuite des mouvements circulaires et de va-et-vient en forme de (8) pour permettre à l'inoculum de se mélanger à la gélose utilisée. Laisser solidifier sur la paillasse
- Puis rajouter une deuxième couche d'environ 5 ml de la même gélose, cette double couche à un rôle protecteur contre les contaminations diverses. (Voire Fig. N⁰7)

Incubation :

L'incubation se fait à 30°C et on veille à mettre les boîtes Pétri à l'envers, afin d'éviter la formation de gouttelette sur la géloseensemencée.

La lecture se fait après 24h, 48h, à 72h.

Lecture :

Les boîtes positives représentent un halo plus clair autour de chaque colonie, lenticulaire blanchâtre en masse. (NA V08-051,1999).

Dénombrement :

Le dénombrement s'agit de compter toutes les colonies ayant poussé sur les boîtes en tenant compte les facteurs suivants :

- Il est possible de compter une boîte contenant plus de 300 colonies, les boîtes contenant moins de 15 colonies sont elles aussi écartées, les colonies sont trop rares et peuvent induire en erreur.
- Multiplier toujours le nombre trouvé par l'inverse de sa dilution,
- Faire ensuite la moyenne arithmétique des colonies entre les différentes dilutions.

Pour obtenir le nombre de germes par gramme de produit, on utilise la formule suivante :

$$N = \frac{\sum c}{V(n_1 + 0,1n_2)d} \text{ (Germes/g)}$$

N : Nombre d'UFC par gramme ou par ml de produit ;

$\sum c$: Somme des colonies des boîtes interprétables ;

V : volume de solution déposée (1ml) ;

n_1 : Nombre de boîte considérée à la première dilution retenue ;

n_2 : Nombre de boîte considérée à la seconde dilution retenue ;

d : Facteur de la première dilution retenue

2-4-2 Recherche et dénombrement des coliformes selon (NA 6803 /90) :

Les coliformes totaux regroupent des microorganismes tests de contamination, fécale ou non. Ils peuvent être banals comme certains coliformes pigmentés en jaune spécifiques des végétaux, ou, contaminants issus des matières fécales des hommes et des animaux.

Ils ne sont pas définis biochimiquement puisqu'ils regroupent plusieurs microorganismes différents (les E. coli, Klebsiella, Enterobacter et Citrobacter) aussi ne sont-ils pas retenus comme indicateurs d'hygiène par l'UE.

Un certain nombre de ces coliformes se multiplient encore à 45°C.

Mode opératoire :

A partir des dilutions décimales 10^{-3} à 10^{-1} , dans une boîte de pétri vide préparée à cet usage et numérotée. Cette opération doit être effectuée en double pour chaque dilution car :

La première série de boîtes sera incubée à 37 °C et sera réservée à la recherche des coliformes totaux.

La deuxième série de boîtes sera incubée à 44 °C et sera réservée à la recherche des coliformes fécaux.

- On transfère aseptiquement à l'aide de pipette Pasteur 1ml d'échantillon et de ses dilutions décimales dans une boîte pétri.
- On coule ensuite de 20 ml du milieu Deoxycholate agar parfaitement homogénéisé par des mouvements circulaires de va-et-vient en forme de "8", et laisser solidifier.
- On coule 5ml Deoxycholate agar. Cette double couche a un rôle protecteur contre les contaminations diverses.
- On mentionne sur le couvercle de chaque boîte : la date à laquelle on a fait les analyses, le numéro de l'unité et de lot, la dilution décimale, et la température de 30C pour la recherche des coliformes totaux, et 44°C pour la recherche des coliformes fécaux. (Voire Fig. N⁰8)

Incubation :

Les boîtes de pétri seront donc incubées couvercle en bas pendant 24 à 48 h à :

- 37 °C pour la première série (recherche des coliformes totaux)
- 44 °C pour la deuxième série (recherche des coliformes fécaux)

Les tubes seront donc incubés à 44 °C pendant 24 à 48 h (identification biochimique des coliformes fécaux)

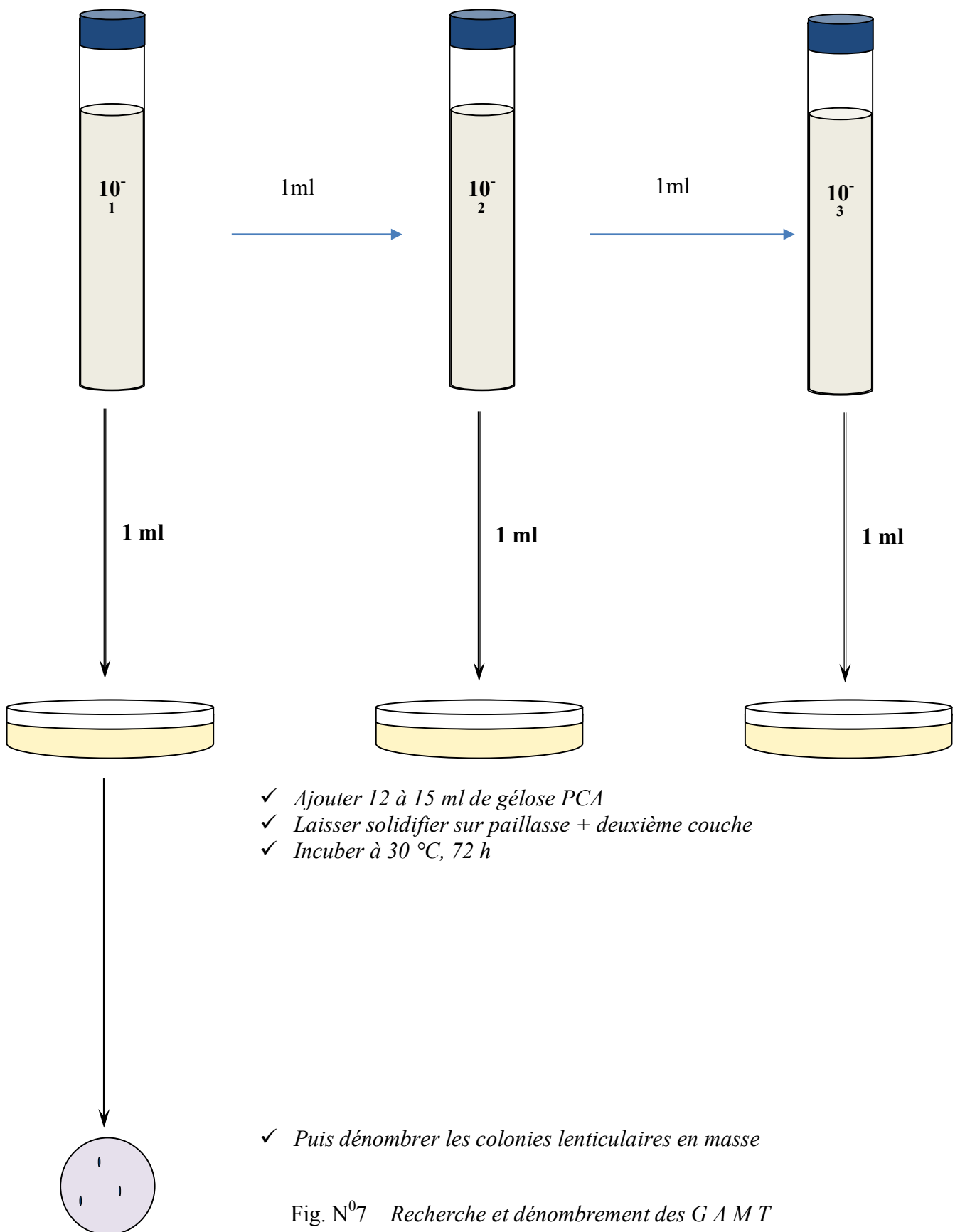
Lecture :

Les colonies des coliformes totaux et fécaux apparaissent en masse sous forme de petites colonies de couleur rouge foncé et de 0,5 mm de diamètre.

Dénombrement :

Il s'agit de compter toutes les colonies ayant poussé sur les boîtes en tenant compte des facteurs suivant :

- Multiplier toujours le nombre trouvé par l'inverse de sa dilution.
- Faire ensuite la moyenne arithmétique des colonies entre les différentes dilutions,
- il est impossible de trouver plus de coliformes fécaux que de coliformes totaux.

Fig. N⁰7 – Recherche et dénombrement des G A M T

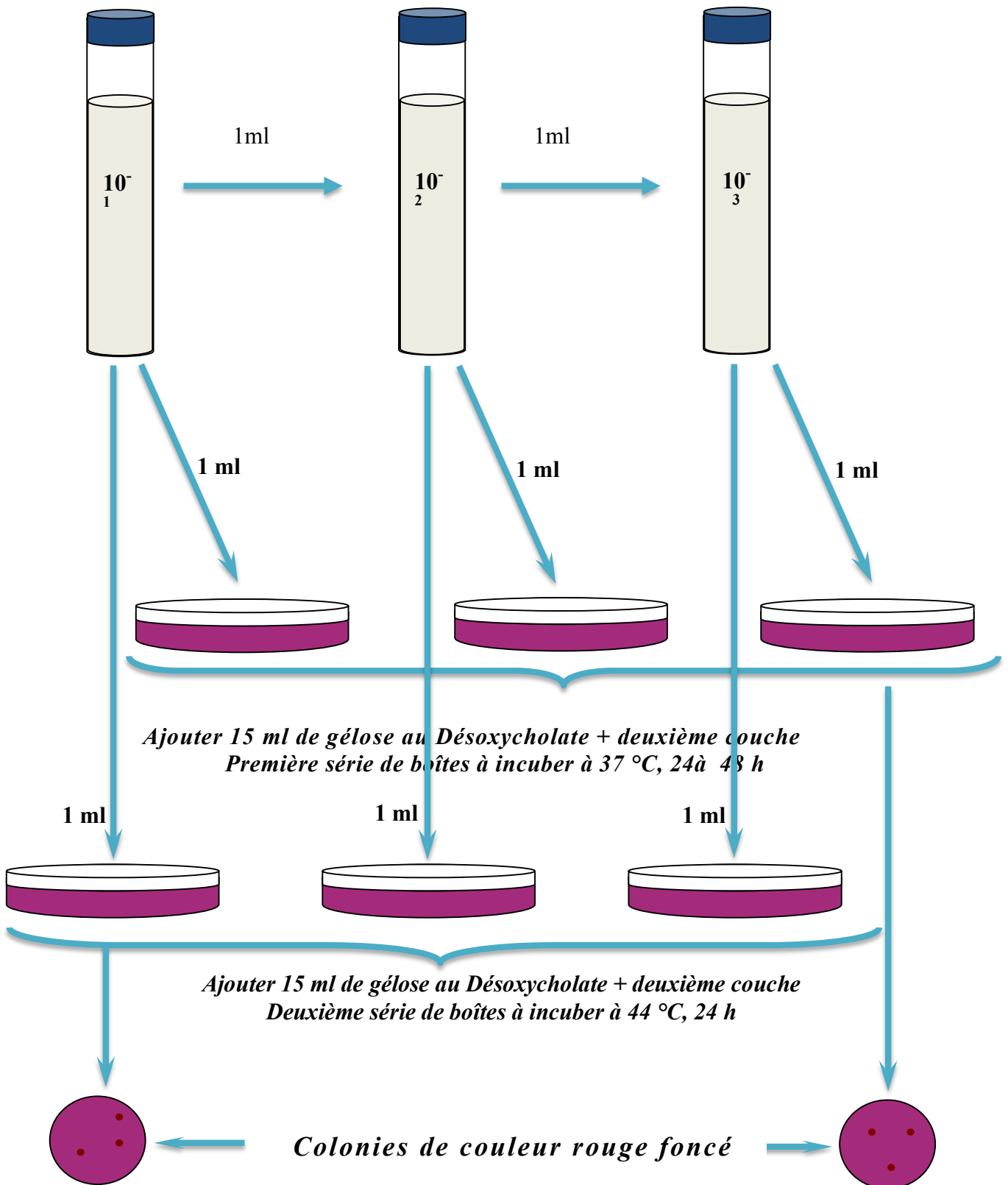


Fig. N°8 – Recherche et dénombrement des coliformes (milieu solide)

2-4-3 Recherche et dénombrement des levures et moisissures selon (NF V 08-059)

Les levures et les moisissures sont des champignons hétérotrophes, organismes eucaryotes uni ou multicellulaires. La structure de la cellule est celle d'une cellule eucaryote.

Les levures sont des champignons unicellulaires qui constituent un groupe morphologique relativement homogène.

Les moisissures sont des champignons filamenteux uni ou multicellulaires.

Mode opératoire :

- A partir des dilutions décimales retenues (10^{-1} , 10^{-2} et 10^{-3}), transférer aseptiquement 4 gouttes de chaque dilution aux boîtes de pétri contenant le milieu OGA préalablement fondu et solidifié.
- Étaler sur toute la surface du milieu à l'aide d'un râteau stérile. (Voir fig. N° 9)

Incubation :

L'incubation de ces boîtes se fait à 20 °C couvercle en bas pendant 5 jours en surveillant quotidiennement les boîtes pour éviter l'envahissement des moisissures sur le milieu.

Lecture :

Les colonies des levures sont brillantes, rondes et bombées, de couleurs différentes, de formes convexes ou plates et souvent opaques.

Les colonies de moisissures sont épaisses, filamenteuses, pigmentées ou non, à aspect velouté et sont plus grandes.

Expression des résultats :

- La première lecture doit se faire après 48h d'incubation. Étant donné qu'on a pris 4 gouttes des dilutions décimales et qu'on considère que dans 1 ml il y a 20 gouttes. Pour revenir à 1 ml, il faut multiplier le nombre trouvé par 5.
- Les colonies de levures ressemblent à celles des bactéries. Elles sont rondes, bombées et brillantes. Pour les moisissures, les colonies sont filamenteuses à aspect velouté.
- Dénombrer les colonies et le résultat est exprimé selon la formule précédente (utilisée pour la FAMT)).

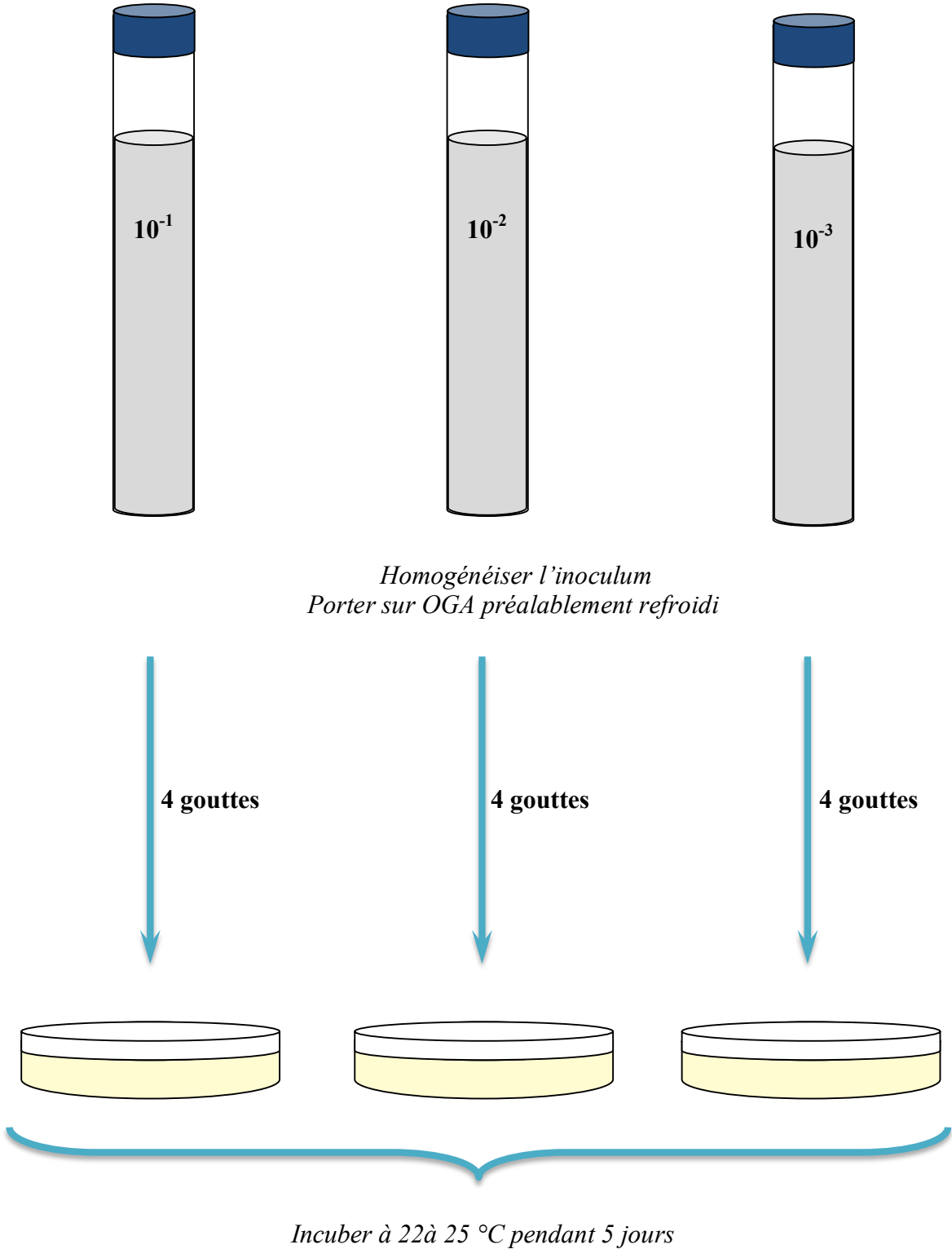


Fig. N°9 – Recherche et dénombrement des levures et moisissures

2-4-4 Recherche et dénombrement des anaérobies sulfite – Réducteurs (NF ISO 15213/2003)

Soit les Clostridium SR ou ASR, les Bacillus SR aéro-anaérobies ou BSR et les entérobactéries SR. Les bacillaceae sont sporulées et certaines souches sont capables de dégrader le sulfite de Sodium en sulfure qui, associé à un sel de Fer, donne des halos noirâtres plus ou moins importants autour des colonies. Les clostridium perfringens, d'origine tellurique et /ou fécale, est représentatif des anaérobies sulfite-réducteur.

MODE OPERATOIRE

- À l'aide d'une pipette stérile, transférer dans un tube, 1 mL d'échantillon pour essai si le produit à tester est liquide, ou 1 mL de suspension mère pour les autres produits. Opérer de la même façon pour les autres dilutions.
- Faire subir à l'inoculum un traitement thermique pour éliminer les formes végétatives de bactéries formant des spores et/ou les bactéries non sporulées.

Les températures et les temps de chauffage varient selon les besoins, allant de combinaisons produisant un effet de pasteurisation marqué à un effet d'activation des spores par la chaleur (par exemple 75°C pendant 20 min) à une ébullition de plusieurs minutes. Dans ce cas, le résultat peut être donné en nombre de spores de bactéries sulfite- réductrices se développant en conditions anaérobies.

- Ajouter environ 15 ml de gélose VF en surfusion. Il convient que le temps écoulé entre l'introduction de l'inoculum et l'addition du milieu gélosé n'excède pas 15 minutes. Bien mélanger en faisant rouler le tube entre les paumes des deux mains, puis laisser le milieu se solidifier.

Après solidification, verser dans chaque tube 2 ml à 3 ml du même milieu, de manière à recouvrir la couche précédente.

Incubation :

Après solidification, incuber les tubes à 46°C ± 1°C pendant 24 h 48 h.

Lecture :

Lire les résultats après 24h et après 48h, selon le degré de coloration noire et le taux de croissance des micro-organismes. Les colonies noires, éventuellement entourées d'une zone noire, sont dénombrées comme des bactéries sulfite-réductrices.

Il peut se produire un noircissement diffus et non spécifique du milieu. La croissance des bactéries anaérobies, qui produisent seulement de l'hydrogène, peut également réduire le sulfite présent et provoquer un noircissement général du milieu. (Voire fig. N°10).

Dénombrement :

Ne tenir compte que des tubes dans lesquels les colonies sont bien séparées. Une colonie caractéristique est celle qui est de couleur noire, ayant poussé en masse et d'un diamètre supérieur à 0,5 mm

En respectant le protocole, les colonies concernées poussent au bas du tube, là où le gradient d'oxygène est le plus faible.

Multiplier le nombre trouvé par l'inverse de sa dilution. Calculer la moyenne arithmétique des colonies entre les différentes dilutions.

2-4-5 Recherche et des dénombrements salmonelles (NF ISO 6888)

Salmonelles micro-organismes Gram négatif, appartenant au groupe des entérobactéries. Sur des milieux sélectifs solides ils donnent des colonies typiques possédant les caractéristiques biochimiques et sérologiques décrites dans la présente méthode.

Mode opératoire :

La prise d'essai pour la recherche des salmonelles est particulière car la recherche se fait sur 25 g de produit solide ou 25 ml de produit liquide.

1. Pré-enrichissement :

Selon le produit analysé, on prélève 25g de produit analysé puis on introduit dans un flacon contenant 225 ml d'eau peptone, on incube à 37°C pendant 24 heures.

2. Enrichissement primaire :

L'enrichissement doit s'effectuer après transfert de 1 ml de la suspension de pré-enrichissement dans un milieu sélectif SFB répartie à raison de 10 ml par tube + additif sélénite acide de sodium. On incube à 37°C pendant 24h.

Le résultat positif se traduit par un virage de la couleur du milieu du jaune au rouge brique.

3. Enrichissement secondaire et Isolement :

Le bouillon SFB positif fera l'objectif :

- d'un enrichissement secondaire sur bouillon SFB en tube à raison de 0,1 ml par tube.

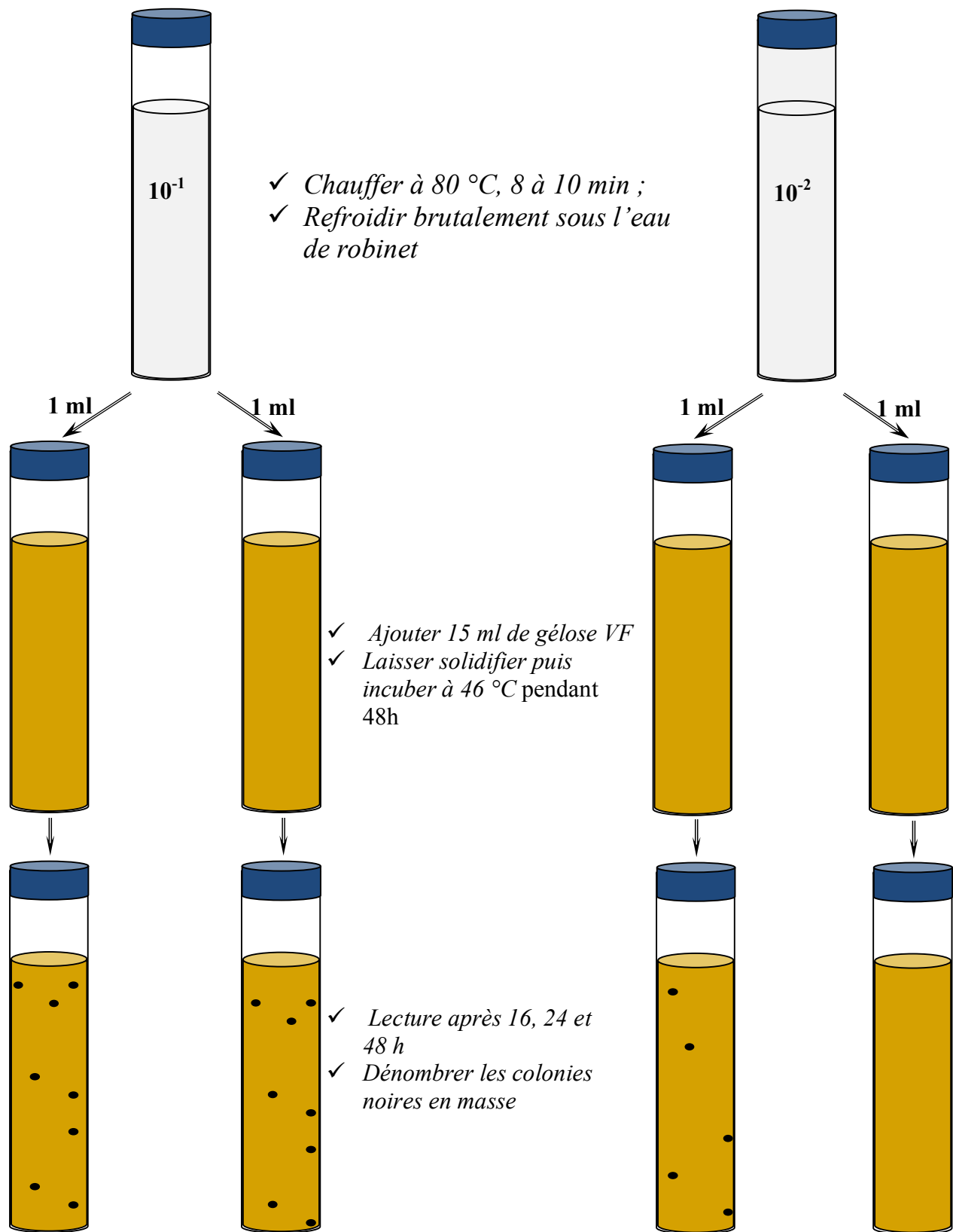


Fig. N^o10 –Recherche et dénombrement des spores de *Clostridium sulfito-réducteurs*

- d'un isolement sur gélose Hektoen préalablement coulé en boîte
- l'incubation se fait à 37C pendant 24h et en veille à mettre les boîtes pétri à l'inverse, afin d'éviter la formation de gouttelette sur la gélose ensemencée.
- à partir du milieu d'enrichissement secondaire, un second isolement est réalisé sur milieu de la gélose Hektoen dans une boîte de pétri qui sera incubée à 37C pendant 24h.

Lecture des boîtes et identification :

Les colonies de salmonelles apparaissent en bleu vert avec un centre noir.

(Centre noir dû à la production d'H₂S) (Voire fig. N⁰11).

2-4-6 Recherche et dénombrement de Staphylococcus aureus : (NF V 08-057)

Les Staphylococcus aureus appartiennent à la famille de Micrococcaceae. Ce sont des Cocci à Gram positif, non sporulés, aéro–anaérobies facultatifs, immobiles, halophiles, se divisent en plusieurs plans en formant des amas irréguliers, coagulase, protéase et catalase positives (Bourgeois *et al.*, 1996).

Mode opératoire

1.Préparation du milieu d'enrichissement :

Au moment de l'emploi, ouvrir aseptiquement le flacon contenant le milieu Giolitti Cantoni pour y ajouter 15 ml de la solution de Tellurite de potassium. Mélanger soigneusement. Le milieu est alors prêt à l'emploi.

2. Enrichissement :

A partir des dilutions décimales retenues, porter aseptiquement 1 ml par dilution dans un tube à vis stérile. Ajouter par la suite environ 15 ml du milieu d'enrichissement. Bien mélanger le milieu et l'inoculum. (Voire Fig. N⁰12)

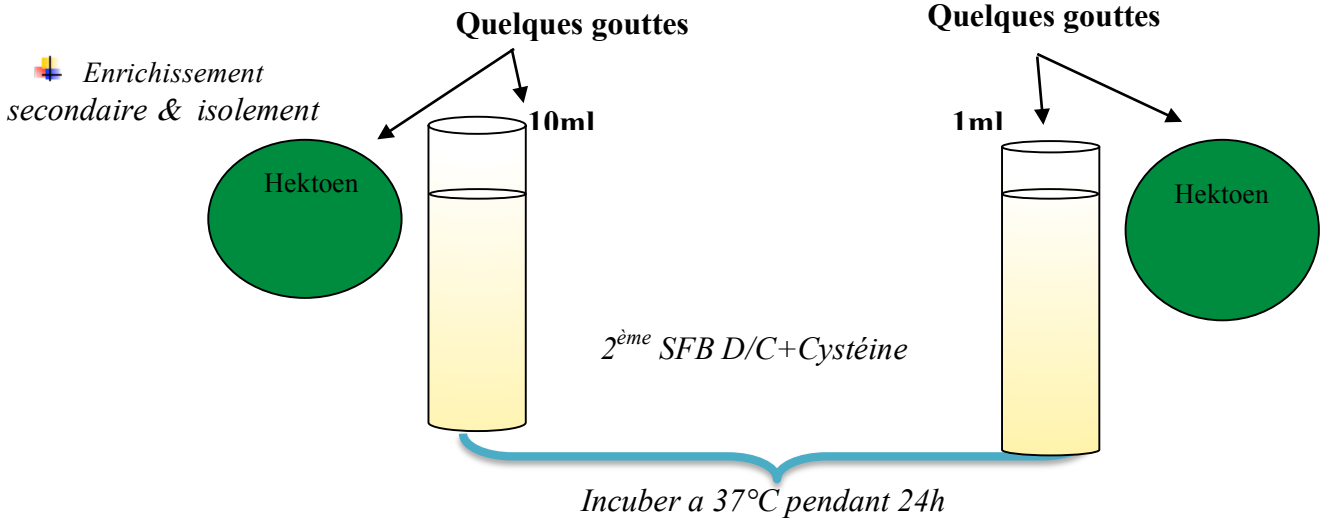
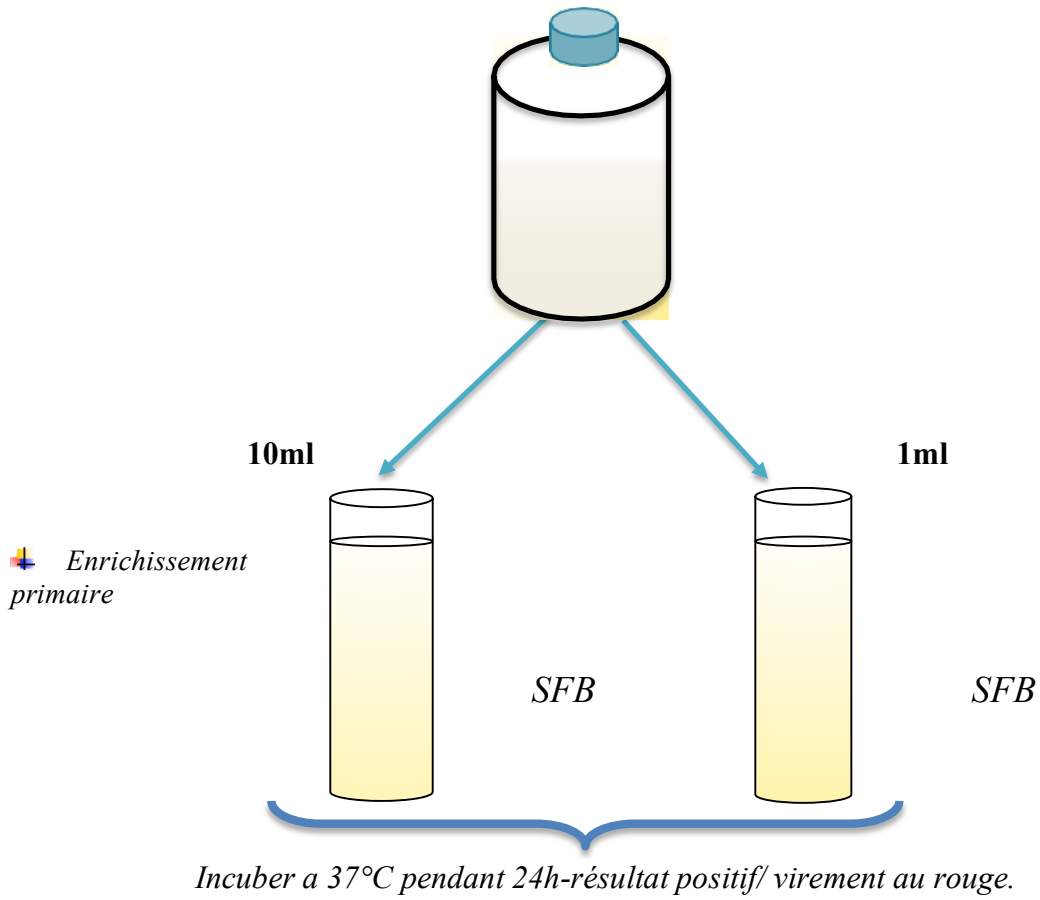
- **Incubation :**

L'incubation se fait à 37 °C pendant 24 à 48 h

- **Lecture :** Seront considérés comme positifs, les tubes ayant virés au noir.

Pour s'assurer qu'il s'agit bien d'un développement de *Staphylococcus aureus*, ces tubes feront l'objet d'un isolement sur gélose Chapman préalablement fondu, coulé en boîtes de pétri et bien séchée.

✚ Pré enrichissement à 37°C pendant 18 a 24h



Résultat positif : colonies bleus vertes avec un centre noir

Fig. N°11 – Recherche des salmonelles

Les boîtes de Chapman ainsi ensemencées seront incubées à leur tour à 37 °C pendant 24 à 48 h. après ce délai, repérer les colonies suspectes à savoir les colonies de taille moyenne, lisse, brillantes, pigmentés en jaune et pourvues d'une coagulase et d'une catalase.

Expression des résultats :

- Si à la dilution 10^{-3} , le tube a noirci au bout de 24 h d'incubation, mais à l'isolement sur Chapman il n'y a pas des colonies caractéristiques ; ce tube est considéré comme négatif.
- Si par contre à la dilution 10^{-1} , le tube a noirci au bout de 24 h d'incubation, et à l'isolement, il y a des colonies caractéristiques, il faut tenir compte de la dilution en question, car le nombre réel de *Staphylococcus aureus* correspond à l'inverse de la dilution. Dans ce cas, il y a donc 10 *Staphylococcus aureus* par g ou ml du produit à analyser.

- **Épreuve de la coagulase :**

Pour s'assurer de la spécificité des colonies de *staphylocoques*, procéder comme suit :

Soumettre au moins cinq colonies typiques par boîte, en les transférant dans des tubes contenant du bouillon spécial, à raison d'une colonie par tube.

Faire incuber à l'étuve, à $37 \pm 1^\circ \text{C}$, pendant 24 heures.

Introduire 0,5 ml de chaque culture ainsi obtenue, dans un tube stérile distinct, contenant 0,5 ml de plasma de lapin, bien mélanger.

Faire incuber à l'étuve, à $37 \pm 1^\circ \text{C}$, et examiner les tubes après 2 heures et 6 heures d'incubation, en vue de déceler toute coagulation du plasma de lapin.

Si au moins cinq colonies coagulent le plasma de lapin, conclure à la présence de staphylocoques à coagulase positive dans la dilution correspondante de l'échantillon.

- **Épreuve de la catalase :**

Placer une goutte d'une solution de peroxyde d'hydrogène sur une lame de microscope. Prélever une colonie avec une pipette pasteur et l'émulsionner doucement dans la goutte de H_2O_2 une des deux gouttes.

Observer immédiatement et après 5 minutes s'il y a apparition (catalase positive) ou absence (catalase négative) de bulles d'oxygène.

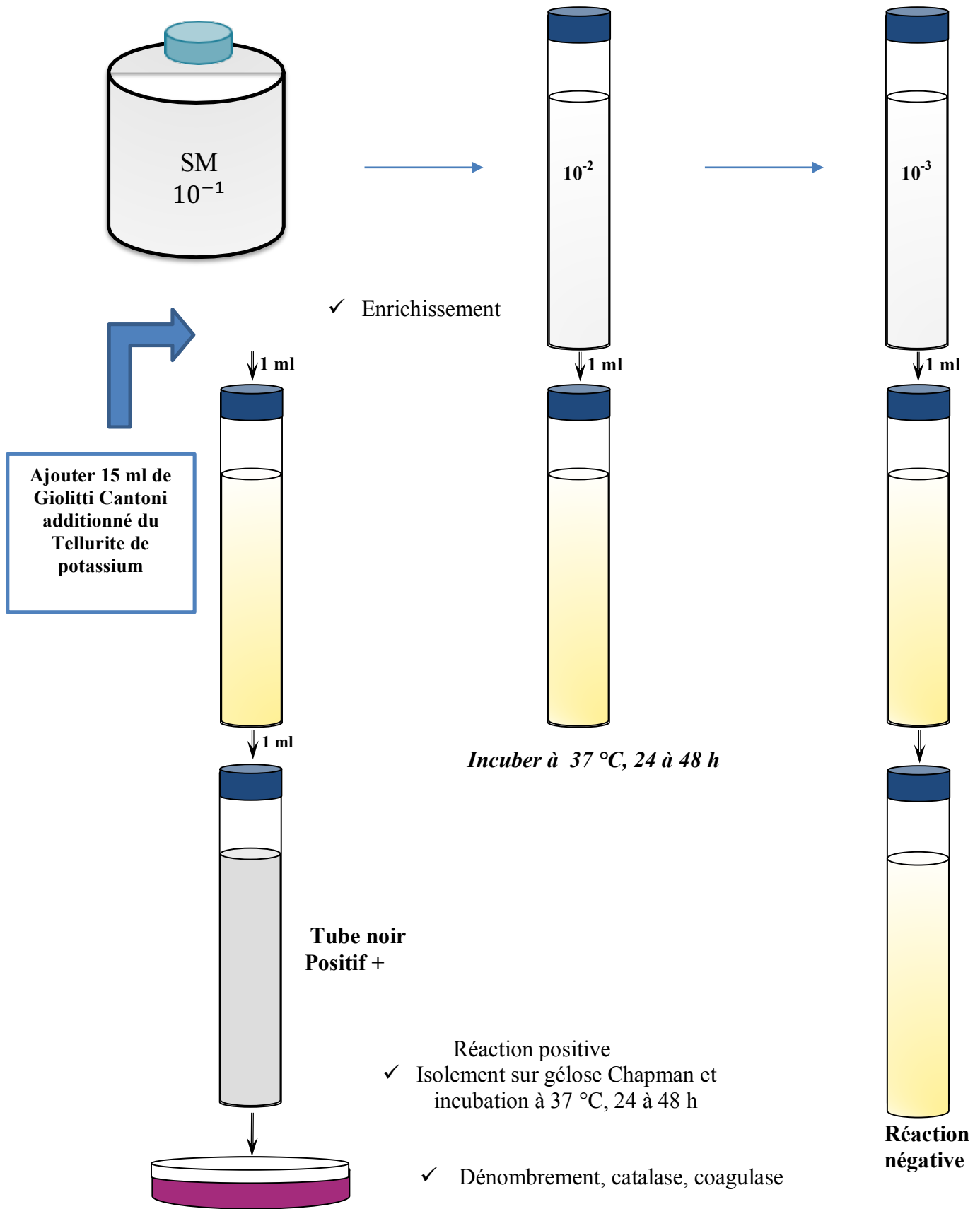


Fig. N^o12 – recherche et dénombrement des *Staphylococcus aureus*

2-4-7 Recherche et dénombrement des Entérobactéries : (NF 08-054)

Les entérobactéries sont définies par un ensemble de caractères généraux communs. Ce sont des bacilles à Gram négatif, non sporulés, le plus souvent mobiles grâce à une ciliature péri triche, mais immobiles chez certains genres. Elles sont aérobies – anaérobies facultatives et elles fermentent le glucose avec ou sans production du gaz et réduisent les nitrates en nitrites (sauf certaines souches). Elles n'ont pas d'oxydase et elles possèdent une catalase (Bernard et Alain, 2003).

Mode opératoire :

Le dénombrement s'effectue en gélose au cristal violet, rouge neutre, bile, glucose (VRBG).

A partir de la suspension mère et les dilutions décimales porter 1 ml dans des boîtes de pétri stériles vides préparées à cet usage et numérotées.

Couler 12 à 15 ml de la gélose VRBG fondue et ramenée à $45\text{ °C} \pm 1$. Bien mélanger l'inoculum en milieu. Laisser solidifier sur la paillasse. Couler en surface environ 5 ml du milieu sélectif. Laisser solidifier. (Voire Fig. N°13)

• Incubation :

Placer les boîtes retournées dans une étuve à 37°C pendant 24 h.

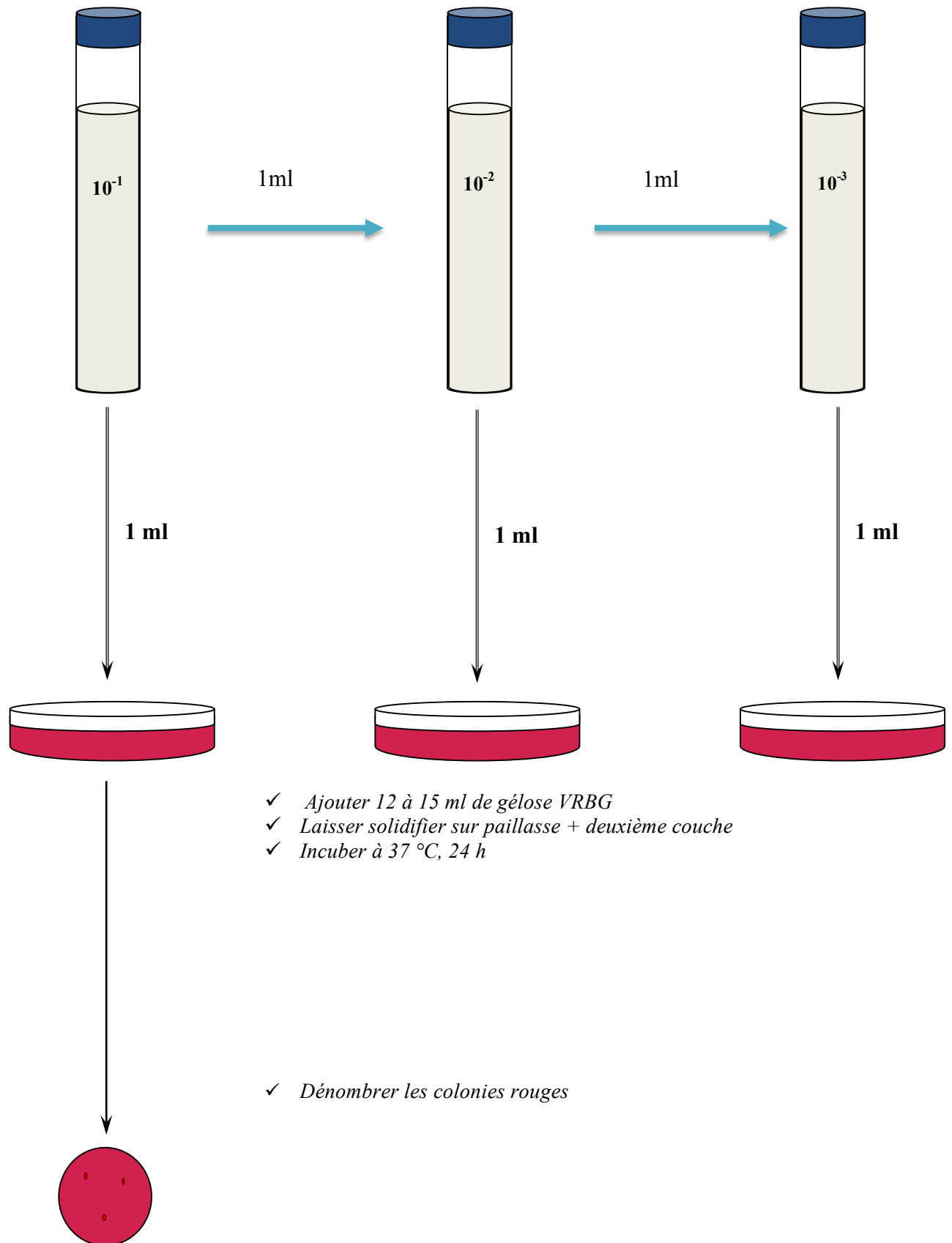
• Lecture

Dénombrer les colonies rouges foncées (avec un halo de précipité rouge foncé).

• Expression des résultats :

Le dénombrement s'agit de compter toutes les colonies ayant poussé sur les boîtes en tenant compte les facteurs suivants :

- Ne dénombrer que les boîtes contenant entre 15 et 300 colonies,
- Multiplier toujours le nombre trouvé par l'inverse de sa dilution,
- Faire ensuite la moyenne arithmétique des colonies entre les différentes dilutions.

Fig. N^o13 – Recherche et dénombrement des enterobactéries

2-4-8 Recherche et dénombrement des Streptocoques fécaux

La recherche et le dénombrement des Streptocoques fécaux se fait en milieu liquide par la technique du NPP (Nombre le Plus Probable).

Mode opératoire :

Cette technique fait appel à deux tests consécutifs à savoir :

Le test de présomption : sur milieu de Rothe.

Le test de confirmation : réservé à la confirmation réelle des Streptocoques fécaux à partir des tubes positifs du test de présomption sur milieu EVA. (Voir Fig. N°14)

A- Test de présomption.

A partir de l'eau à analyser, porter aseptiquement :

50 ml dans un flacon contenant 50 ml de milieu ROTHE D/C,

5 fois 10 ml dans 5 tubes contenant 10 ml de milieu ROTHE D/C,

5 fois 1 ml dans 5 tubes contenant 10 ml de milieu ROTHE S/C.

Bien mélanger le milieu et l'inoculum.

Incuber à 37°C pendant 24 à 48h.

Lecture :

Sont considérés comme positifs les tubes présentant un trouble microbien, seulement ces derniers :

- Ne doivent en aucun cas faire l'objet de dénombrement
- Doivent par contre, absolument faire l'objet d'un repiquage sur milieu Eva Litsky dans le but d'être confirmés.

B- Test de confirmation.

Le test de confirmation est basé sur la confirmation des Streptocoques fécaux éventuellement présents dans le test de présomption. Les tubes de Rothe trouvés positifs feront donc l'objet d'un repiquage à l'aide d'une anse bouclée dans des tubes contenant le milieu Eva Litsky. Bien mélanger le milieu et l'inoculum.

L'incubation se fait cette fois-ci à 37°C, pendant 24 h.

Lecture :

Sont considérés comme positifs, les tubes présentant à la fois, un trouble microbien et une pastille violette (blanchâtre) au fond des tubes.

La lecture finale s'effectue également selon les prescriptions de la table du NPP.

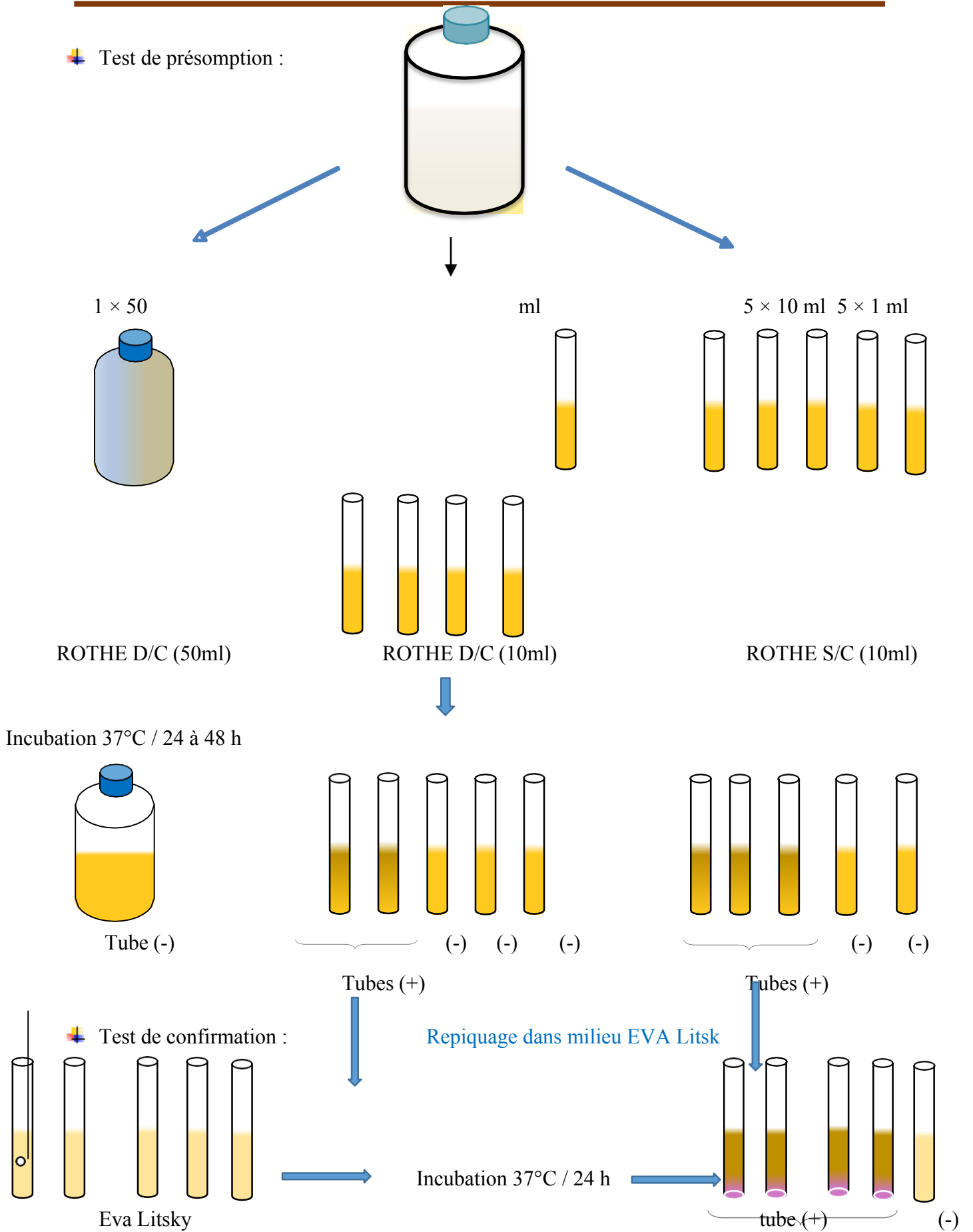


Figure 14 : Recherche des Streptocoques fécaux

III- RESULTATS ET DISCUSSION

1- Résultats des analyses physico-chimiques

1-1 Matières premières

1-1-1 Humidité :

Tableau III : Résultats des analyses de l'humidité effectuée sur les matières premières (%)

Matières premières	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5	Lot 6	Moyenne	Norme
Poudre de lait	2,48	2,43	2,77	2,59	2,66	2,48	2,57	Max 03
Poudre de cacao	3,42	3,59	4,01	3,42	3,42	3,41	3,55	< 4,5%
Sucre	0,02	0,02	0,04	0,02	0,059	0,03	0,03	< 0,06%
Graisse végétale	0,09	0,09	0,06	0,088	0,08	0,059	0,08	< 0,1%
Lécithine	0,9	0,1	0,8	1,04	1,50	0,9	0,87	< 2%
Arôme de noisette	74,2	74,7	74,3	65,2	51,22	74,4	69,00	45 – 75%

Les teneurs en eau retrouvées sont conformes aux normes, et ceci est dû principalement aux bonnes conditions d'entreposage (température et humidité) du producteur jusqu'à l'industriel (production).

Afin d'éviter l'augmentation du taux d'humidité, le conditionnement des poudres se fait dans des sacs en polyéthylène doublé de sac en papier et pour les huiles au niveau des bacs

1-1-2 Potentiel d'hydrogène (pH) :

Tableau IV : Résultats des analyses du pH effectué sur les matières premières

Matières premières	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5	Lot 6	Moyenne	Norme
PDL	6,61	6,61	6,60	6,69	6,63	6,61	6,63	6,60 - 6,90
Cacao	5,39	5,41	5,87	5,49	5,21	5,53	5,48	5,2 - 6,0
Lécithine	7,73	6,99	7,86	6,85	6,82	6,79	7,17	6,8 - 8,2
Arôme de noisette	4,20	4,39	4,52	3,67	3,59	4,29	4,11	03 - 05

Les valeurs du PH en général représentent l'état de fraîcheur des matières premières, les résultats sont conformes aux normes, donc on peut déduire que les matières premières ont une bonne stabilité biologique.

1-1-3 Indice de peroxyde

Tableau V : Résultats des analyses de l'indice de peroxyde effectuées sur deux matières premières

Matières premières	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5	Lot 6	Moyenne	Norme
Graisse végétale	2,5	2,5	2,8	2,3	2,3	2,4	2,47	< 5 méq O ₂ /kg
Huile végétale	3,1	3,4	3,49	3,66	3,54	3,41	3,43	< 5 méq O ₂ /kg

D'après le tableau V, nous constatons la conformité des résultats du test d'indice de peroxyde effectué sur les deux matières premières par rapport à la norme.

On peut dire que l'huile et la graisse végétale sont assez fraîches et ont été bien conservées au niveau des bacs, ce qui assure qu'il n'y a aucun contact avec l'air qui favorise le phénomène de rancissement.

D'après Benhayoun (2007), l'indice de peroxyde est le test le plus courant d'évaluation du niveau de l'oxydation des huiles, au contact de l'oxygène de l'air, l'huile s'oxyde. C'est alors que le goût de rance apparaît. L'indice de peroxyde représente la mesure du vieillissement de l'huile et augmente avec le temps.

1-1-4 l'acidité grasse

Tableau VI : Résultats des analyses de l'acidité grasse effectuées sur deux matières premières

Matières premières	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5	Lot 6	Moyenne	Norme
Graisse Vge	0,05	0,06	0,07	0,04	0,06	0,04	0,05	< 0,1 %
Huile Vge	0,07	0,04	0,04	0,07	0,09	0,04	0,06	≤ 0,1 %

D'après les résultats obtenus de l'indice d'acide des deux matières premières, nous constatons

que les valeurs sont inférieures à la norme, donc nous pouvons conclure que ces huiles importées sont de bonne qualité.

1-1-5 Suite d'autre paramètre de la poudre de lait

Tableau VII : Résultats des analyses effectuées sur la poudre de lait

Paramètres	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5	Lot 6	Moyenne	Norme
M. minérale	4,12	5,20	4,27	4,06	4,10	4,13	4,31	Max 08%
M. grasse	28	27	29	29	28	27	28,00	Min 26%
Acidité	0,13	0,12	0,14	0,14	0,13	0,14	0,13	0,11 – 0,15%
Densité	0,53	0,55	0,54	0,52	0,53	0,53	0,53	0,50 - 0,55%

Les résultats des analyses physico chimiques de la poudre de lait sont conformes aux normes requises par l'entreprise.

La teneur de la poudre en matière grasse a une moyenne inférieure à celle requise par l'entreprise ce qui la rend conforme aux normes, ceci démontre que la composition en matière grasse a été respectée.

1-1-6 Finesse

Tableau VIII : Résultats des analyses de la finesse effectuée sur deux matières premières

Matières premières	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5	Lot 6	Moyenne	Norme
Cacao	99,2	99,8	99,1	99,7	99,8	97,4	99,17	> 60%
Sucre	41,23	41,29	41,59	42,17	42,98	41,12	41,73	< 45 %

Le paramètre de porosité nous donne une indication sur la taille des particules de cacao et de sucre afin de permettre un broyage idéal du mélange de préparation de la pâte à tartiner. Pour cela une analyse comparatif est nécessaire pour raison de vérification et de validation. Les résultats obtenus du test de finesse (tamisage) sont conformes aux seuils fixés.

1-2 Produit semi fini**Tableau IV : Résultats des analyses de deux paramètres effectuées sur le produit semi fini**

Paramètres	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5	Lot 6	Moyenne	Norme
Humidité	1,21	0,50	0,59	0,49	0,52	0,98	0,72	< 2%
Brix	5,1	5,2	5,6	5,6	5,7	5,6	5,47	5 – 6 %

Les résultats des analyses des deux paramètres portés dans le tableau montrent que le produit semi fini est conforme aux normes. Cette conformité se traduit par le respect du stockage des matières premières et aussi due au suivit rigoureux des consignes se dosage du sucre.

1-3 Produit fini**Tableau X : Résultats des analyses de quatre paramètres effectuées sur le produit fini**

Paramètres	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5	Lot 6	moyenne	Norme
Humidité	0,46	0,50	0,52	0,49	0,51	0,41	0,48	< 2%
Taille des particules	10	14,5	17	16	16,5	20	15,67	< 30 µm
Viscosité	55257 1	498727	598765	609983	587653	687653	589225	< 950000 Cp
Brix	5,5	5,2	5,6	5,6	5,9	5,6	5,57	5 – 6 %

Les résultats des analyses des quatre paramètres portés dans le tableau montrent que le produit fini est conforme aux normes. Cette conformité nous informe sur le respect des doses de la recette lors de la préparation du produit, aussi cette conformité s'explique par le respect des bonnes conditions de fabrication.

Le brix est un paramètre très important pour déterminer la quantité de la matière sèche dissoute totale. Ce paramètre influence négativement sur le gout et la texture du produit fini.

La vérification de la conformité du produit fini du point de vu physico chimique est obligatoire car ce produit est destiné directement à la consommation. Cette vérification permet d'assurer qu'aucun défaut n'a été produit pendant le la fabrication ainsi le conditionnement (lieu propre et non humide).

2 Résultats des analyses microbiologiques

Les bactéries contaminent de nombreux produits alimentaires et peuvent constituer un grave danger sur leurs qualités et leur conservation, Giraud, 2012.

L'objectif principal du contrôle microbiologique de la matière première et produit fini est de révéler la présence éventuelle des microorganismes indésirables, et ceci dans le but d'assurer une qualité meilleur du produit fini.

2-1 Matières premières :

Le tableau **XI** regroupe les résultats du contrôle microbiologique effectué sur les matières premières entrant dans la production de la pâte à tartiner ``TWISCO``.

Matières premières	Prlv N°	G.T FTAM	C.T	C.F	Levure	moisissure	staph	entero	ASR	sal
Arôme	1	200	00	-	40	10	-	-	-	abs
	2	200	00	-	40	10	-	-	-	abs
	3	200	00	-	40	10	-	-	-	abs
Norme ``JORA``		10 ³	10	-	100	100	-	-	-	abs
Huile végétale	1	<40	-	00	00	-	00	-	-	abs
	2	<40	-	00	00	-	00	-	-	abs
	3	<40	-	00	00	-	00	-	-	abs
Norme ``JORA``		<100 UFC\g	-	abs \g	<10 UFC\g	-	<10 UFC\g	-	-	abs\25g
graisse végétale	1	80	-	00	00	-	00	-	-	abs
	2	80	-	00	00	-	00	-	-	abs
	3	80	-	00	00	-	00	-	-	abs
Norme ``JORA``		100	-	abs	10	-	10	-	-	abs
Cacao	1	150	-	-	00	00	00	00	-	abs
	2	150	-	-	00	00	00	00	-	abs
	3	150	-	-	00	10	00	00	-	abs
Norme ``JORA``		10 ⁵	-	-	10 ²	10 ³	10 ²	1	-	abs
Sucre	1	<10	-	-	00	00	-	-	00	-
	2	<10	-	-	00	00	-	-	00	-
	3	<10	-	-	00	00	-	-	00	-
Norme ``JORA``		20UFC\g	-	-	1UFC\g	1UFC\g	-	-	1UFC\g	-
lécithine	1	<50	-	-	-	00	-	-	-	abs
	2	<50	-	-	-	00	-	-	-	abs
	3	<50	-	-	-	00	-	-	-	abs
Norme ``JORA``		10 ³	-	-	-	10	-	-	-	abs
Poudre de lait	1	120	00	-	00	00	00	-	00	abs
	2	120	00	-	00	00	00	-	00	abs
	3	120	00	-	00	00	00	-	00	abs
Norme ``JORA``		5. 10 ⁴	5	-	50	50	abs	-	abs	abs

Du point de vue de la qualité microbiologique, les résultats obtenus montrent une faible présence de la flore d'altération « FAMT, coliforme, levure, moisissure, » et absence totale de germes pathogènes « Staphylocoques, Salmonelles, ASR », Cette absence revient aux bons pratiques de stockages et au taux d'humidité bas qui ne favorise pas le développement de ces germes et le respect des conditions d'hygiène au cours de leur entreposage.

2-2 Produit fini « TWISCO »

Tableau XII : Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur le produit fini

« TWISCO » :

Germes	Lot « 1 »	Lot « 2 »	Lot « 3 »	Lot « 4 »	Lot « 5 »	Lot « 6 »	Normes ``JORA``
G.T	<30	<30	<30	<30	<30	<30	10 ⁵
C.T	00	00	00	00	00	00	abs
C.F	00	00	00	00	00	00	abs
streptocoque	abs	abs	abs	abs	abs	abs	10
Staph	00	00	00	00	00	00	abs
Lev	00	00	00	00	00	00	10 ³
Moisissure	00	00	00	00	00	00	10 ²

Les résultats du **tableau XII**, indiquent une conformité absolue avec les normes citez. L'absence totale de la flore mésophile reflète la qualité microbiologique des six lots analysés et le degré de salubrité du produit. Ainsi que l'absence totale de la flore fongique pourrait être expliquée par le faible taux d'humidité et de l'acidité. Il est à préciser que ces micro- organismes sont acidophiles et nécessitent un taux d'humidité élevé pour leur croissance, également on peut expliquer l'absence totale des germes pathogènes aux mesures d'hygiène appliquées sur le matériel de production et le personnel, ainsi

L'absence totale de la flore fécale qui pourrait être expliquée par l'efficacité du traitement thermique appliqué lors de processus de fabrication, car cette flore est très sensible à la chaleur, la pasteurisation est le meilleur moyen utilisé pour réduire au maximum leur

présence (Muriel, 2005).

L'absence des germes pathogènes pourrait s'expliquer par l'efficacité de la pasteurisation, la propreté du personnel, les bonnes conditions d'hygiène de l'unité de production et l'étanchéité de l'emballage.

Staphylococcus aureus et les salmonelles sont des bactéries thermosensibles, elles sont généralement détruites au cours de la pasteurisation (Joffin, 2003).

3-Étude comparative entre Twisco et une marque de référence

3-1 Étude microscopique : la texture des deux marque (Twisco et une autre marque)

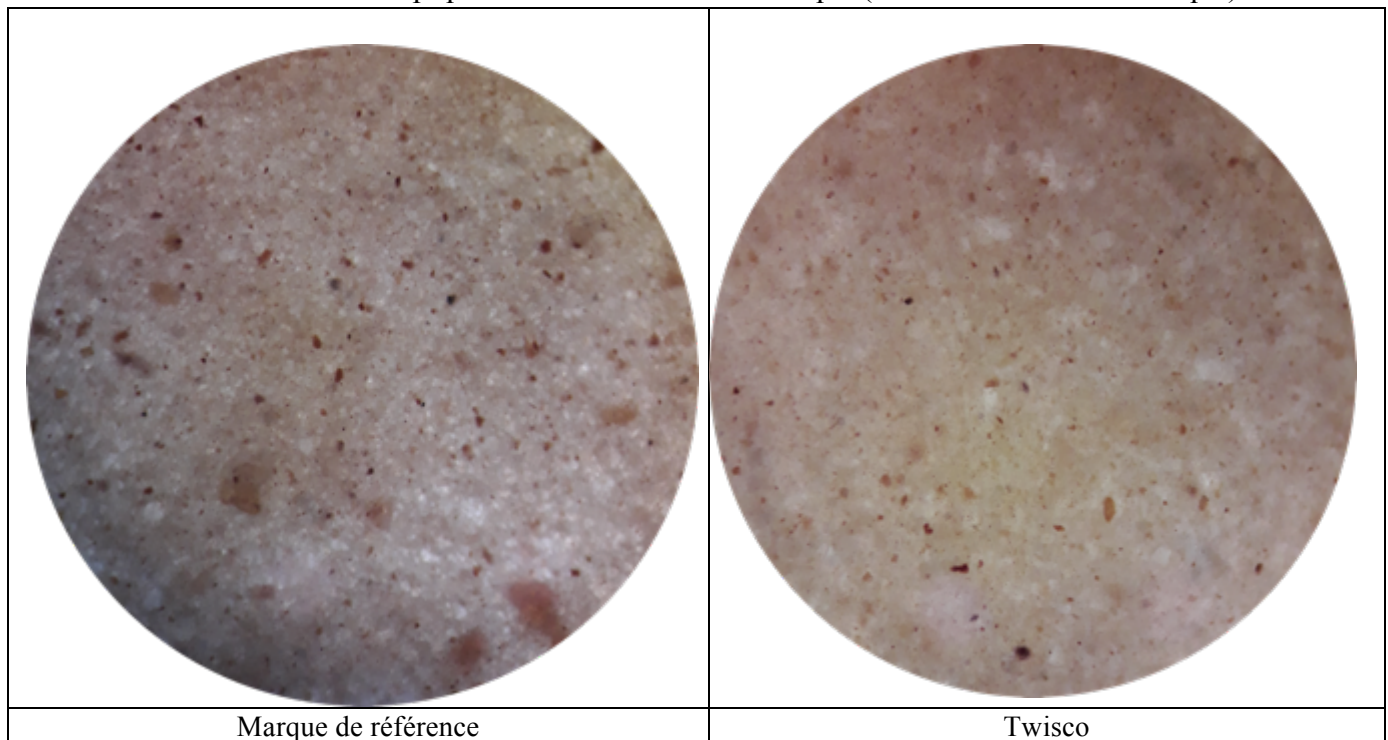


Fig 15 : Étude microscopique : Texture des deux produits (Twisco et une marque commercial) de marques différentes Image microscope triloculaire

L'étude microscopique nous a démontré ce qui suit :

- Une distribution homogène des particules des deux marque (Twisco et produit de référence sur le marcher)
- Taille des particules Conformément a la norme (selon l'agrandissement logiciel)

- Similitudes entre les deux textures (deux marque), dispersion et taille des particules proches des deux produits finis.

3-2 -Étude de stabilité (suivi) :

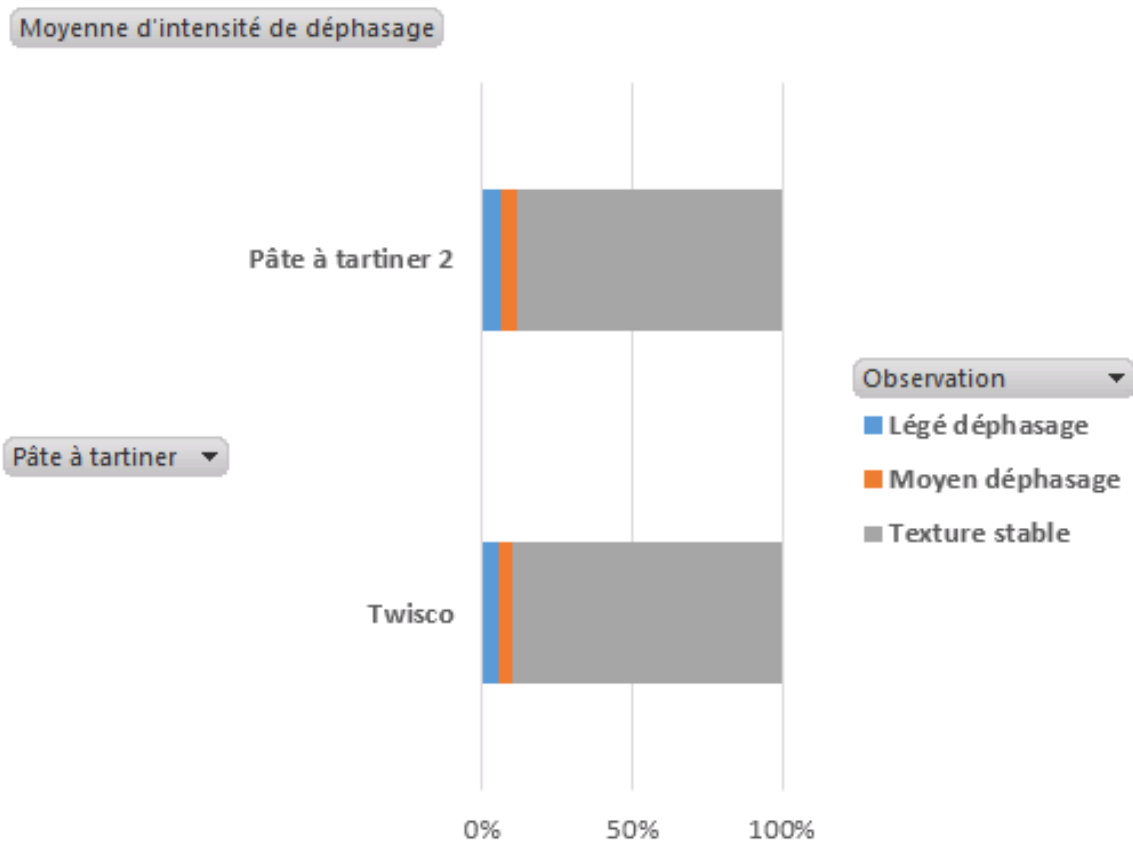


Fig 16 : Étude de stabilité de deux pâtes différents (Tableau croisé dynamique)

Tableau XIII : Résultats de suivi sous stress à température 47°C

Pâte à tartiner	Temps	Température	Observation	Intensité de déphasage
Pâte à tartiner 2	J0	47°C	Texture stable	0
	J+1		Texture stable	0
	J+2		Texture stable	0
	J+3		Texture stable	0
	J+7		Léger déphasage	1
	J+10		Léger déphasage	1
	J+14		Léger déphasage	2
	J+21		Moyen déphasage	1
	J+28		Moyen déphasage	2
Trisoc	J0	47°C	Texture stable	0
	J+1		Texture stable	0
	J+2		Texture stable	0
	J+3		Texture stable	0
	J+7		Léger déphasage	1
	J+10		Léger déphasage	1
	J+14		Léger déphasage	1
	J+21		Moyen déphasage	1
	J+28		Moyen déphasage	1

Le suivi de stabilité de la pâte à tartiner sous stress (température 47°C) et le comparé à un produit du marcher, démontre une stabilité allons jusqu'à un mois d'étuvage. Une étude complémentaire est prévue à l'aide d'un oxitest (*appareil de mesure capable de fournir l'information de valeur ajoutée de haute qualité et au sujet de la stabilité oxydante en nourritures, des huiles et des graisses. La méthode d'Oxitest est officiellement identifiée en tant que Cd 12c-16 de la procédure l'aocs de norme internationale*). Prévision de la stabilité oxydante pendant les études de durée de conservation, acquisition d'appareil prévu pour fin 2018.

3-3 Étude de la rhéologique :

Les rhéogrammes décrivent la capacité de la matière à résister à l'écoulement en fonction du taux de cisaillement. La courbe d'écoulement (flow curve) s'obtient en portant la contrainte tangentielle en fonction du taux de cisaillement. La courbe de viscosité s'obtient en portant la viscosité dynamique en fonction du taux de cisaillement.

- Cas de la pâte à tartiner Twisco :

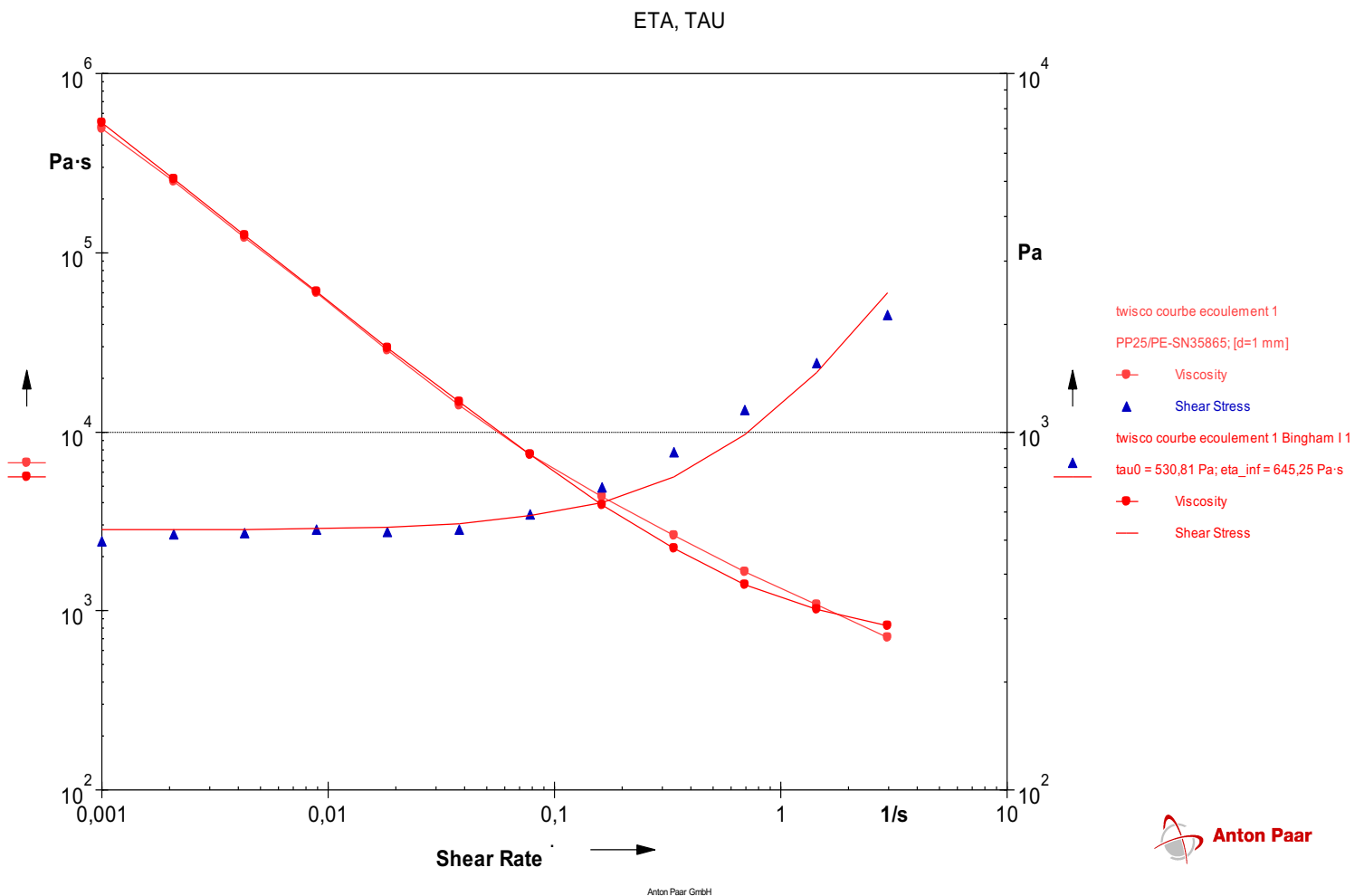


Fig 17 : Courbe d'écoulement de la pâte Twisco

Les résultats obtenus, montre que la structure de notre pâte à tartiner est analogique au modèle de fluide de Bingham, qui correspond à un comportement de solide sous faibles contraintes, et à un comportement de fluide visqueux au-delà d'une contrainte-seuil. Ce modèle porte le nom d'Eugène Bingham. Le tracé a été réalisé avec 12 points de mesures (échelle logarithmique par décade), avec un coefficient de corrélation : $R = 0,97$.

La structure de la pâte à tartiner est stable (modèle de Bingham), vu qu'une réponse nécessite une application d'une contrainte de cisaillement qui soit > 493 [Pa]. De ce fait le produit préserve sa structure et ne cède pas au déphasage sous l'effet de la température lors du stockage.

La viscosité au repos et au cisaillement présente une valeur dans le seuil de conformité du produit, et de ce fait, lui conférant une texture idéale pour son type d'application.

• Comparaison des deux échantillons (TWISCO et Marque de référence)

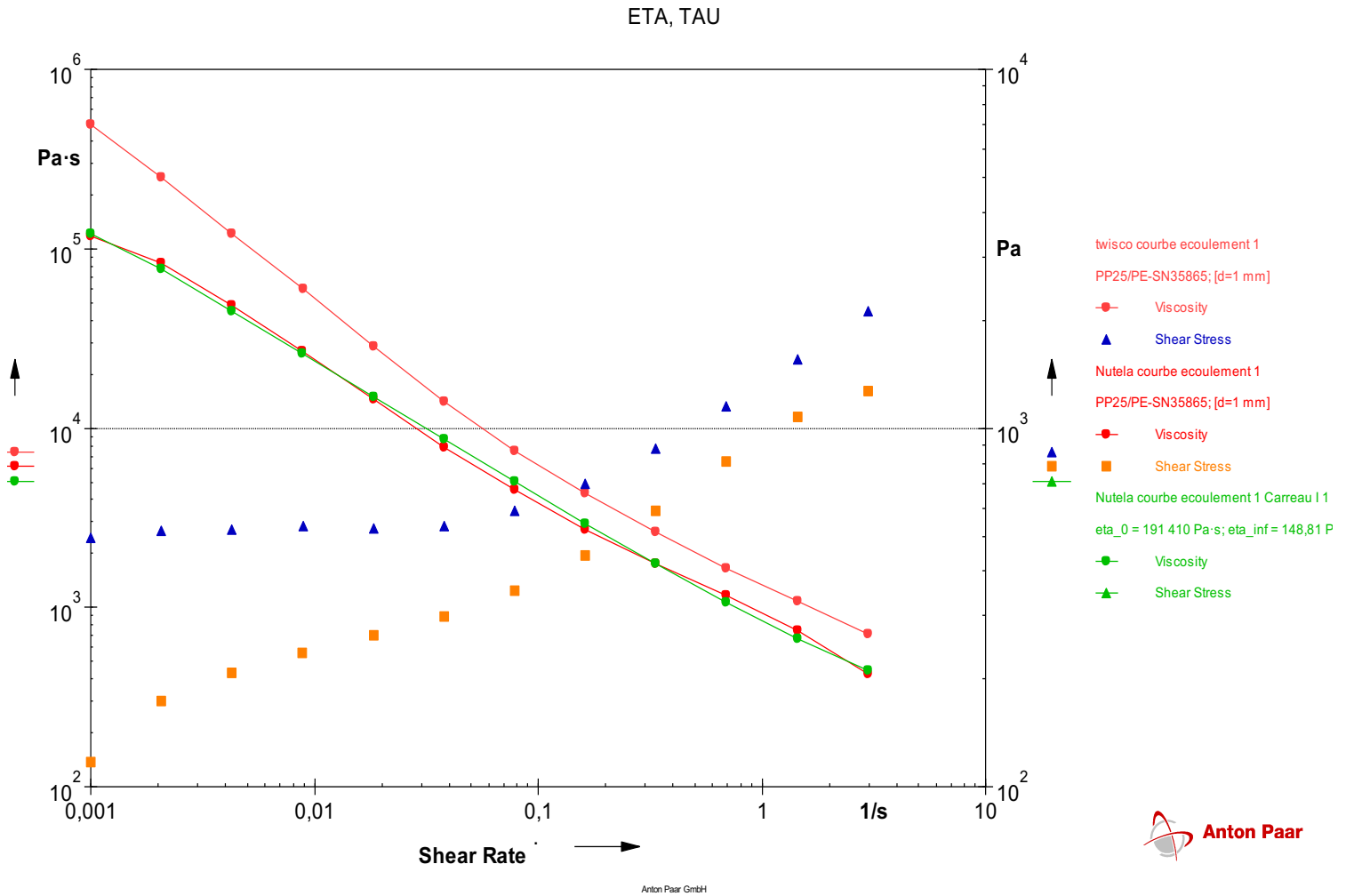


Fig 18 : Courbe d'écoulement comparative entre la pâte Twisco et une autre marque de référence

Les résultats obtenus, montrent que la texture de la pâte à tartiner (marque de référence) répond à la loi de Carreau (cas particulier de la loi de Carreau-Yasuda), qui décrit la viscosité apparente d'un fluide non-newtonien.

La pâte à tartiner (marque de référence) correspond donc à un produit pseudo-plastique, dont la viscosité décroît lorsque le gradient de vitesse augmente (ce comportement rhéologique est dû à la forme des molécules et à la structure moléculaire).

Les résultats obtenus, montrent que la texture de la pâte à tartiner (Twisco) répond à la loi de Bingham, qui décrit la viscosité apparente d'un fluide non-newtonien, ce comportant comme un corps solide.

La pâte à tartiner (Twisco) correspond donc à un produit présentant un comportement plastique, dont la viscosité décroît lorsque le gradient de vitesse augmente, mais à partir d'une valeur de contrainte à l'origine non nulle, appelée seuil d'écoulement, tension de cisaillement au dessous de laquelle le produit ne s'écoule pas.

Donc en comparaison :

- La viscosité des deux produits est proche (se situe dans le même décade ou intervalle de viscosité).
- La contrainte est différente au repos pour les deux échantillons (expliquée par les deux modèles : Bingham et Carreau).
- Les deux modèles ont été déterminés avec des coefficients de corrélation élevé, ce qui valide les deux modèles.

Les deux pâtes à tartiner ont une bonne tartinabilité (facile à étaler), une viscosité optimale (conformes à la norme). Le comportement solide de la pâte à tartiner Twisco lui conféré une bonne stabilité au repos et préservation dans des conditions de stockage limite.

1- Généralités sur le Cacao

1-1 Historique

Comme beaucoup de plantes cultivées, le cacaoyer est originaire d'Amérique latine ; on s'accorde aujourd'hui pour dire que le bassin amazonien est le principal berceau génétique de cette plante.

Dès l'époque précolombienne, le cacaoyer était cultivé par les Mayas et par d'autres peuples mexicains. Les fèves de cacao étaient envoyées en tribut à la cour aztèque. Le cacao servait de monnaie d'échange. Il était également utilisé pour préparer une boisson faite en rajoutant aux fèves torréfiées et broyées de l'eau, de la farine de maïs, du piment et des épices. Cette boisson était appelée (xocolatl), terme qui a donné son nom au (chocolat). Lorsque les espagnols envahissent le Mexique, ils découvrent, bien entendu, le (xocolatl) et comprennent qu'il est possible de rendre cette boisson plus agréable en lui adjoignant du sucre de canne et de la vanille. Dès la fin du XVIe siècle, les fèves de cacao sont exportées vers la cour d'Espagne puis vers les autres cours royales d'Europe. L'engouement pour la consommation de cacao augmente à travers l'Europe au XVIe siècle puis au XVIIIe siècle (Pontillon,1997).

1-2 La plante : L'arbre qui ne perd pas ses fruits :

En ces temps originels, comparé aux géants de quarante ou cinquante mètres qui l'entourent, le cacaoyer paraît bien petit, avec ses seulement dix à quinze mètres de hauteur. Petit, oui, mais déjà distinct des autres.

Ses fruits, ne poussent pas dans la ramure de l'arbre mais le long du tronc et sur les grosses branches. Ils sont gros comme des ballons de rugby, jaunes, lisses et arrondis ou bien rouges verruqueux et pointus. Les graines quant à elles sont violettes et plutôt plates ou bien blanches et dodues. Les fruits du cacaoyer - on les appellera « cabosses » - une fois mûrs, ne tombent pas d'eux-mêmes. Ils sèchent sur l'arbre, sans libérer leurs graines (Barel, 2016).



Fig 1 : le fruit de cacao.

1-3 Définition du Cacao :

Produit alimentaire issu des fèves contenues dans les cabosses du cacaoyer. Les fèves subissent d'abord une fermentation aérobie, puis anaérobie, qui produit notamment un peu d'alcool et de l'acide acétique. Pendant cette phase, les polyphénols s'oxydent, l'astringence et l'amertume sont réduites, une pigmentation brunes caractéristique se développe, l'élévation de la température provoque la mort du germe; en même temps, des enzymes protéolytiques et lipolytiques hydrolysent les constituants majeurs de la fève: il apparait des oligopeptides et des acides aminés précurseurs de l'arôme, ainsi que des produits de dégradation du beurre de cacao. Ces mécanismes sont arrêtés par un séchage qui ramène la teneur en eau à moins de 8 % ; les fèves sont ensuite torréfiées vers 150°C. Ce traitement détruit les enzymes, élimine les molécules volatiles indésirables (acide acétique) et permet le développement d'une dégradation de Steckler produisant l'arôme caractéristique de chocolat, provenant notamment de la fermentation de pyrazines, d'hydrocarbures, de substances acides, cétoniques, aldéhydiques, furaniques, Pyrroliques, (Adrian et Potus, 2002).

Les fèves de cacao sont dérivées de l'arbre tropical *Theobroma cacao* L. (famille des Sterculiaceae).

Originaire d'Amérique Centrale et d'Amérique du Sud, il est largement cultivé pour ses graines, qui sont la source de cacao, de chocolat et de beurre de cacao (Watson *et al.*, 2013).

1-4 Types de cacao :

Il y a quatre types de cacao. *Criollo* a des haricots avec des cotylédons blancs et une saveur douce. Les arbres sont cependant relativement peu productifs. La plus grande partie du cacao est le *Forastero*, plus vigoureux et souvent cultivé sur de petites exploitations (terres cultivées d'une famille plus petite qu'une ferme) en Afrique de l'Ouest. La troisième forme, *Trinitario*, est généralement considérée comme un hybride des deux autres types. Le quatrième type est le *Nacional*, cultivé uniquement en Equateur et probablement originaire de la région amazonienne de l'Équateur. Le cacao *Nacional* produit des fèves au goût de cacao complet avec des arômes floraux et épicés supplémentaires (Beckett, 2008).

1-5 Producteurs de cacao :

Il existe trois grandes régions productrices de cacao : l'Afrique de l'Ouest, l'Asie du Sud-Est et

l'Amérique du Sud. L'offre de cacao de chaque pays a considérablement changé au cours des vingt dernières années en raison des changements économiques ainsi que des ravageurs et des maladies. Bahia au Brésil était une importante zone de production de cacao produisant plus de 400 000 tonnes au milieu des années 1980. Il en produit maintenant moins de la moitié, en grande partie à cause de la destruction par le balai des sorcières. Environ 40% de la récolte mondiale (1,4 million de tonnes) est actuellement cultivée en Côte d'Ivoire. La production a considérablement augmenté au cours des 30 dernières années et une grande partie du chocolat européen est fabriqué à partir de cette source de haricots. La plupart est cultivée dans des petites exploitations, toutefois, les instabilités politiques récentes peuvent rendre les approvisionnements futurs moins sûrs. Le Ghana est le deuxième producteur le plus important avec environ 20% de la récolte mondiale avec 700 000 tonnes (Beckett, 2008).

2-Généralités sur le chocolat :

2-1- Définition :

Le chocolat (du nahuatl *xocoatl*, boisson de cacao) est un aliment issu de la fève de cacao. Le chocolat est obtenu par un procédé approprié de fabrication à partir de matières provenant du cacao et pouvant être combinées avec des produits laitiers, des sucres et /ou des édulcorants et autres additifs. Ainsi, on peut incorporer une graisse végétale autre que le beurre de cacao sans dépasser le taux de 5% dans le produit fini.

A température ambiante (20-25°C) le chocolat est considéré comme un solide, il sera fondu à la température orale (37°C) pendant la consommation pour donner une suspension douce des particules solides dans le beurre de cacao et la matière grasse du lait.

Le chocolat peut se définir comme une dispersion quasi anhydre de très fines particules non grasses (saccharose, protéines, minéraux...) dans une phase grasse issue exclusivement du cacao, dans le cas d'un chocolat noir, mais provenant également du lait dans le cas de chocolats blancs ou au lait (Pèpin, 2002).

2-2- Types du chocolat :

Il existe plusieurs sortes de tablettes de chocolat: chocolat noir, au lait, blanc, aux noisettes, au riz soufflé,...

- La confiserie de chocolat : cette catégorie de chocolat est très variée et englobe tous les produits fabriqués avec du chocolat en association avec d'autres ingrédients : noisettes,

raisins, liqueur, cacahuètes... On y trouve aussi, les bonbons de chocolat, les bouchées, les rochers, les moulages et billes de chocolat, les chocolats de Noël et de Pâques.

- Les barres chocolatées : Enrobées de chocolat, elles sont fourrées de caramel, céréales, biscuits,...
- Les poudres de cacao : Utilisées pour la préparation de boissons chaudes ou froides, de petits déjeuners instantanés et de desserts. On distingue : les poudres de cacao, le chocolat en poudre, les poudres chocolatées (malt,...).
- Les pâtes à tartiner : Elles sont obtenues en mélangeant divers ingrédients.
- Le chocolat de couvertures : est utilisé par les industriels et les artisans chocolatiers, pâtisseries et boulangers. Il permet de réaliser des enrobages, des décorations et de fabriquer des bonbons, des figurines en chocolat.
- Le chocolat comme ingrédient : De nombreux produits se marient avec le chocolat. Le chocolat a inspiré de nombreuses recettes : la poire Belle Hélène nappée de chocolat, la charlotte au chocolat, la mousse au chocolat, la Forêt Noire (Delandre, 2001).

2-3- Composition du chocolat :

Le chocolat contient 5 à 8% de protéines, 30% de lipides (dont 61% de saturés et 39% d'acides gras insaturés, dont 36% de monoinsaturés et 3% de polyinsaturés) et 55% de glucides. Il est riche en magnésium (100mg pour 100g), en potassium (400 mg pour 100g), et en fer (8,7 mg pour 100g) (Apfelbaum, 2012).

2-4- Caractéristique du chocolat :

- **Chimiques** : les caractéristiques chimiques du chocolat sont peu importantes, quoique certaines d'entre elles aient une incidence sur les caractéristiques physiques, mais il y a un risque de contamination causée par le mauvais stockage, le mauvais respect des règles d'hygiène, etc (Bryselbout et Fabby, 2003).
- **Physiques** : Hormis la finesse du broyage, la viscosité et la limite d'écoulement sont des critères capitaux en ce qui concerne l'utilisation des couvertures de chocolat (Pontillon,1998).
- **Bactériologiques** : le chocolat ne court pratiquement aucun risque d'altération, car c'est un

produit en masse, non aéré et pauvre en humidité, il n'y a donc pas de condition favorables au développement de microorganismes (Bryselbout et Fabby, 2003).

▪ **Organoleptiques :**

L'Arôme est en partie déterminé par le choix des fèves ou du mélange de fève. Le degré de torréfaction sera également très important. La quantité de matière sèche de cacao influencera donc directement l'intensité du goût, ceci bien entendu est en rapport avec la quantité du sucre dans la formule. Le conchage, n'est pas sans influence sur le goût du produit fini dans le cas du chocolat au lait, le type de lait intervient également, mais la quantité de lait déterminera le velouté de la couverture (MSDA, 1999).

La flaveur d'un chocolat, n'est pas un hasard, en effet, cela va dépendre de son arôme et sa finesse (Pontillon, 1998).

L'aspect : La surface d'un chocolat impeccable ne doit présenter ni empreintes digitales ni impuretés d'origine mécanique, ni traces laissées par la chaleur ou l'humidité (blancheur due à la graisse ou au sucre), ni moisissures, ni impuretés provenant d'insectes (cocons de mites) (Bryselbout et Fabby, 2003).

La couleur : dépend de plusieurs facteurs, le type de fève de cacao utilisé, mais aussi la quantité de matière sèche de cacao, le conchage (par oxydation créée lors du brassage) et la finesse des particules (MSDA, 1999).

Aspects nutritionnels :

Le chocolat contient trois constituants essentiels : les glucides, les lipides et les protéines ainsi que les vitamines A, B₁, B₂, D, E et des minéraux (calcium, phosphore, potassium, magnésium, et des traces de fer et de cuivre). Il est riche en acides gras polyinsaturés, surtout lorsqu'il est associé à des oléagineux. Le corps gras du chocolat étant essentiellement d'origine végétale, son taux de cholestérol est faible. Dans le chocolat au lait, l'apport en graisse lactique varie entre 3,5 et 7 %. La présence de théobromine et de caféine ont un effet stimulant sur le système nerveux et musculaire (Pèpin, 2002).

Les effets stimulants et euphorisants : le chocolat est riche en phényléthylamine précurseur de la sérotonine impliquée dans la régulation de l'humeur. Il aurait de ce fait un effet euphorisant et une légère action antidépressive qui expliqueraient les ingestions massives (500g/jour) et quotidiennes chez certaines personnes sujettes aux dépressions

saisonniers (Bryselbout et Fabby, 2003).

2-5- Consommation du chocolat :

La consommation de chocolat dans le monde est passé de 0,97kg / personne en 2002 à 1,03 kg en 2004 et tend à s'universaliser de façon considérable ces dernières années. Il existe toute fois de grandes variations régionales : la consommation moyenne par personne était d'environ 1,99 kg en Europe, 1,30 kg en Amérique, 0,12 kg en Asie / Océanie et 0,14 kg en Afrique (y compris l'Algérie) (Matissek, 2007).

2-6- Altération du chocolat :

Les principaux problèmes pouvant survenir lors de la conservation du chocolat sont liés principalement à des variations de températures : fatbloom (le blanchiment gras). Ce phénomène est une mince couche de cristaux de graisse sur la surface du chocolat. Le chocolat perdra sa brillance et une couche blanche et molle se manifesterà. Cette couche donnera une apparence désagréable au chocolat. Ce phénomène n'est pas à confondre avec la formation de moisissures. Fatboom est la conséquence d'une recristallisation des graisses, ou bien un mauvais respect de la courbe de température du chocolat lors de la cristallisation, et Sugarbloom (le blanchiment sucrier).

Sugarbloom est, par opposition à fatbloom, une couche rude et irrégulière sur le chocolat. La cause de ce phénomène est la condensation. Par exemple, en mettant du chocolat dans un réfrigérateur, l'humidité va s'y déposer. L'eau de cette condensation va dissoudre le sucre du chocolat et quand l'eau s'évaporerà, le sucre restera en surface en forme de cristaux gros et irréguliers (Anonyme 1).

3- Généralité sur la pâte à tartiner :

3-1- Pâte à tartiner :

La dénomination « pâte à tartiner au chocolat » est réservée au produit de confiserie consistant en un mélange intime de sucre et de cacao auquel peuvent être ajoutées des matières grasses alimentaires.

Le produit doit contenir au moins 8% en poids d'éléments totaux de cacao; dont 2,5% au moins d'extrait sec dégraissé du cacao (J.O.C E, 1971).

Traditionnellement, le terme « pâte » ou encore « produit pâteux » désigne des milieux à viscosité élevée. A travers cette définition, il est néanmoins très difficile de cerner précisément ce qu'est

réellement un fluide pâteux. En effet, les produits pâteux appartiennent à un domaine intermédiaire, non clairement défini, situé entre les milieux liquide et solide. De même, au niveau composition, un produit pâteux peut présenter différents aspects. Il peut s'agir de milieux monophasiques comme les sirops de glucose type nappage de barres chocolatées ou de milieux polyphasiques complexes comme les garnitures de plats cuisinés avec morceaux. Parmi les milieux polyphasiques, on distinguera encore le cas des mélanges solide/liquide type béchamel aux champignons par exemple, de ceux des mélanges liquide/liquide non miscibles comme les émulsions type mayonnaise. Dans ce contexte, définir des frontières précises au terme « pâte » est très difficile et les limites qui seront fixées pour la clarté de l'exposé ne devront pas être considérées comme absolues. Même si, dans la communauté scientifique, il est généralement admis que le terme pâte désigne des suspensions concentrées de particules solides dans un milieu liquide (Delaplace et Guérin, 2006).

3-2- Composition de la pâte à tartiner :

▪ Poudre de cacao :

Elle est définie comme étant le tourteau de cacao obtenu par pression hydraulique, transformé en poudre par un procédé mécanique et contenant sous la réserve de la définition de cacao maigre en poudre au moins 20% de beurre de cacao, taux calculé d'après le poids de la matière sèche est à plus de 9% d'eau. Dans le cas de cacao maigre en poudre, la teneur minimale en beurre de cacao, calculée d'après le poids de la matière sèche est de 8% (FCC, 2002).

▪ Laits totalement déshydratés ou laits en poudres :

La teneur en eau des laits totalement déshydratés est au plus de 5 % du produit fini; leur A_w est de 0,5 ce qui permet leur conservation.

Outre que les micro-organismes pathogènes et leurs toxines ne doivent pas être présents en quantité affectant la sante du consommateur, le Reg CE 2005 précise les critères microbiologiques de sécurité suivants: pas de détection d'entérotoxines staphylococciques et absence de salmonelles dans 25g. Leur valeur nutritionnelle quantitative et qualitative peut être assimilée à celle des laits UHT stérilisés après leur reconstitution, à 10% pour les laits secs écrémés et 14% environ pour les laits entiers (Vierling, 2008).

▪ Le sucre :

Le sucre utilisé est un sucre standard cristallisé. Dans les procédés à pré-broyage le sucre est

préalablement broyé avec un broyeur à marteaux et c'est le sucre glace qui est introduit dans le pétrin (Pontillon, 1997).

- **Les corps gras :** ce sont des aliments dont le pourcentage en lipides (c'est à dire esters d'acide gras et alcools) est très élevé. Ils apportent, à la ration, les lipides ou matières grasses, dits {visibles} parce qu'ajoutés intentionnellement. Certains contiennent près de 100% de lipides : huiles, saindoux, suifs. D'autres, émulsions d'eau ou de lait écrémé fermentent dans des lipides, ont une teneur lipidique comprise entre 80 et 90 % : ce sont les beurres, margarines et matières grasses composées. Les corps gras allégés, contiennent moins 62% de lipides.

La graisse : matière grasse comestible, solide à la température de 15°C, et vendue à l'état pur.

L'huile : produit d'origine minérale, animale ou végétale, fluide à la température ordinaire, composé d'hydrocarbures dans le premier cas, de triglycérides dans les autres (Vierling, 2008).

- **Les additifs alimentaires :**

Définition de l'additif dans la réglementation française et dans le cadre de la CEE : { on entend par additif alimentaire: toute substance habituellement non consommée comme aliment en soi et habituellement non utilisée comme ingrédient caractéristique dans l'alimentation, possédant ou non une valeur nutritive, et dont l'adjonction intentionnelle aux denrées alimentaires, dans un but technologique au stade de leur fabrication, transformation , préparation, traitement, conditionnement , transport ou entreposage, a pour effet, ou peut raisonnablement être estimée avoir pour effet, qu'elle devient elle-même ou que ses dérivés deviennent, directement ou indirectement, un composant de ces denrées alimentaires }(Multon, 2002) .

- **Les antioxydants :**

Sont des molécules qui peuvent interagir en toute sécurité avec les radicaux libres et mettre fin à la réaction en chaîne avant que les molécules vitales ne soient endommagées. Il existe plusieurs systèmes enzymatiques et des substances dans les cellules qui piègent les radicaux libres. Les cellules peuvent également atteindre des antioxydants à travers la circulation après la consommation de boissons riches en antioxydants et de nourriture (Panglossi, 2006).

- **Les arômes :**

Sont des constituants chimiques, présents dans les aliments et à l'origine de sensations olfactives. L'arôme d'un produit est perçu en bouche par voie indirecte ou rétronasale. Les molécules qui sont détectées par voie rétronasale passent par la bouche et remontent dans le nez par la cavité bucco-nasale (Virginie *et al.*, 2006).

▪ Les émulsifiants :

Les émulsifiants sont des agents tensio-actifs qui favorisent la formation et la stabilisation d'une émulsion. Un tensioactif est également un agent tensioactif. Les termes émulsifiants et agent émulsionnant, tensioactif et agent tensioactif sont synonymes et utilisés de manière interchangeable dans la littérature. Les termes "émulsifiant" et "agents émulsionnants" sont, à proprement parler, des produits chimiques ou des composés capables de favoriser des émulsions ou la stabilisation d'émulsions par leur effet sur la tension interfaciale. Les tensioactifs pour aliments peuvent comprendre non seulement des émulsifiants, mais également des composés ayant d'autres fonctions telles que l'interaction avec les protéines ou l'amidon.

Les rôles de l'émulsifiant et du raccourcissement sont intimement liés en boulangerie des produits. Généralement, les émulsifiants alimentaires pour les produits de boulangerie complètent et améliorent la fonctionnalité d'un raccourcissement correctement développé. Les émulsifiants agissent comme lubrifiants, émulsifier l'huile ou la graisse dans les pâtes, construire la structure, aérer, améliorer la qualité de l'alimentation, prolonger la durée de conservation, modifier la cristallisation, empêcher le collage et retenir l'humidité (Gérard *et al.*, 2008).

Les avantages généraux de l'inclusion des émulsifiants dans les raccourcissements sont :

- Augmentation de la durée de conservation.
- Amélioration de la sensibilité et de la libération des arômes.
- Temps de mélange réduit et tolérance de mélange.
- Amélioration de l'usinabilité.
- Meilleure absorption d'eau.
- Volume amélioré.
- Amélioration du taux d'hydratation de la farine et d'autres ingrédients.
- Meilleure texture et symétrie.
- Réduction de l'utilisation des œufs (Gerard *et al.*, 2008).

La lécithine :

Elle est obtenue commercialement de graines de soja ou de tournesol par extraction au solvant et précipitation. C'est un liquide brun clair qui contient environ 65% de phosphatides insolubles dans l'acétone et 35% d'huile de soja.

Les composants tensioactifs de la lécithine sont des molécules amphiphiles présentent à la fois des propriétés lipophiles et hydrophiles. La structure chimique de l'un des principaux composants de

la lécithine (phosphatidylcholine) est représentée schématiquement dans la Fig. 2.

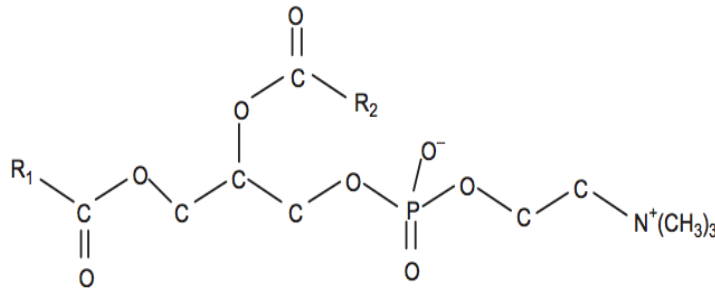


Fig. 2. Structure moléculaire de la phosphatidylcholine. R1 et R2 sont les chaînes alkyles

Le groupe phosphatidyl, le composant hydrophile de la molécule de lécithine, préfère être dans la phase aqueuse, alors que les deux chaînes d'acides gras sont lipophiles et s'orientent dans une phase lipidique d'un aliment. Selon la source, les chaînes d'acides gras peuvent être saturées (palmitique ou stéarique) ou insaturées (oléique ou linoléique). Dans le chocolat et les enrobages, la partie hydrophile de la molécule de lécithine s'oriente à la surface du cristal de sucre hydrophile, avec les chaînes d'acides gras orientés dans la phase grasse continue.

En raison de sa nature tensioactive, en particulier à la surface du cristal de sucre hydrophile, la lécithine permet une réduction significative de la viscosité du chocolat et des enrobages.

Rôle de la lécithine : améliore la dispersion des matières grasses, la fluidité, le fondant, réduit la viscosité, économise le beurre de cacao. Elle facilite et stabilise l'émulsification (Chanussot, 2008).

Par exemple, l'addition de 0,5% de lécithine à un revêtement donne le même effet de réduction de viscosité que l'addition de 5% de beurre de cacao ou de graisse végétale (Minifie, 1980).

La lécithine permet aux utilisateurs de revêtement de fonctionner efficacement à des teneurs en matières grasses beaucoup plus faibles que dans le cas contraire (fig.3).

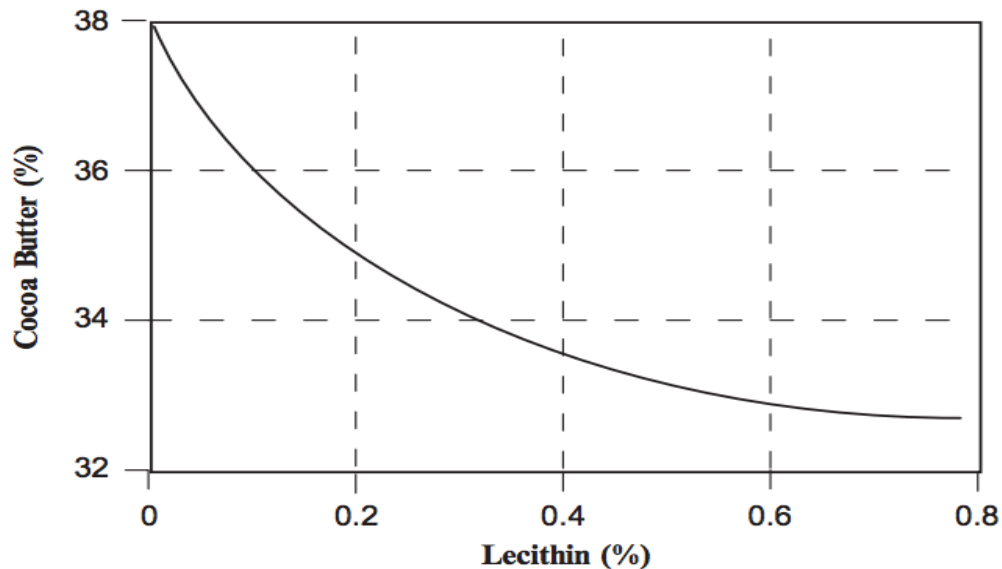


Fig.3 Effet de l'ajout de lécithine sur la teneur en matière grasse nécessaire pour maintenir une viscosité constante dans le chocolat d'enrobage foncé (Gerard *et al.*, 2008).

3-3-Utilisation de la pâte à tartiner :

Le chocolat en pot est souvent utilisé pour tartiner différents types de pain et biscuits. Plusieurs personnes consomment la pâte à tartiner directement avec une cuillère et on peut aussi l'ajouter à des préparations pâtisseries comme ingrédient ou même comme fond de tarte ou comme garniture (Anonyme 2).

4-Chocolat et nutrition

Le chocolat était considéré médicinal dans les temps anciens. Les Olmèques, les Mayas et les Aztèques, les Espagnols et d'autres Européens ont identifié de nombreux usages médicaux. La consommation de chocolat a également longtemps été associée au plaisir. Les revendications populaires confèrent au chocolat les propriétés d'être un stimulant, relaxant, euphorisant, aphrodisiaque, tonique et antidépresseur (Parker *et al.*, 2006).

- **Preuve des propriétés antioxydantes du cacao :**

Bon nombre d'effets bénéfiques du chocolat sont associés aux effets antioxydants des polyphénols contenus dans le cacao. Ces polyphénols, principalement des flavanols tels que la catéchine, l'épicatéchine et les procyanidines, donnent une activité antioxydante au chocolat. En outre, les tanins condensés (pro-anthocyanidines) peuvent également devenir des antioxydants bioactifs après la fermentation dans le côlon. Une portion de chocolat noir est censée conférer une plus grande capacité antioxydante que la quantité moyenne d'antioxydants consommés

quotidiennement aux États-Unis. Cependant, il existe une controverse sur son action antioxydante lorsque le cacao est consommé avec du lait : certaines études rapportent une diminution de cette activité lorsqu'il est ajouté au lait, tandis que d'autres études suggèrent que le lait diminue seulement l'excrétion de certains métabolites urinaires (Gu *et al.*, 2006).

- **Cacao pour la santé cardiovasculaire :**

Au cours des dernières années, des essais cliniques ont montré que les produits dérivés du cacao pouvaient réduire certains facteurs impliqués dans le risque de maladie cardiovasculaire : hypertension artérielle, activation plaquettaire excessive, concentration élevée de LDL et oxydation, entre autres.

Dans l'ensemble, les études épidémiologiques suggèrent que le cacao a un effet protecteur contre les maladies cardiovasculaires en améliorant la fonction endothéliale et en diminuant l'agrégation plaquettaire et la pression artérielle. Cependant, d'autres études axées sur l'établissement de doses optimales sont nécessaires (Monagas *et al.*, 2009).

- **Le cacao affecte-t-il le système nerveux ? Preuves cliniques :**

Des preuves scientifiques des effets bénéfiques du chocolat et du cacao sur le système nerveux ont émergé au cours de la dernière décennie. Le cacao peut avoir des effets bénéfiques sur la fonction cognitive et l'humeur et peut également protéger les nerfs contre les blessures et l'inflammation.

Manger du chocolat pourrait aider à aiguiser l'esprit et donner un coup de pouce à court terme aux compétences cognitives. Il a été rapporté que la consommation d'une boisson de cacao stimule le flux sanguin vers les zones clés du cerveau pendant 2 à 3h. L'augmentation du flux sanguin vers ces zones du cerveau peut aider à augmenter les performances dans des tâches spécifiques et à stimuler la vigilance générale sur une courte période (Cooper *et al.*, 2008).

- **Modulation de la réponse inflammatoire et des fonctions immunitaires par le cacao :**

En général, les flavonoïdes sont associés à une action anti-inflammatoire. A cet égard, les flavanols contenus dans le cacao ont également fait l'objet d'études, mais plusieurs d'entre elles ont été réalisées *in vitro*. Le rôle anti-inflammatoire des flavonoïdes uniques du cacao (épicatéchine, catéchine, procyanidines) a été confirmé et se concentre sur la sécrétion de médiateurs inflammatoires tels que les cytokines, NO* et ROS* par les macrophages et autres leucocytes. Cependant, il y a eu peu d'études *in vivo* et humaines jusqu'à maintenant (Katz *et al.*, 2011).

- **Association entre la consommation de cacao et le cancer :**

Le régime alimentaire des Indiens de l'île de Kuna, sur la côte caraïbe du Panama,

comprend un apport très élevé de cacao riche en flavanol. Comme ils semblent être protégés contre le développement du cancer, entre autres maladies, un lien entre la consommation de cacao et le cancer a été établi (Perez-Cano *et al.*, 2009).

Certaines études ont démontré que les flavonoïdes du cacao et les extraits de cacao ont des activités biologiques liées aux effets antiprolifératifs et antitumoraux *in vitro* et *in vivo*.

Différentes procédures expérimentales ont montré que les flavonoïdes de cacao ou de cacao exercent un effet anti-oxydant, anti-radicalaire, activités de chélation des ions métalliques, effets sur les enzymes métabolisantes, inhibition des activités du facteur de croissance, influence sur les facteurs de transcription et effets sur la prolifération, l'apoptose, la transformation, la migration et l'angiogenèse (Watson *et al.*, 2013).

5- Rhéologie et texture des aliments :

5-1 Introduction à la rhéologie :

La rhéologie est la science qui étudie et décrit l'écoulement ; la déformation et la rupture de corps sous l'effet d'une contrainte (Tanner, 2002).

Dans ce contexte ; les corps peuvent être des liquides ou des solides ; ou des matériaux pulvérulents. La mesure des propriétés rhéologiques de produits alimentaires permet de prévoir leur comportement mécanique au cours de différentes étapes de l'élaboration de l'aliment et d'évaluer ainsi la texture du produit (Scher, 2010).

La rhéologie peut être classée en différents groupes, comme le montre la figure 3.

Les sciences alimentaires font appel à la rhéologie pour déterminer la consistance des différents produits. Rhéologiquement parlant ; la consistance comprend deux composants : la viscosité (« l'épaisseur » ce qui est peu glissant) et l'élasticité (la souplesse ; la rigidité).

Dans la pratique, la rhéologie comprend la mesure des flux, la caractérisation de l'écoulement et la détermination de la structure de la matière (Vignola, 2002).

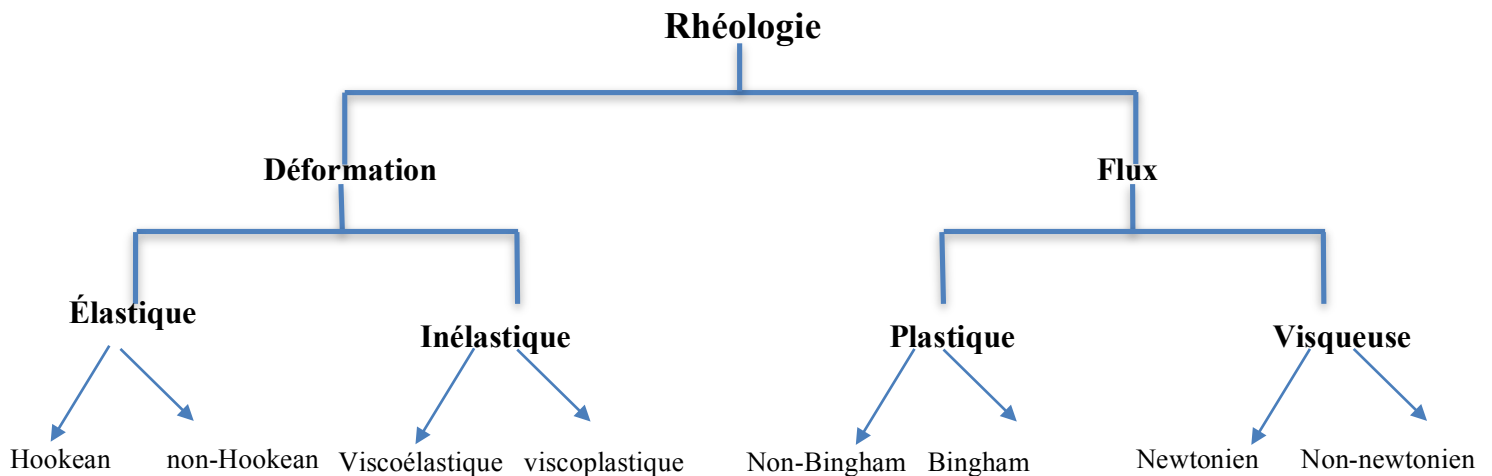


Fig. 4 : Classification de la rhéologie (Sahin et Sumnu, 2006).

La viscosité :

La viscosité est définie comme la résistance d'un fluide à s'écouler. L'unité de viscosité dynamique est $(\text{Pa} \cdot \text{s})$ dans le système SI et l'équilibre $(\text{g} / \text{cm} \cdot \text{s})$ dans le système CGS.

La viscosité varie avec la température. La différence de l'effet de la température sur la viscosité des liquides et des gaz est liée à la différence de leur structure moléculaire.

La viscosité de la plupart des liquides diminue avec l'augmentation de la température (Sahin et Sumnu, 2006).

Viscosité et limite d'écoulement :

La viscosité est la résistance qu'oppose un fluide au déplacement de ses particules les unes par rapport aux autres, soit par écoulement, soit par malaxage. La limite d'écoulement est la valeur au-dessous de laquelle le chocolat ne peut pas s'écouler. Ces deux valeurs sont étroitement imbriquées, mais on peut cependant simplifier en disant que la viscosité rendra compte de la quantité déposée sur l'article, qu'il s'agisse de la formation d'un talon, ou d'un enrobage complet. En effet, l'écoulement du surplus de chocolat, comme son élimination par soufflage et tapotage est plutôt proportionnel à sa fluidité. La limite d'écoulement, que l'on appelle encore « le corps » de la couverture a surtout une importance sur le produit enrobé, passé la soufflerie et le tapotage.

En effet, si la limite d'écoulement est trop forte, même si la viscosité est faible, la quantité de chocolat déposée sera forte. Si la limite d'écoulement est faible, ou même nulle, la surface ne s'égalisera et les

« vagues » formées par la soufflerie disparaîtront (Bryselbout et fabby, 2003).

Loi de la viscosité :

On considère idéalement un liquide au repos comme un ensemble de couches moléculaires parallèles. Soumise à une contrainte tangentielle, une des couches du liquide se déplace par rapport à celle qui lui est sous-jacente ; en raison du frottement permanent sur les molécules de la seconde couche, le mouvement est transmis partiellement à cette dernière, en même temps que la vitesse de déplacement de la première couche diminue. Cet effet de retard, provoqué par la friction interne des molécules de la couche sous-jacente supérieure, est appelé la viscosité.

La viscosité est donc la résistance à l'écoulement d'un système soumis à une contrainte tangentielle (Sahin et Sumnu, 2006).

Celle-ci dépend de cinq paramètres indépendants :

- La nature physico-chimique du produit
- La température du produit
- La pression
- Le gradient de vitesse
- Le temps (Munson *et al.*, 1994).

Contrainte tangentielle :

Soit une force F appliquée à une surface A , interface entre une plaque supérieure et un liquide sous-jacent. Cette force F va provoquer un écoulement dans la couche liquide. La rapidité de l'écoulement est subordonnée à la résistance interne du liquide, c'est-à-dire, sa viscosité. La contrainte tangentielle τ est alors définie comme étant le rapport de la force F à

la surface A (Couarraze et Grossiord, 1983)

Courbes d'écoulement et de viscosité :

La corrélation entre le gradient de vitesse et la contrainte tangentielle définit la capacité d'écoulement d'un fluide. Celle-ci est exprimée selon un diagramme dans lequel τ (contrainte tangentielle) est portée en ordonnée et γ' (gradient de vitesse) en abscisse. Ce diagramme s'appelle courbe d'écoulement ou encore appelé un rhéogramme. Un autre diagramme est également très courant ; il s'agit du diagramme appelé courbe de viscosité où la viscosité dynamique η est portée en fonction du gradient de vitesse γ' .

5-2- Comportement rhéologique des fluides alimentaires

L'état fluide est caractérisé par trois principaux types de comportement suivant la nature des paramètres qui influent sur l'aspect de la courbe d'écoulement ;

Les fluides indépendants du temps pour lesquels il existe une relation biunivoque entre τ et $\dot{\gamma}$; les fluides newtoniens en sont un parfait exemple.

Les fluides dépendants du temps pour lesquels la relation entre τ et $\dot{\gamma}$ dépend du temps et du passé mécanique du fluide.

Les fluides viscoélastiques qui présentent à la fois des caractéristiques des fluides précédents et des solides, et qui retrouvent partiellement leur forme primitive après déformation (Bird *et al.*, 2002).

5-2-1 Comportement Newtonien :

Le comportement rhéologique des solutions et suspensions dépend largement de leur concentration et de la nature de la matière qui les constitue. Il peut varier d'un comportement Newtonien à un comportement plus complexe. Une solution ou une suspension est dite diluée si les particules sont suffisamment éloignées les unes des autres pour qu'on puisse négliger les interactions entre elles. Ces particules suivent un mouvement indépendant décrit expérimentalement par Perrin et théoriquement par Einstein (Perrin, 1910).

5-2-2 Comportement non Newtonien :

Comportements rhéofluidifiant et rhéoépaississant

Très souvent, dans les solutions de polymère ou les suspensions, la viscosité diminue quand le cisaillement auquel est soumis le fluide croît. Ce comportement est dit rhéofluidifiant. Ce phénomène peut être dû, dans le cas des suspensions à l'orientation des entités en suspension dans le sens de l'écoulement ou leur réorganisation sous l'effet du cisaillement. Dans le cas des solutions, cela peut être dû à un alignement de molécules anisotropes dans le sens de l'écoulement ou à une destruction de structures moléculaires (Barnes *et al.*, 1989).

Le rhéoépaississement est le comportement opposé à la rhéofluidification et correspond à une augmentation de la viscosité lorsque la contrainte de cisaillement augmente. Dans la plupart des cas connus, le comportement rhéoépaississant n'est observé que sur une gamme limitée de taux de cisaillement. Le fluide possède également un comportement rhéofluidifiant à des taux de cisaillement

plus faibles.

5-3- Modèles rhéologiques :

Le comportement rhéologique des fluides peut être décrit par plusieurs modèles. Ces modèles décrivent les comportements des fluides complexes à l'aide des fonctions $\tau(\dot{\gamma})$ ou $\dot{\gamma}(\tau)$ permettant de définir la viscosité non Newtonienne sous la forme :

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau(\dot{\gamma})}{\dot{\gamma}}$$

"Il est important de supposer que tout comportement rhéologique n'est stationnaire qu'à l'échelle macroscopique puisqu'il résulte d'un équilibre dynamique entre au moins deux processus antagonistes. L'un est responsable de la formation des structures, l'autre de leur rupture. Il en est de même pour le cas d'agrégation-désagrégation ou de floculation-défloculation dans le cas des dispersions des particules, et même d'orientation-désorientation dans le cas des suspensions de fibres ou des systèmes macromoléculaires" (Quemada, 2006).

Les modèles les plus couramment utilisés sont :

Modèles sans contrainte seuil :

- **Oswald-de-Waele (1925)** : c'est une loi de puissance, décrite par les relations :

$$\tau = k\dot{\gamma}^n$$

Où k représente la consistance du fluide et n l'indice de fluidification.

Cette loi décrit le cas des fluides à comportement indépendant du temps, qui peuvent présenter un comportement rhéofluidifiant ou rhéoépaississant.

Lorsque $n > 1$ (rhéofluidification) η décroît quand $\dot{\gamma}$ croît. Dans le cas contraire quand, $n < 1$ (rhéoépaississement), η croît avec $\dot{\gamma}$. Pour $n = 1$, on retrouve le fluide Newtonien.

- **Modèle de Cross (1965)** : Ce modèle, comme celui de **Carreau-Yassuda**, tient compte des limites du comportement rhéologique (Bird, 1987).

Aux faibles contraintes de cisaillement, on observe généralement un comportement Newtonien, avec un plateau de viscosité appelée viscosité à cisaillement nul et désignée par

« η_0 » (Pa.s). Aux cisaillements élevés, un deuxième plateau apparaît et la viscosité est appelée viscosité à cisaillement infini désignée par « η_∞ » (Pa.s).

Le modèle de Cross s'écrit :

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + (\lambda \dot{\gamma})^n}$$

Où λ et n sont des constantes ; λ est un temps caractéristique de relaxation. η_0 et η_{∞} sont les viscosités respectives à cisaillement nul et infini (Cross, 1965).

Modèles avec contrainte seuil :

Les fluides à seuil sont des matériaux qui se comportent comme un solide si la contrainte appliquée est inférieure à la contrainte seuil (τ_0). Au delà de cette contrainte seuil, ils commencent à s'écouler.

- Modèle de Herschel-Bulkley (1926) : il est décrit par la loi :

$$\tau = \tau_0 + k \dot{\gamma}^n$$

Où k est la consistance du fluide et n l'indice d'écoulement. Si $n > 1$ le fluide est rhéoépaississant

- Modèle de Bingham (1922) : La représentation la plus simple d'un fluide à seuil est le « modèle de Bingham »

$$\tau = \tau_0 + \eta_{pl} \dot{\gamma}$$

Où η_{pl} est la viscosité plastique.

La figure 5, représente les rhéogrammes (courbes τ en fonction $\dot{\gamma}$) pour les différents comportements usuels décrits ci-dessus.

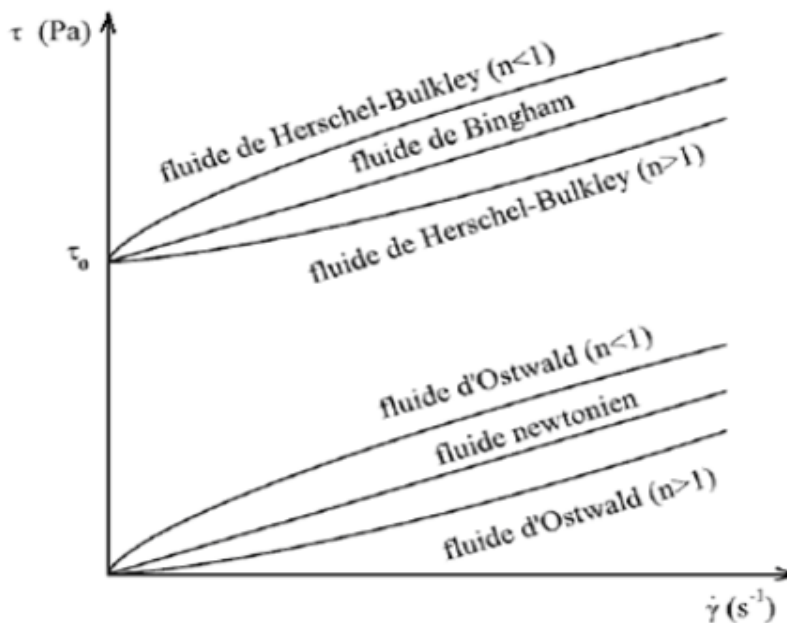


Fig. 5 : Lois de comportement rhéologique usuelles (Benchaabane, 2006).

6- procédé de fabrication

La fabrication de la pâte à tartiner passe par 5 étapes importantes :

1^{ère} étape : Le Malaxage

Cette première étape consiste à introduire l'ensemble des ingrédients (poudre de cacao, sucre, eau...etc.) et de mélanger mécaniquement jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène. La granulométrie de la pâte est encore réduite (affinée).

2^{ème} étape : Le broyage qui est une opération consistant à diviser un solide, pour augmenter sa surface spécifique (surface développée de la poudre par unité de masse).

En agroalimentaire le broyage se fait jusqu'à une maille définie pour la valeur à donner pour la suite à une texture et une surface optimal. En industrie et à grand échelle, on utilise une machine contenant des particules métalliques de conception sphérique permettant ce type d'opération.

3^{ème} étape : Le Tempéragé

Avant sa mise en forme, la pâte doit être amenée, avec précision, à la température qui permet une cristallisation stable. Cette opération conduit à une pâte stable, brillante et fondante.

4^{ème} étape : La Maturation

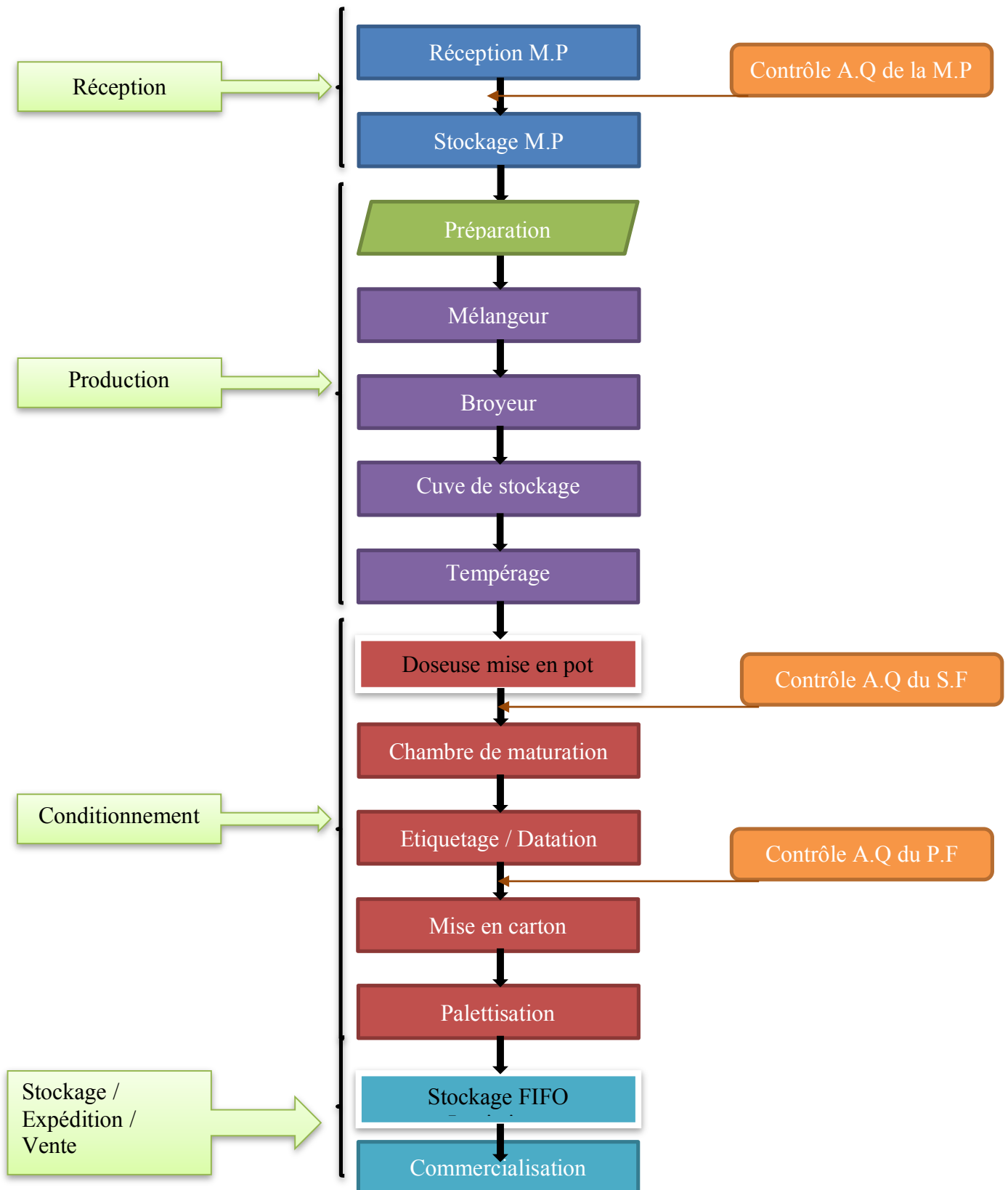
La maturation est la durée de temps (repos) nécessaire pour que la préparation atteigne son plus haut

degré de développement afin de permettre au stabilisateur d'agir, aux protéines de lait de s'hydrater et aux matières grasses de cristalliser.

5^{ème} étape : Le conditionnement

Le produit Semi-fini est conduit vers la chaîne de conditionnement pour l'étiquetage et le datage, puis rempli dans des cartons et stockés.

6-1 diagramme de fabrication (Fig 6) :



Conclusion

Le projet de fin d'études réalisé porte sur l'étude et le contrôle de qualité de la pâte à tartiner et le suivi de la stabilité (étuvage sous stress à 47°C), l'étude rhéologique de deux marques (TWICO et une marque de référence).

Le stage effectué au sein de laboratoire d'assurance qualité, nous a permis de mettre en pratique nos connaissances théoriques en industrie agroalimentaire et précisément dans le milieu de la chocolaterie. Il nous a aussi permis de connaître les technologies modernes de fabrication en respectant les règles de BPH et de BPF (dans le cadre du plan HACCP de l'entreprise).

Les résultats obtenus lors des analyses (physico-chimiques et microbiologiques) effectuées sur les matières premières et les produits finis montrent une conformité aux normes (interne) de l'entreprise et aux exigences de la réglementation Algérienne.

Les études comparatives (rhéologique et microscopique) montrent une bonne qualité de la pâte à tartiner Twisco.

Le contrôle impératif du produit fini et la maîtrise du processus de fabrication, permettent d'assurer aux consommateurs un produit de bonne qualités nutritionnelles et organoleptiques et ayant une bonne stabilité (test de conservation positif).

Les résultats obtenus démontrent que l'unité « **PROMASIDOR** » est très stricte et rigoureuse en matière d'hygiène.

Annexe 1

I. 1 Présentation de l'entreprise :

Implantée en Algérie depuis 2001, Promasidor est une entreprise dont le métier et la production, la distribution et la commercialisation de produits alimentaires de qualité.

Filiale du groupe Promasidor, elle est présente aujourd'hui sur le marché algérien avec 4 marques leader : Loya (lait en poudre), Twisco (poudre chocolatée et gâteaux), Amila (boissons en poudre instantanée), le Berbère (Fromage).

Promasidor Djazair, c'est aujourd'hui :

1. • Le siège et l'usine se trouvent à Guerrouaou sur une superficie de 2 ha.
2. • Une unité de production de fromage à Chéraga.
3. • Des magasins de distribution à Oran et Sétif.
4. • Environ 1000 collaborateurs.
5. • Des produits distribués sur au moins 30 000 points de vente.

Localisation de l'entreprise :



I. 2 Présentation des ateliers :

PROMASIDOR DJAZAIR compte 5 ateliers de production :

1. Poudre instantanée de lait de vache entier 28% matière grasse (LOYA)
2. Boisson instantanée édulcorée partiellement sucrée (AMILA)
3. Chocolat en poudre instantanée (TWISCO)
4. Pâte à tartiner choco-noisette (TWISCO)
5. Muffin, « Madeleines » (TWISCO)



Gamme de produits



Annexe 2

Appareillage	Verrerie et autre	Milieux de cultures	Solutions, Réactifs et Additifs
Autoclave	Anse de platine	Bouillon de Rothe	Alcool iso amylique
Agitateur à plaque chauffante	Bécher de 250,500ml	Bouillon Ethyle. Violet. Azide (Eva Litsky)	Ammoniaque
Balance analytique de précision	Burette graduée de 50, 100 ml	Bouillon Giolitti-Cantoni	Alun de fer
Bain-marie	Boite de pétri	Bouillon au sélinite-cysteine (SFB) (D/C) et (S/C)	Acide sulfurique
Bec-Benzen	Flacons en verre	Bouillon Tryptone-Eau-Sel (TSE)	Eau physiologique
Butyromètre Gerber	Pipettes pasteur	Gélose Plant Count Agar (PCA)	Eau distillé
Centrifugeuse Gerber	Sachets stériles	Gélose Viande Foie (VF)	Ethanol
Dessiccateur	Spatules métalliques	Gélose Chapman	Solution de soude NAOH (0,1N)
Etuve de 25, 30, 37,44 °C	Tubes à essais stériles de 10 ml	Gélose hektoene	Sulfite de sodium
Etuve de dessiccation	Erlenmeyer de 250, 500 ml	Gélose Lactose Bilie au Vert brillant et au Rouge de phénol (VRBL)	Sélinite de sodium
Réfrigérateur	Entonnoir	Gélose désoxycholate agar	acide de sodium
Thermomètre			Tryptophane-Eau-Sel (TSE)
Réfractomètre			Phénolphtaléine
Stampf-volumeter			
Tamis de vibration			
Microscope			

Composition des milieux de cultures Les milieux de cultures liquides

Leurs compositions sont exprimées en gramme par litre d'eau distillée (Marchal *et al.*, 1991).

Bouillon Giolitti cantoni

❖ Tryptone	10 g
❖ Extrait de viande	5 g
❖ Extrait de levure	5 g
❖ Chlorure de lithium	5 g
❖ Mannitol	20 g
❖ Chlorure de sodium	5 g
❖ Glycine	12 g
❖ Pyruvate de sodium	5 g
❖ pH	6,9

Bouillon Tryptone-Eau-Sel (TSE)

❖ Peptone	1 g
❖ Chlorure de sodium	8,5 g
❖ Eau distillé	100 ml

Bouillon Glucose à l'azide de sodium (Roth)

❖ Hydrolysate trypsique de caséine	12,6 g
❖ Peptone bactériologique	8 g
❖ Glucose	5 g
❖ Chlorure de sodium	5 g
❖ Phosphate di-potassique	2,7 g
❖ Phosphate mono-potassique	2,7 g
❖ Azide de sodium	0,2 g
❖ pH	6,8 - 7

Bouillon Ethyle-violet (E.V. A-Litsky)

❖ Peptone	20 g
❖ Glucose	5 g
❖ Chlorure de sodium	5 g
❖ Phosphate di-potassique	2,7 g
❖ Phosphate mono-potassique	2,7 g
❖ Azothhydrate de sodium	0,3 g
❖ Ethyle violet	0,0005 g
❖ pH	6,8

Bouillon d'enrichissement au sélénite et à la cystéine (SFB)

❖ Peptone bactériologique	5 g
❖ Phosphate di-sodique	10 g
❖ Lactose	4 g
❖ Sélénite de sodium	4 g
❖ Phosphate di-potassique	3,5 g
❖ Phosphate mono-potassique	6,5 g
❖ Cystéine	0,1 g
❖ pH	7

Les milieux de cultures solides**Gélose Hektoen**

❖ Protéolyse peptone	12 g
❖ Extrait de levure	3 g
❖ Chlorure de sodium	5 g
❖ Thiosulfate de sodium	5 g
❖ Sels biliaires	9 g
❖ Citrate de fer ammoniacal	1,5 g
❖ Salicine	2 g
❖ Lactose	12 g
❖ Saccharose	12 g
❖ Fuchsine acide	0,1 g
❖ Bleu de bromothymol	0,065 g

Gélose chapman

❖ Peptones	10,00 g
❖ Extrait de viande de bœuf	1,00 g
❖ D-mannitol	10,00 g
❖ Chlorure de sodium	75,00 g
❖ Rouge de phénol	0,025 g
❖ Agar	15,00 g

Gélose viande foie (VF)

❖ Base viande-foie	30 g
❖ Glucose	2 g
❖ Amidon	2 g
❖ Agar	11 g
❖ pH	7,6-7,8

Gélose Plat count agar (PCA)

❖ Tryptone	5 g
❖ Extrait de levure	2,5 g
❖ Glucose	4 g
❖ Agar	9 g

Gélose Lactosé Biliée au cristal violet et au rouge neutre (VRBL)

❖ Peptone	7 g
❖ Extrait de levure	5 g
❖ Lactose	10 g
❖ Chlorure de sodium	5 g

❖ Rouge neutre	30 mg
❖ Cristal violet	2 mg
❖ Agar-Agar	12 g
❖ pH	7,8

Gélose désoxycholate agar

❖ Peptone pepsique de viande	10,00 g
❖ Lactose	10,00 g
❖ Désoxycholate de sodium	0,50 g
❖ Chlorure de sodium	5,00 g
❖ Citrate de sodium	2,00 g
❖ Rouge neutre	0,03 g
❖ Agar agar bactériologique	15,00 g
❖ pH	7,1 ± 0,2.

Gélose Oxytétracycline glucose Agar (OGA) :

❖ Extrait de levure	5g.
❖ D-glucose	20g.
❖ Oxytétracycline	0.1g.
❖ Agar Agar	16g.
❖ Eau distillée	1000ml.
❖ pH	6.87

REACTIFS ET LEURS COMPOSITION :**Tellurite de potassium :**

❖ Tellurite de potassium	0.1g.
❖ Eau distillée	100ml.

Sulfite de sodium :

❖ Sulfite de sodium	5g.
❖ Eau distillée	100ml.

Alun de fer :

❖ Alun de fer	5g.
❖ Eau distillée	100ml.

Annexe 3 (Rhéogrammes)

1-twisco courbe écoulement 1

Bingham: $y = a + b \cdot x$

ANALYSIS RESULTS:

Number of Input Data Points : 12

Number of Output Data Points : 12

Regression Parameter a : 530,81

Regression Parameter b : 645,25

Correlation Ratio R : 0,96929

Correlation Ratio R^2 : 0,93952

Standard Deviation $s(n-1)$: 127,04 Pa relating to tau

Yield Stress τ_0 : 530,81 Pa

Infinite Shear Visc. η_{∞} : 645,25 Pa·s

Meas. Pts.	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity	Speed
	[1/s]	[Pa]	[Pa·s]	[1/min]
1	0,001	493	494 000	0,000763
2	0,00207	517	250 000	0,00158
3	0,00428	521	122 000	0,00327
4	0,00886	532	60 100	0,00676
5	0,0183	524	28 600	0,014
6	0,0379	535	14 100	0,0289
7	0,0785	586	7 470	0,0599
8	0,162	701	4 320	0,124
9	0,336	879	2 620	0,256
10	0,695	1 150	1 660	0,531
11	1,44	1 560	1 080	1,1
12	2,98	2 110	710	2,27

2- Nutella courbe ecoulement 1

Interval: 1
 Number of Data Points: 12
 Model Carreau I

Time Setting: 20 Meas. Pts.
 Meas. Pt. Duration 120 ... 4 s log

Measuring Profile:
 Shear Rate $d(\gamma)/dt = 0,001 \dots 1\,000 \text{ 1/s log}$

ANALYSIS RESULTS:

Number of Input Data Points : 12

Correlation Ratio R : 0,99761
 Correlation Ratio R² : 0,99523

Zero Shear Viscosity η_0 : 191 410 Pa·s
 Infinite Shear Visc. η_{∞} : 148,81 Pa·s

Meas. Pts.	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity	Speed
	[1/s]	[Pa]	[Pa·s]	[1/min]
1	0,001	117	117 000	0,000763
2	0,00207	173	83 600	0,00158
3	0,00428	208	48 700	0,00327
4	0,00886	236	26 600	0,00676
5	0,0183	264	14 400	0,014
6	0,0379	297	7 840	0,029
7	0,0785	353	4 500	0,0599
8	0,162	443	2 730	0,124
9	0,336	589	1 750	0,256
10	0,695	807	1 160	0,53
11	1,44	1 070	746	1,1
12	2,98	1 270	425	2,27

Abréviations

ASR : Anaérobie Sulfito-réducteur

C.F. : Coliformes Fécaux

C.T. : Coliformes Totaux

D/C : Double Concentration.

EPT : Eau Pèptonè Tomponnè

FIFO : First In First Out

Fig. : Figure.

FTAM : Flore Totale Aérobie Mésophile.

GAMT : Germe Aérobie Mésophile Totaux

GC: Giolitti Cantonni.

ISO : Internationale Standard Organisation.

JO : Journal Officiel.

JORA : Journal Officielle de la République Algérienne

Lev et Moisi : Levures et Moisissures

MG : Matière Grasse

N.E. : Norme Européenne

NA : Norme Algérienne.

NE : Norme Européenne.

NF : Norme Française.

NO* : (RONS, N pour *nitrogen* e)= espèces réactives oxygénées et azotées

NPP : Nombre le Plus Probable.

OGA : Oxytetracycline Glucose Agar.

OICCC : Office International du Cacao, du Chocolat et de la Confiserie.

P.F : Produit Fini

PCA: Plate Count Agar.

PDL : Poudre De Lait

pH : potentiel d'Hydrogène

ROS* : (*reactive oxygen species*) = espèces réactives oxygénées

S. : Staphylocoques

S.R : Sulfito-réducteur

Sal : Salmonelles

SFB : Bouillon au Sélénite de Sodium.

SM : solution mère

UE : Union Européen

UFC : Unité Formant Colonie.

V_{eq} : Volume équivalent

VF : Milieu Viande Foie.