

UNIVERSITE Saad DAHLAB-BLIDA
Faculté des Sciences Agro-vétérinaires
Département des Sciences Agronomiques

MEMOIRE DE MAGISTER

En Sciences Agroalimentaires

Option : Nutrition et Transformation des Aliments

**ELABORATION D'UNE NOUVELLE FORMULATION DE YAOURT
A VOCATION DIETETIQUE**

PAR

Rafika SOUALHI

Devant le jury composé de :

BENHADJA L	MCA.,U.S.D.B.	Université de Blida	Présidente
DOUMANDJI A.	MCB.,U.S.D.B.	Université de Blida	Examineur
EL HADI D.	MCA.,U.S.D.B	Université de Blida	Examineur
HADJ SADOK A.	MCB.,U.S.D.B.	Université de Blida	Co-promoteur
HADJ ZIANE A.	MCA.,U.S.D.B.	Université de Blida	Rapporteur

Blida, Décembre 2010

REMERCIEMENTS

Au terme d'un labeur assidu je tiens à remercier, au préalable Dieu le tout puissant de m'avoir donné force sérénité en vue d'accomplir ce modeste travail.

Il m'est intensément agréable d'exprimer ma profonde gratitude, aux nombreuses personnes qui, à des titres divers m'ont secondée dans mes recherches.

Ma très vive gratitude s'adresse tout d'abord à Madame Hadj Ziane A ainsi qu'à Monsieur Hadj sadok A, maitres de conférences au sein du département de chimie industrielle , qui ont facilité mes moyens de travail en prodiguant sans cesse leurs conseils et leurs encouragements et pour avoir assumé la direction de ce mémoire de fin d'étude avec doigté, gentillesse et pédagogie irréprochable.

Je garde une grande reconnaissance à Madame Boutekrabt L. maitre de conférences au sein du département des sciences agronomiques pour l'honneur qu'elle me fait de présider le jury, pour la bienveillance et la compréhension qu'elle m'a toujours témoigné.

Je remercie particulièrement Madame Doumandji A Maître de conférences au sein du département des sciences agronomiques ainsi que Monisieur El Hadi D, maitre de conférences au sein du département de chimie industrielle qui ont bien voulu examiner mon travail comme mémoire de magister. Je leurs dois un immense respect.

Ma sincère reconnaissance complimente aussi Monsieur Briki w. responsable du laboratoire développement et recherche au niveau de la laiterie TREFLE , sise à Blida.

Mes sincères remerciements vont à tout le personnel du laboratoire de l'ANP (Armée Nationale Populaire) sis à El Harrach.

RESUME

Le but de ce travail est l'élaboration d'une nouvelle formulation d'un yaourt diététique hyperprotéique à la fois riche en caséinates de sodium ainsi qu'en polysaccharides. On s'est intéressé en premier lieu, à l'étude de l'effet de différents polysaccharides sur les propriétés rhéologiques et sensorielles du produit. Il s'agit en fait d'agents texturants qui sont : l'amidon, la pectine, les carraghénanes et le xanthane. Le rôle de ces derniers étant l'amélioration des propriétés texturales du mélange en assurant ainsi une bonne stabilité à l'émulsion formulée. La stratégie expérimentale adoptée dans ce sens a été celle des plans d'expériences permettant ainsi d'économiser les matières premières et le temps en réalisant un minimum d'essais avec un maximum de crédibilité. D'après les premiers résultats obtenus, on a pu retenir deux agents texturants seulement possédant ainsi de bonnes propriétés texturales sur le mélange. Il s'agit en fait de l'amidon modifié ainsi que la pectine. On s'est focalisé par la suite sur l'optimisation de la formule en réalisant ainsi une deuxième série d'essais. Une formule optimale a pu être obtenue, possédant de bonnes propriétés texturales et gustatives. Elle est réalisée avec un mélange des deux agents texturants "amidon" et pectine" à des concentrations respectives de 9g/L et 0.9g/L. quant à la supplémentation de la formule en caséinates de sodium, elle est établie avec une concentration de 23.6 g/L. L'étude technico-économique a montré que le coût de revient de la formule est relativement modéré.

Mots-clés: Yaourt, diététique, hyperprotéique, caséinates de sodium, amidon, pectine, carraghénanes, xanthane, plan d'expériences.

ABSTRACT

The aim of this work is the elaboration of a new formulation of dietetic yoghurt both rich in sodium caseinate and also polysaccharides. At first, we were interested in the study of different polysaccharide's effect on rheological and sensory properties of the product. The textural agents used are : pectin, xanthan, starch and carraghenan. The role of these agents is to improve the textural properties in the mixture and to provide also a good stability in the formulated emulsion. The experimental strategy adopted in this case was the experiment's design in order to save raw material and time by realizing minimum formulations with a maximum of credibility. The first results show that both starch and pectin have a good effect on the mixture. Afterward, we focused on the formulation's optimization. One good formulation was obtained with 0.9 gram by liter of pectin, 9 gram by liter of starch and 23.6 gram by liter of sodium caseinate. The technico-economic study revealed and showed that the cost price of the three formulations were relatively moderated.

Key words: Yoghurt, dietetic, sodium caseinate, pectin, xanthan, starch, carraghenan, experiment's design.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو إنجاز وصفة جديدة من "الياغورت" الخاص بالحمية غني بالبروتينات من نوع "كازيينات الصوديوم" وكذا متعددات السكريات .

إنصب إهتمامنا في أول الأمر على دراسة آثار زيادة عدة أنواع من متعددات السكريات على الخصائص الهيكلية وكذا الريولوجية للياغورت.

متعددات السكريات التي استعملت في هذا المجال تتمثل في النشاء البكتين والكاراجينان وكذا الكزونتان .

دور هذه المركبات يتمثل في تحسين الخصائص الهيكلية للخليط بضمان إستقرار جيد للمزيج المشكل.

الإستراتيجية المتبعة في إنجاز هذا الهدف هو مخطط التجارب الذي يرمي الى توفير المادة الأولية والوقت بإنجاز أقل عدد من التجارب مع الكثير من المصادقية .

حسب النتائج الأولية تمكنا من إختيار إثنين من متعددات السكريات الذين أفرزا نتائج جيدة وهما النشاء والبكتين.

إثر ذلك قمنا بتوجيه مجهودنا لتحسين تركيز مكونات الخليط بواسطة إجراء تجارب أخرى .

تحصلنا على وصفة نهائية قد تم إنجازها بخليط من المكونين السابقين و ذلك بتركيز يقدر ب: 9 غرام/لتر من النشاء وكذا 0.9 غرام/لتر من البكتين في حين أن كمية الكازيينات المستعملة تقدر ب : 23.6 غرام/لتر

الدراسة التقنية والإقتصادية أثبتت أن ثمن الوصفة معتدل نسبيا.

كلمات المفتاح : ياغورت، حمية، بروتينات، كازينات الصوديوم، النشاء، البكتين، الكاراجينان، الكزونتان، مخطط التجارب.

TABLE DES MATIERES

RESUME	1
TABLE DES MATIERES	4
LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX	6
INTRODUCTION	14
1. GENERALITES	16
1.1 Définition	16
1.2 Historique	16
1.3 Classification	17
1.4 Composition du yaourt	17
1.5 Technologie de fabrication du yaourt	20
2. PROPRIETES STRUCTURALES ET RHEOLOGIQUES DU PRODUIT	31
2.1 Structure du yaourt	31
2.2 Rôle des agents de textures (hydrocolloïdes) sur la structure du produit	36
2.3 Propriétés et caractéristiques rhéologiques	41
3. INTERETS NUTRITIONNELS DU PRODUIT	50
3.1 Intérêts généraux	50
3.2 Propriétés nutritionnelles des protéines laitières	53
4. NOTIONS DE PLAN D'EXPERIENCES	56
4.1 Définition de la méthode des plans d'expériences	56
4.2 Notions de base	56
4.3 Types de plans d'expériences	60
4.4 Les étapes de réalisation d'un plan d'expériences	66
5. PLAN D'EXPERIENCES I	73

5.1	Mise en application de la méthode	73
5.2	Résultats des déterminations analytiques	86
5.3	Sélection des réponses	106
5.4	Détermination des coefficients des modèles postulés	109
5.5	Qualité des modèles	110
5.6	Etude de l'effet des facteurs sur les réponses retenus	111
6.	PLAN D'EXPERIENCES II	117
6.1	Objectif de l'étude	117
6.2	Facteurs retenus	117
6.3	Modèle et plan adopté	118
6.4	Construction du plan d'expériences et réalisation des essais	118
6.5	Méthodes d'analyses pour la caractérisation des différentes formules	120
6.6	Résultats des analyses	133
6.7	Sélection des réponses indépendantes	146
6.8	Détermination des coefficients du modèle postulé	147
6.9	Qualité du modèle	148
6.10	Influence des concentrations des facteurs sur les réponses	153
6.11	Optimisation de la formule	159
6.12	Etude technico-économique	160
	CONCLUSION GENERALE	161
	LISTE DES ABREVIATIONS	163
	LISTE DES SYMBOLES	164
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	165

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

Figure 1.1	Diagramme général de fabrication des yaourts	23
Figure 1.2	Microphotographie réalisée à partir du yaourt mettant en évidence la présence des deux bactéries : <i>Lactobacillus bulgaricus</i> et <i>Streptococcus thermophilus</i>	25
Figure 1.3	Schéma représentant les facteurs stimulants la coopération inter espèces	26
Figure 2.1	Microstructure tridimensionnelle du yaourt	31
Figure 2.2.	Modèle de structure de micelle de caséines selon Ono et Obata	32
Figure 2.3	Microstructure de trois types de yaourts enrichis respectivement en protéines sériques, en poudre de lait et en caséinates de sodium	34
Figure 2.4	Schéma représentant la structure des pectines	37
Figure 2.5	Schéma représentant le dimère formant le carraghénane	39
Figure 2.6	Schéma représentant la structure de la gomme xanthane	41
Figure 2.7	Ecoulement entre deux plans parallèles	42
Figure 2.8	Courbes d'écoulement et de viscosité d'un liquide newtonien	43
Figure 2.9	Cisaillement et écoulement d'un fluide rhéofluidifiant	45
Figure 2.10	Courbes d'écoulement et de viscosité d'un fluide rhéofluidifiant	45
Figure 2.11	Courbes d'écoulement et de viscosité d'un fluide rhéoépaississant	46
Figure 2.12	Courbes d'écoulement de fluides présentant une contrainte critique	47
Figure 3.1	Cinétiques d'apparition plasmatique des acides aminés	55
Figure 4.1	Le domaine de variation d'un facteur	57
Figure 4.2	Représentation d'un espace expérimental	57

Figure 4.3	Représentation d'un point expérimental	58
Figure 4.4	Représentation géométrique d'une expérimentation	58
Figure 4.5	Représentation d'une surface de réponse	59
Figure 4.6	Représentation géométrique d'un mélange à trois constituants à l'aide d'un triangle équilatéral	62
Figure 4.7	Représentation géométrique d'un mélange à quatre constituants par un tétraèdre régulier	62
Figure 4.8	Représentation géométrique d'un mélange à trois constituants sans contraintes	63
Figure 4.9	Représentation géométrique d'un mélange à trois constituants présentant des limites inférieures	63
Figure 4.10	Représentation géométrique d'un mélange à trois constituants présentant des limites supérieures	64
Figure 4.11	Représentation géométrique d'un mélange à trois constituants présentant des limites inférieures et supérieures	64
Figure 4.12	Représentation géométrique de la sélection des points expérimentaux lors du passage d'un plan classique à un plan D-optimal	65
Figure 5.1	Diagramme de fabrication de yaourt établi à l'échelle de laboratoire	79
Figure 5.2	Schéma représentatif des différents compartiments composant le rhéomètre	81
Figure 5.3	Graphique représentant les courbes de variation du pH des 19 essais en fonction du temps	86
Figure 5.4	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 1	89

Figure 5.5	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 2	89
Figure 5.6	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 3	90
Figure 5.7	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 4	90
Figure 5.8	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 5	91
Figure 5.9	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 6	91
Figure 5.10	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 7	92
Figure 5.11	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 8	92
Figure 5.12	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 9	93
Figure 5.13	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 10	93
Figure 5.14	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 11	94
Figure 5.15	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 12	94
Figure 5.16	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 13	95
Figure 5.17	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 14	95
Figure 5.18	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 15	96
Figure 5.19	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 16	96
Figure 5.20	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 17	97
Figure 5.21	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 18	97
Figure 5.22	Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai 19	98
Figure 5.23	Photographie représentant l'essai E1	100
Figure 5.24	Photographie représentant l'essai E2	100
Figure 5.25	Photographie représentant l'essai E3	100
Figure 5.26	Photographie représentant l'essai E4	100
Figure 5.27	Photographie représentant l'essai E5	101

Figure 5.28	Photographie représentant l'essai E6	101
Figure 5.29	Photographie représentant l'essai E7	101
Figure 5.30	Photographie représentant l'essai E8	101
Figure 5.31	Photographie représentant l'essai E9	102
Figure 5.32	Photographie représentant l'essai E10	102
Figure 5.33	Photographie représentant l'essai E11	102
Figure 5.34	Photographie représentant l'essai E12	102
Figure 5.35	Photographie représentant l'essai E13	103
Figure 5.36	Photographie représentant l'essai E14	103
Figure 5.37	Photographie représentant l'essai E15	103
Figure 5.38	Photographie représentant l'essai E16	103
Figure 5.39	Photographie représentant l'essai E17	104
Figure 5.40	Photographie représentant l'essai E18	104
Figure 5.41	Photographie représentant l'essai E19	104
Figure 5.42	Histogrammes mettant en évidence les coefficients d'ajustement et de prédiction des modèles postulés	110
Figure 5.43	Effet des différents facteurs sur la consistance	111
Figure 5.44	Effet des différents facteurs sur l'onctuosité	112
Figure 5.45	Effet des différents facteurs sur la granulosité en bouche	113
Figure 5.46	Effet des différents facteurs sur l'astringence	114
Figure 5.47	Effet des différents facteurs sur le goût sucré	115
Figure 6.1	Schéma représentatif du mode opératoire relatif à la recherche des Salmonelles	132

Figure 6.2	Photographie représentant l'essai E1	136
Figure 6.3	Photographie représentant l'essai E2	136
Figure 6.4	Photographie représentant l'essai E3	136
Figure 6.5	Photographie représentant l'essai E4	136
Figure 6.6	Photographie représentant l'essai E5	137
Figure 6.7	Photographie représentant l'essai E6	137
Figure 6.8	Photographie représentant l'essai E7	137
Figure 6.9	Photographie représentant l'essai E8	137
Figure 6.10	Photographie représentant l'essai E9	138
Figure 6.11	Photographie représentant l'essai E10	138
Figure 6.12	Photographie représentant l'essai E11	138
Figure 6.13	Photographie représentant l'essai E12	138
Figure 6.14	Photographie représentant l'essai E13	139
Figure 6.15	Photographie représentant l'essai E14	139
Figure 6.16	Photographie représentant l'essai E15	139
Figure 6.17	Photographie représentant l'essai E16	139
Figure 6.18	Photographie représentant l'essai E17	140
Figure 6.19	Photographie représentant l'essai E18	140
Figure 6.20	Photographie représentant l'essai E19	140
Figure 6.21	Histogrammes mettant en évidence les coefficients d'ajustement et de reproductibilité des modèles	148
Figure 6.22	Dispersion des résultats de mesure par rapport au modèle postulé concernant la granulométrie	150

Figure 6.23	Dispersion des résultats de mesure par rapport au modèle postulé concernant l'onctuosité	151
Figure 6.24	Dispersion des résultats de mesure par rapport au modèle postulé concernant la consistance	152
Figure 6.25	Effet des différents facteurs sur les réponses étudiées	155
Figure 6.26	Représentation graphique des courbes isoréponses au sein du domaine d'étude de la réponse onctuosité	156
Figure 6.27	Représentation graphique des courbes isoréponses au sein du domaine d'étude de la réponse consistance	157
Figure 6.28	Représentation graphique des courbes isoréponses au sein du domaine d'étude de la réponse granulométrie	158

Tableau 1.1	Composition des différents types de yaourt	18
Tableau 1.2	Interactions métaboliques entre les deux bactéries en culture mixte dans le lait	28
Tableau 2.1	Viscosité intrinsèque des différentes protéines lactières	35
Tableau 2.2	Comparaison de l'absorption d'eau entre des caséines et les caséinates	36
Tableau 2.3	Modèles rhéologiques décrivant l'écoulement de fluides à contrainte critique	47
Tableau 3.1	Compositions comparées des laits de consommation et du yaourt	50
Tableau 3.2	Critères de composition des caséinates	54
Tableau 5.1	Facteurs retenus et leurs niveaux	76
Tableau 5.2	Les différentes formules du plan d'expériences	78
Tableau 5.3	les différents systèmes de mesure du PHYSICA	82
Tableau 5.4	Liste des 11 attributs utilisés pour l'analyse descriptive quantitative	84
Tableau 5.5	Définition et protocole de dégustation des descripteurs de texture évalués par les sujets lors de l'analyse descriptive quantitative	85
Tableau 5.6	Variation du pH en fonction du temps	87
Tableau 5.7	Les écarts de variation du pH des essais	88
Tableau 5.8	Paramètres rhéologiques de chaque essai formulé	99
Tableau 5.9	Résultats de l'analyse sensorielle	105
Tableau 5.10	Matrice de corrélation	107
Tableau 5.11	Les réponses retenues au niveau du plan d'expériences	108
Tableau 6.1	Les facteurs retenus et leurs niveaux	117
Tableau 6.2	Les différentes formules du plan d'expériences	118
Tableau 6.3	Variation du pH en fonction du temps	134

Tableau 6.4	Paramètres rhéologiques de chaque essai formulé	135
Tableau 6.5	Résultats de l'analyse sensorielle	141
Tableau 6.6	Les résultats des analyses physicochimiques	143
Tableau 6.7	Résultats des analyses microbiologiques	145
Tableau 6.8	Matrice de corrélation du deuxième plan	147
Tableau 6.9	Représentant la formule optimale	159
Tableau 6.10	Représentant le coût de revient de la matière première de 100g de produit	160
Tableau 6.11	Coût de revient de 100 g de produit final	160

INTRODUCTION

Les laits fermentés ont représenté pendant des millénaires et pour de nombreuses populations, une alimentation privilégiée du fait de sa richesse en protéines et de sa bonne digestibilité. [1] Aujourd'hui, la consommation de ce type de produits en Algérie; plus particulièrement celle du yaourt; dépasse largement les 67% selon l'ONS. Ceci est dû sans doute à une prise de conscience des bienfaits nutritionnelles que peut apporter ce produit.

En effet, Le yaourt est considéré comme étant plus digeste que le lait non fermenté. Il contient deux fois plus d'acides aminés libres: cette propriété résulte du traitement thermique, de l'acidification et de l'activité protéolytique des bactéries. Nous nous sommes rendu compte que les propriétés fonctionnelles, structurales et nutritionnelles du yaourt sont dues principalement à des protéines majoritairement présentes au sein du produit et que l'on nomme caséines.

Ces caséines possèdent en fait des propriétés épaississantes ainsi que des propriétés, émulsifiantes et moussantes très intéressantes. Elles participent fortement à la construction du gel lors de la fermentation. De plus, cette protéine a la capacité de ralentir la digestion et de ce fait prolonge la sensation de satiété.[2]

Toutes ces propriétés et caractéristiques ont poussé les industriels à extraire ces protéines du lait sous une forme soluble qu'on appelle caséinate qui demeure jusqu'à aujourd'hui, un ingrédient incontournable dans la majorité des produits diététiques et de régime hyperprotéique qui sont, de plus en plus répandus.

Cependant, l'utilisation de cet ingrédient en industrie agro-alimentaire connaît des difficultés d'ordre financier dû à leur coût relativement élevé, c'est pour cette raison que les producteurs de produits dérivés du lait en Algérie n'ont jamais utilisé cette protéine dans leurs formulations.

C'est dans ce contexte précis que s'inscrit notre travail. Pour pallier à ce problème d'ordre économique, nous avons tenté de substituer une partie des caséinates par un ou plusieurs polysaccharides dont le prix est nettement, moins élevé au sein d'une formulation d'un yaourt ; il s'agit de produits disponibles en Algérie et qui sont : le carraghénane, le xanthane, l'amidon modifié et la pectine. Ce sont des agents texturants très utilisés dans l'industrie laitière.

Ainsi, l'objectif principal de cette étude consiste en l'élaboration d'une nouvelle formulation de yaourt à la fois hyper protéinique, riche en polysaccharides et possédant des vertus diététiques très appréciables.

Pour ce faire, la stratégie adoptée consiste, à planifier les essais de formulation par la méthodologie, des plans d'expériences. La ou les formules optimale(s) seront obtenues par modélisation et simulation en surface de réponses. La qualité de cette démarche statistique sera analysée et appréciée par des méthodes d'analyse appropriées.

Le travail présenté dans ce mémoire a été structuré comme suit ;

- Une synthèse bibliographique dans laquelle des généralités sur le yaourt sont présentés ainsi qu'une mise en évidence des propriétés structurales et rhéologiques du yaourt.
- Une partie expérimentale consacrée à l'étape de formulation moyennant deux plans d'expériences. La rhéologie sera l'outil de base pour étudier la consistance et la stabilité du produit. Une caractérisation physico-chimique et microbiologique de la formule optimale a été réalisée ainsi qu'une étude technico-économique.
- Une conclusion générale clôture cette étude, elle exposera les différents résultats qui se sont dégagés ainsi que des perspectives pour mettre en avant les points qui méritent d'être approfondies.

CHAPITRE 1 : GENERALITES

1.1 Définition:

Selon la définition de 1977 établie par la FAO et l'OMS, le yaourt est un lait coagulé obtenu par la fermentation lactique acide due à 2 ferments spécifiques : *Lactobacillus delbrueckii sous-espèce bulgaricus* (anciennement appelé *Lactobacillus bulgaricus*) et *Streptococcus salivarius, subsp. thermophilus* (anciennement appelé *Streptococcus thermophilus*) [1]. Ces bactéries lactiques thermophiles spécifiques doivent êtreensemencées simultanément et se trouver vivantes dans le produit fini à raison d'au moins 10 millions de bactéries par gramme rapportées à la partie lactée. Lors de sa mise à la consommation, la quantité d'acide lactique libre contenue dans le yaourt ne doit pas être inférieure à 0,8 gramme pour 100 grammes de produit [3].

1.2 Historique:

Les laits fermentés ont représenté depuis toujours, un aliment indispensable à la vie. Même si les produits obtenus étaient très différents selon la région dont ils étaient issus, le but recherché de la fermentation a certainement toujours été le même: la conservation du lait grâce à la transformation du lactose en acide lactique par des bactéries lactiques, diminuant fortement le pH du lait et assurant une protection contre le développement de nombreux germes pathogènes. L'usage des laits fermentés a commencé en Eurasie, chez les Tartares, les Kirghizes et les Kalmoucks (anciennes appellations relatives à des peuples turcs et mongols). Le premier nom turc, apparu au VIII^e siècle, fut "yogurut" pour être changé au XI^e siècle par le nom "yoghourt" utilisé actuellement [4]. L'origine du mot reste mystérieuse. Le mot yoghurt proviendrait probablement de la langue bulgare (yoghurt), "yog" qui voulait dire "épais" et "urt" qui signifiait "lait". L'usage de cet aliment s'est étendu progressivement dans les Balkans au rythme de la progression des invasions mongoles. Le yoghurt devient ainsi l'un des produits clés de l'aire turco-mongole. Cependant sa consommation généralisée en occident reste relativement tardive. Il faudra attendre la fin du XIX^e siècle pour que le savant ukrainien Metchnikoff, prix Nobel en 1908, attribue au yoghurt dont il a isolé le *Bacillus bulgare* nommé de nos jours *Lactobacillus bulgaricus*, la longévité des montagnards du Caucase et

des Balkans [5]. Bien que le yaourt fût découvert il y a longtemps, l'industrialisation de la production n'a démarré qu'au XX^e siècle. En effet, c'est en 1917 qu'Issac Carasso commence à produire du yoghourt à Barcelone selon des procédés industriels. Pendant les années 1950, la consommation de yoghourts augmenta considérablement. Sa réputation en tant qu'aliment aux bienfaits exceptionnels se développa. Cette tendance continua à s'accroître pendant les années 1960. Les industriels en profitèrent pour élargir leur marché par de nouvelles gammes : yoghourts fermes, brassés ou à boire ; au lait entier, écrémé ou allégé ; naturels, sucrés, aromatisés ou aux fruits [6].

1.3 Classification:

Il existe en fait plusieurs types de classification

1.3.1 Selon la teneur en matières grasses :

- *Les yaourts maigres*: inférieurs à 1% de matières grasses ;
- *Les yaourts ordinaires naturels*: 1% minimum de matières grasses ;
- *Les yaourts au lait entier* : 3,5 % de matières grasses.

1.3.2 Selon leur goût:

- *Les yaourts naturels*: ils ne subissent aucune addition ;
- *Les yaourts sucrés*: ils sont additionnés de sucre ;
- *Les yaourts "aux fruits", "au miel", "à la confiture"*: ils subissent une addition inférieure à 30% de ces différents produits ;
- *Les yaourts "aromatisés"*: ils contiennent des arômes naturels renforcés par un produit de synthèse.

1.3.3 Selon leur texture:

- *Les yaourts "fermes"*: Ce sont les yaourts coagulés en pots; de texture compacte, ferme.
- *Les yaourts "brassés"*: Ce sont les yaourts coagulés en cuve et brassés avant la mise en pot;
- *Les yaourts "à boire"*: ce sont des yaourts coagulés en cuve, brassés et battus avant la mise en pot, leur texture est liquide [1].

1.4 Composition du yaourt:

En général, Le yaourt est composé de divers nutriments tels que les protéines, lipides, glucides ainsi que des vitamines et des minéraux. Le tableau suivant résume les quantités des principaux nutriments présentes dans les différentes catégories de yaourt.

Tableau 1.1: Composition de différents types de yaourt [7]

	Teneur moyenne pour 100 grammes de produit							Valeur énergétique
	Protéines (g)	Lipides (g)	Glucides (g)	Calcium (mg)	Sodium (mg)	Potassium (mg)	Phosphore (mg)	KJ
Yaourt nature	4,15	1,2	5,2	174	57	210	114	201
Yaourt au lait entier	3,8	3,5	5,3	171	56	206	112	284
Yaourt nature 0%	4,2	Traces	5,4	164	55	180	100	163
Yaourt nature sucré	3,8	1,1	14,5	160	52	195	105	347
Yaourt aromatisé au lait entier	3,2	3,2	12	140	50	190	106	372
Yaourt brassé nature	4,3	1,8	5,2	165	40	205	115	230
Yaourt brassé aux fruits	3,75	1,65	14,5	140	50	190	110	368
Yaourt au lait entier aux fruits	3,1	2,7	16,5	140	45	180	100	431
Yaourt maigre aux fruits	3,6	Traces	17,2	140	45	180	100	351

1.4.1 Les protéines

On peut distinguer en fait deux grandes catégories de protéines :

- *Les caséines*: elles sont présentes sous forme d'une structure supra moléculaire appelée micelle de caséines. Elles sont les principaux constituants protéiques (82%). Une propriété importante des micelles est de pouvoir être déstabilisée par voie acide ou par voie enzymatique et de permettre la coagulation; elle constitue le fondement de la transformation du lait en fromages et en laits fermentés.
- *Les protéines sériques*: qui sont également appelées protéines solubles, puisqu'elles ne précipitent pas sous l'effet d'une acidification. Ces protéines solubles ne coagulent pas par voie enzymatique, mais sont sensibles à la chaleur et dénaturées à partir de 62°C. Elles se caractérisent en outre par une forte hydrophilie qui leur confère des propriétés fonctionnelles originales (pouvoirs hydratant et foisonnant) et par une valeur

nutritionnelle élevée. La β -lactoglobuline est la protéine sérique la plus abondante (45%). Le ratio Protéines Sériques / Caséines est donc proche de 20/80 dans un lait frais (soit 0.23). Afin de modifier les propriétés rhéologiques et par conséquent de texture du produit, le lait peut être enrichi avec différentes fractions protéiques : poudre de lait, concentré de protéines sériques ou caséinates [2].

1.4.2 Les glucides:

Le lactose est le seul sucre libre et quasi exclusif du lait. C'est le composant majeur du lait et le plus constant en proportion. À la concentration de 50g/l dans le lait de vache, il représente presque la moitié de la matière sèche et son activité osmotique globale est beaucoup plus élevée que celle des autres constituants. Lors de la fermentation du lait en yaourt, 25-30% du lactose seulement est hydrolysée en glucose et galactose. La majeure partie du glucose est ensuite transformée en acide lactique de sorte qu'à la fin de l'incubation, les glucides des yaourts "nature" sont constitués par du lactose principalement, par du galactose et par de très faibles quantités de glucose.

En général, la teneur en glucides est:

- Equivalente à celle du lait de départ quand du lait en poudre a été ajouté (3%);
- Inférieure à celle du lait de départ s'il n'y a pas addition de lait en poudre ;
- Supérieure si les yaourts sont sucrés ou aromatisés [1].

1.4.3 Les lipides:

La valeur énergétique est variable en fonction des glucides mais aussi des lipides (c'est-à-dire en fonction du type de lait utilisé : entier, 1/2 écrémé ou écrémé). Quoiqu'il en soit, la majorité de ces lipides sont saturés [1].

1.4.4 Les minéraux:

- *Calcium*

La quantité de calcium est plus importante dans les yaourts par rapport au lait grâce à l'augmentation de l'extrait sec. Ainsi, on passe de 120 mg/100ml dans le lait à 170 mg/100g en moyenne dans les yaourts. Le yaourt fait partie des aliments dont la densité calcique est la plus élevée (densité calcique = quantité de calcium /100kcal): $d = 346 \text{ mg}/100\text{kcal}$ (yaourt nature). L'acidification par l'acide lactique du yaourt provoque une solubilisation du calcium qui sera alors mieux assimilé [1].

- *Autres minéraux*

La teneur en phosphore varie entre 100 et 115mg /100g. Le rapport calcium/phosphore est de 1,5 ce qui est excellent. La teneur en potassium varie entre 180 et 210 mg/100g quand à la teneur en sodium, elle oscille entre 40 et 60mg/100g [7].

1.4.5 Les vitamines:

Le yaourt contient des vitamines du groupe B en faible quantité et il est dépourvu de vitamine C. Cependant, les bactéries lactiques produisent certaines vitamines du groupe B ce qui augmente légèrement cet apport de 10 à 15%. Les vitamines liposolubles sont apportées en petite quantité sauf dans les yaourts fabriqués avec du lait écrémé où il n'y en a aucune.

Remarque: certaines vitamines sont dégradées par la flore même si les pertes sont compensées par la concentration du lait [1].

1.5 Technologie de fabrication du yaourt :

1.5.1 Choix du lait:

La principale matière première pour la fabrication des yaourts est le lait dont, pour l'essentiel, le lait de vache. Il peut être soit du lait frais, soit du lait reconstitué (à partir de lait en poudre maigre et de matière grasse laitière anhydre), soit du lait reconstitué (à partir de lait en poudre). En général, il est constitué d'environ 88% d'eau et de 12 % de matière sèche contenant des glucides, des protéines, des lipides et des minéraux [8]. Le lait destiné à la production de yaourt doit être d'une qualité bactériologique très élevée. Il doit avoir une faible teneur en bactéries et substances susceptibles d'empêcher le développement du levain du yaourt. Le lait ne doit pas contenir d'antibiotiques, bactériophages, résidus de solutions de NEP ou d'agents de stérilisation [9].

1.5.2 Etapes de fabrication du yaourt :

Les procédés de fabrication des yaourts se caractérisent par trois grandes étapes : la préparation du lait, la fermentation et les traitements post-fermentaires du produit. Le diagramme de production diffère selon le type de produit (yaourt ferme ou brassé) et présente des variantes selon sa teneur en matières grasses et son arôme. Le diagramme général de production est présenté dans la figure 1 et les étapes de la fabrication sont détaillées aux paragraphes suivants:

a) Préparation du lait :

- Prétraitement du lait:

Dans les pays de production laitière, le lait frais arrive en camions-citernes réfrigérés à l'unité de production. Il est contrôlé lors de sa réception, pompé puis filtré pour éliminer les résidus solides, puis stocké à froid (<5°C). Le contrôle de la qualité du lait se fait sur :

- La qualité sanitaire : la température de transport, le nombre de germes totaux et de cellules somatiques, ainsi que l'acidité titrable;
- La qualité technologique : analyse de sa composition en matière grasse et en matière azotée, dépistage des antibiotiques.

Une légère thermisation à 60-65°C peut être pratiquée si le lait doit être stocké plus d'une journée. [10]

- *Standardisation du lait:*

La composition du lait varie selon les races, l'alimentation, le stade de lactation de l'animal et la saison. C'est la raison pour laquelle, en fabrication de yoghourts, il est nécessaire de standardiser le lait en matière grasse et en matière protéique, pour répondre aux spécifications nutritionnelles et organoleptiques des produits et obtenir une qualité constante au cours de l'année pour un type de produit.

Le lait subit dans un premier temps un écrémage par centrifugation permettant d'atteindre moins de 0,07g de matière grasse pour 100g de lait. Le lait est ensuite mélangé à la crème dans des proportions caractéristiques des produits finis souhaités. Les teneurs en matière grasse des yoghourts du commerce sont généralement comprises entre moins de 1% pour les yoghourts maigres, et 3,5% pour les yoghourts au lait entier, voire plus (jusqu'à 10%) dans certains pays. Concernant la standardisation du lait en matière sèche qui est un facteur important puisqu'il conditionne la viscosité et la consistance du produit et donne lieu à un coagulum de yaourt plus ferme tout en diminuant la tendance à la séparation du lactosérum [7]; elle peut être établie de diverses manières, les deux couramment utilisées sont la concentration (évaporation ou osmose inverse) ou l'adjonction de poudre de lait écrémé ou des protéines d'origine animale (protéines du lactosérum, caséines et caséinates) à des doses variant selon la texture recherchée (yoghourt à boire, yoghourt ferme ou yoghourt brassé). Selon le code et les principes FAO/OMS, la teneur minimale en matière sèche est de 8,2 % alors que la FIL exige une teneur protéique minimale de 2,8% du produit fini ou de 33% de l'extrait sec laitier total non gras du produit fini. Cependant, les teneurs minimales requises sont variables selon les pays et sont globalement comprises entre 2,8 et 4%. [6]

- *Autres éventuels ajouts:*

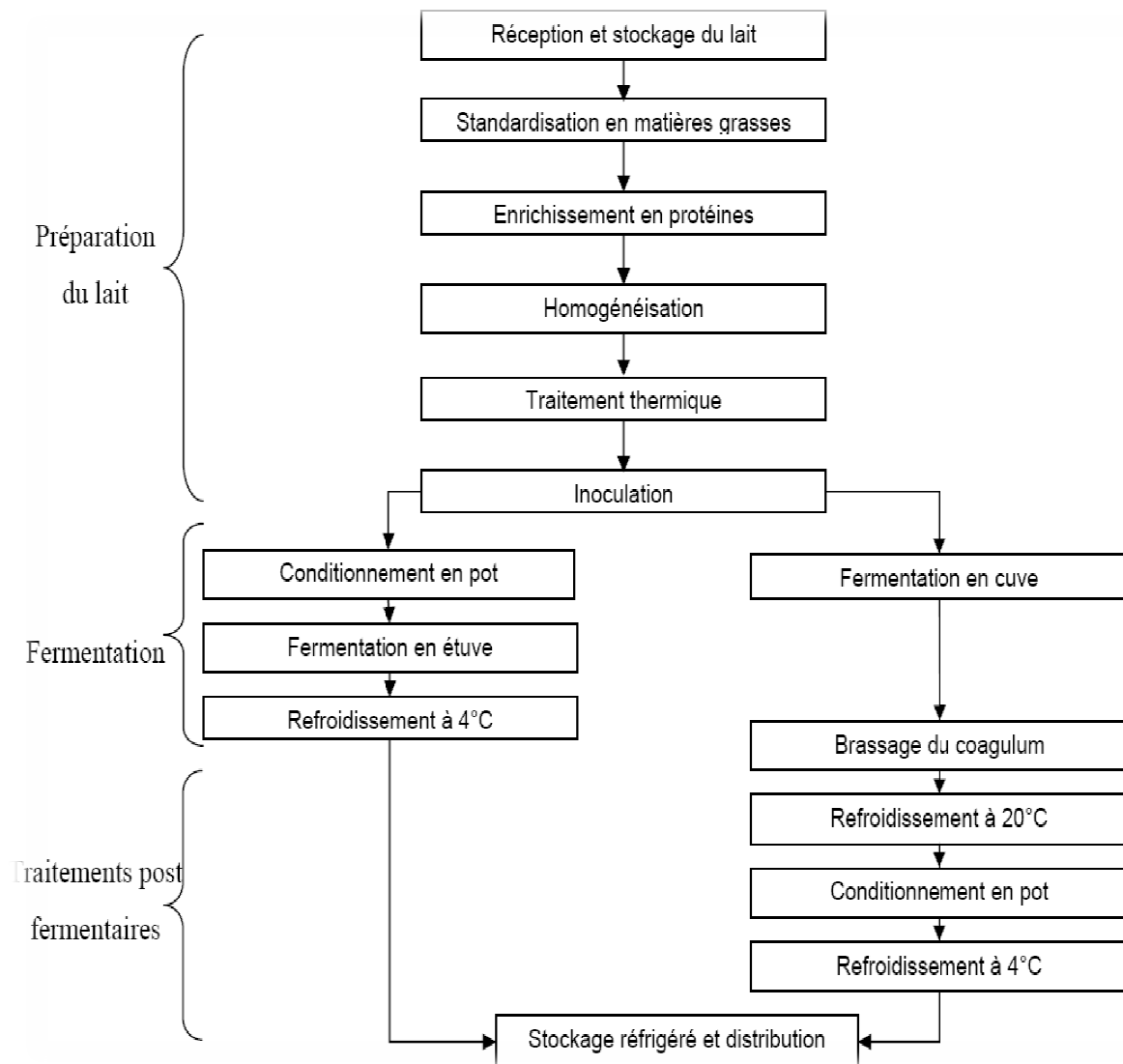
- Sucre ou édulcorant: Il est possible d'ajouter du saccharose disaccharide ou un monosaccharide tel que du glucose. Il convient de souligner que l'addition d'une quantité supérieure à 10% au lait avant la période

d'ensemencement/incubation a un effet contraire sur les conditions de fermentation car cela modifie la pression osmotique du lait. Pour satisfaire les personnes, au régime, parmi lesquels les diabétiques représentent une catégorie importante, il faudrait utiliser des édulcorants. Il s'agit d'additifs qui n'ont aucune valeur nutritionnelle mais possèdent un goût très sucré même à très petites doses. Comme ces produits sont sensibles au chauffage, ils sont toujours ajoutés après le traitement thermique [6]. Les conditions d'utilisation ainsi que les quantités d'édulcorants autorisés sont fixés au niveau de l'arrêté interministériel du 15 décembre 1999.

- Agents texturants : L'ajout d'additifs (agent de texture, etc..) dans les yaourts est autorisé par la réglementation de la majorité des pays, mais pas en Algérie. Dans ce cas, les produits sont appelés "produits laitiers frais fermentés". Lors de cette étude, bien que des agents de texture soient ajoutés aux produits, seule la dénomination yaourt sera retenue pour faciliter la lecture. Les fonctionnalités recherchées des agents texturants sont en général un apport de texture et/ou une suppression de la synérèse dans le produit fini voire la diminution du coût d'une formule, à texture équivalente. La plupart des agents de texture sont des polysaccharides (d'origine végétale ou microbienne), susceptibles d'interagir avec les protéines laitières lors du traitement thermique ou de la fermentation. Le type ainsi que la quantité d'agents texturants à ajouter doivent être déterminés par chaque fabricant sur la base de l'expérience. [6]

- *Homogénéisation:*

L'homogénéisation vise, avant tout, à réduire la taille des globules gras et est indispensable pour éviter la remontée de la matière grasse pendant la fermentation. Pour des raisons hygiéniques (risque de contamination), elle est généralement réalisée avant le traitement thermique du mix ou au cours de sa montée en température, vers 65-70°C. Cette opération augmente également la viscosité du lait [11] et par conséquent du yoghourt, lui conférant une meilleure stabilité et réduisant l'exsudation du sérum (ou synérèse) pendant le stockage du yoghourt ferme. Enfin, elle confère un aspect plus blanc au produit fini. L'homogénéisation est réalisée sous pression (généralement entre 100 et 300 bars).



- *Traitement thermique:*

Le mix de fabrication est soumis à un traitement thermique à double objectif :

- Élimination de la plus grande partie de la flore microbienne naturelle présente initialement dans le lait, dont la flore d'altération ou pathogène.
- Amélioration des propriétés physiques du yoghourt (viscosité, capacité de rétention d'eau). En effet, le traitement thermique dénature plus de 85% des protéines solubles. Ceci permet d'augmenter la quantité de matière insoluble dans le caillé pour la coagulation et d'assurer une bonne texture au produit fini.[12]

Ce traitement thermique peut être effectué selon deux procédés: le traitement batch (de plus en plus rare) ou, le plus souvent, le traitement en continu. Le traitement batch est réalisé dans des cuves à double enveloppe, par injection de vapeur. Dans ce cas, les barèmes appliqués sont généralement de 85 à 90°C pendant 15 à 30 min. Le système continu est plus rationnel pour les unités de fabrication industrielle. Il implique la mise en œuvre d'échangeurs à plaques ou tubulaires. Le traitement le plus courant, dans ce cas, est un chauffage à 92-95°C pendant quelques minutes. [6]

- *Dégazage:*

Le dégazage du lait est une étape importante, elle permet d'assurer une bonne croissance des bactéries lactiques et l'acidification du lait. Les systèmes utilisés pour les mélanges des poudres sont source d'incorporation d'oxygène; il est donc possible d'observer des inhibitions de croissance des bactéries lactiques à cause d'une forte concentration en oxygène dissous dans le mix laitier. Il demeure impératif d'installer un système de dégazage après le préchauffage pour retirer l'air (et donc l'oxygène dissous) du lait. Son principe est celui d'une cloche à vide où une dépression partielle (0,3 à 0,4 bars absolus) est réalisée aux environs de 80°C. Il est associé, en général, à une réincorporation des condensats afin de ne plus modifier l'extrait sec du lait de départ. [6]

- *Refroidissement du lait:*

Après la pasteurisation, le lait est refroidi à la température d'ensemencement souhaitée, habituellement de 40 à 45°C.

b) La fermentation:

- *Critères de choix:*

Pour bénéficier de l'appellation yaourt, la réglementation impose la seule présence des deux bactéries lactiques thermophiles *Streptococcus salivarius subsp. thermophilus* et

Lactobacillus delbrueckii subsp. *bulgaricus* (voir Fig.1.2). Les ferments sont toujours utilisés en cultures mixtes, associant les deux espèces, et souvent plusieurs souches d'une même espèce bactérienne. Les critères de choix des souches reposent principalement sur des considérations technologiques (vitesse d'acidification, résistance aux bactériophages) et organoleptiques (production d'exopolysaccharides et de composés d'arômes, post-acidification). Ainsi, selon le cas, il peut être recommandé de sélectionner et d'associer des souches présentant une activité acidifiante élevée, une production de polysaccharides ou de composés d'arômes importante, ou une faible post-acidification.

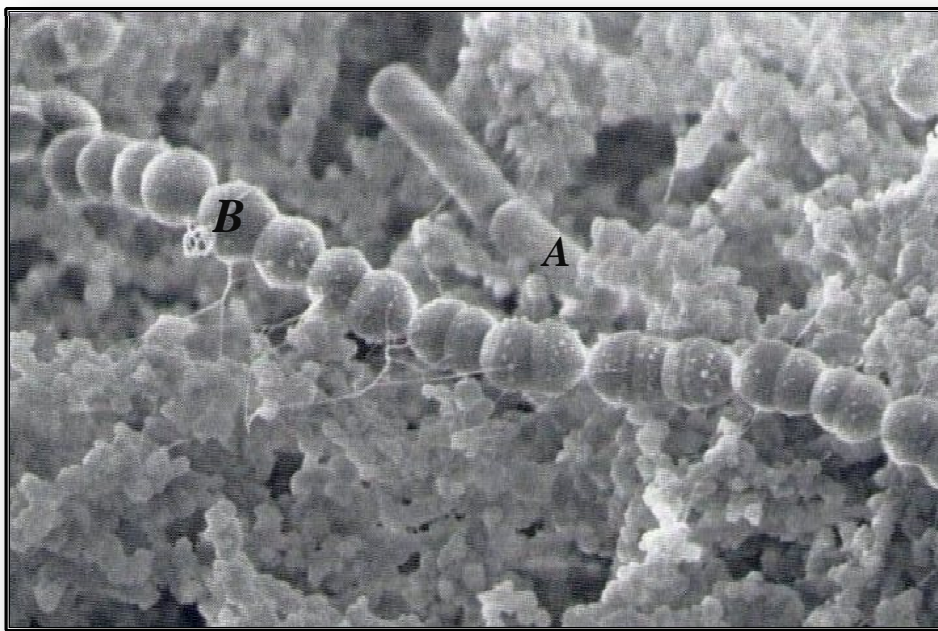


Fig.1.2. microphotographie réalisée à partir du yaourt mettant en évidence la présence des deux bactéries : *Lactobacillus bulgaricus*(A) et *Streptococcus thermophilus* (B) [13]

- Protocoopération:

Lors de la production de yaourt, l'utilisation combinée de *St. thermophilus* et *Lb. bulgaricus* permet de valoriser l'interaction indirecte positive existant entre ces deux espèces [14]. Cette interaction, appelée protocoopération, se traduit par divers phénomènes:

- Accroissement des vitesses de croissance et des concentrations bactériennes finales [15] [16]
- Diminution du pH final du produit en culture mixte. [17] [18]

- Augmentation des vitesses d'acidification par rapport aux vitesses observées en cultures pures [18] [19]
- Stimulation de la production des composés d'arômes et notamment de l'acétaldéhyde [20] [21] [22].
- Accroissement de l'activité protéolytique [18][23]
- Amélioration de la stabilité physique du produit (réduction des problèmes de synérèse) et de sa consistance [20][24]
- Production accrue d'autres composés tels que les exopolysaccharides [25][26]

Cette association, est en fait bénéfique pour les deux espèces, mais n'est indispensable ni à leur croissance ni à leur survie [27][28]. Dans une protocoopération, chaque espèce produit une ou plusieurs substances, absentes initialement du milieu de culture, qui stimulent la croissance de l'autre espèce. Au cours de la symbiose observée dans le yoghourt, les phases de croissance des deux espèces sont décalées dans le temps. En effet, on assiste, dans une première phase, principalement à la croissance de *Streptococcus thermophilus*. Dans un deuxième temps, celle-ci est ralentie du fait de l'effet inhibiteur de l'acide lactique produit, alors que le taux de croissance de *Lactobacillus delbrueckii subsp bulgaricus* augmente (voir Fig.1.3) [4]

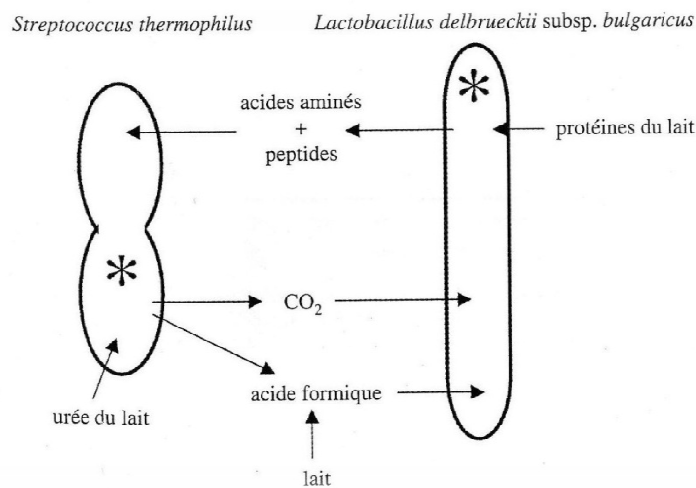


Fig.1.3 Schéma représentant les facteurs stimulants la coopération interspécies [29]

L'interaction indirecte positive observée, s'explique en grande partie par des exigences nutritionnelles des deux bactéries. Les lactobacilles présentent une activité protéolytique

plus importante que les streptocoques [18]. Ils libèrent ainsi dans les milieux des petits peptides, des acides aminés et, à un moindre degré, des vitamines solubles et des bases puriques et pyrimidiques [30] qui sont alors utilisés par *Streptococcus thermophilus* [31]. Cette levée partielle des phénomènes de limitation liés au substrat azoté stimule ainsi la croissance des streptocoques. Ceci est confirmé par Courtin et al. [32] qui démontrent que la protéase de paroi Prt de *Lactobacillus bulgaricus* permet de fournir au streptocoque les composés azotés nécessaires à sa croissance. Ces auteurs confirment, en outre, qu'elle est plus efficace que la protéase PrtS de *Streptococcus thermophilus*. En retour, *Streptococcus thermophilus* fournit de l'acide formique [33][34][35] nécessaire à la synthèse des bases puriques (xanthine, adénine et guanine), et donc des acides nucléiques de *Lactobacillus bulgaricus* [36][37]. Selon les auteurs et selon les souches, la stimulation de *Lactobacillus bulgaricus* se produit pour des concentrations en acide formique comprises entre 20 et 600 mg/L [20][38][39]. Selon Ascon-Reyes et Driessen [40][41] le streptocoque produit également du dioxyde de carbone qui stimule la croissance de *Lactobacillus bulgaricus*. Ce CO₂ est issu de la décarboxylation de l'urée, sous l'action d'une uréase présente chez la majorité des souches de *Streptococcus thermophilus* [42]. Si le mécanisme d'action CO₂ n'est pas clairement établi, il est probable qu'il soit impliqué dans la synthèse de l'acide aspartique [41]. Enfin, deux autres facteurs de stimulation de *Lactobacillus bulgaricus* par *Streptococcus thermophilus* ont été mis en évidence. Il s'agit de l'acide pyruvique [43] et de l'acide folique [44]. Cependant, les voies métaboliques impliquées dans leur mode d'action ne sont pas encore élucidées. Cette interaction positive s'accompagne d'une interaction négative de type amensalisme, qui fonctionne dans les deux sens : en effet chacune des deux espèces produit de l'acide lactique qui va inhiber la croissance de l'autre espèce. Toutefois, Benthin et al [45] montrent que l'isomère L de l'acide lactique, produit par *Streptococcus thermophilus* serait plus fortement inhibiteur que l'isomère D, pour le développement de *Lactobacillus bulgaricus*. Ces interactions sont résumées au niveau du tableau suivant:

Tableau 1.2: Interactions métaboliques entre les deux bactéries en culture mixte dans le lait
[13]

	S. thermophilus ↓ ↑ Lb.bulgaricus	S. thermophilus ↑ Lb.bulgaricus	S. thermophilus ↓ Lb.bulgaricus		
Mécanisme et facteur d'interaction	Synthèse d'acide lactique à partir du lactose	Production de peptides et d'acides aminés sous l'action de la protéinase PrtB	Production de CO ₂ par activité uréase	Acide formique	Acide pyruvique, acide folique
Rôle de l'interaction	Inhibition de la croissance	Activation de la croissance	Synthèse de l'acide aspartique	Synthèse des bases puriques	NC

NC: non caractérisé

- Conditions de fermentation :

Les ferments (*Lactobacillus delbrueckii* sous-espèce *bulgaricus* et *Streptococcus thermophilus*), en proportions optimales pour la symbiose bactérienne, sont soit préparés préalablement en cuve (levain) par un ensemencement "semi-direct", soit incorporés directement, ce qui correspond à un ensemencement "direct". Depuis ces dix dernières années, c'est l'ensemencement "direct" qui est le plus couramment utilisé. En effet, il présente différents avantages sur l'utilisation d'un levain:

- Utilisation simple: les ferments sont prêts à l'emploi et présentés sous forme lyophilisée ou congelée à des doses permettant l'ensemencement entre 0,001 et 0,6 g/L.
- Meilleure maîtrise des ratios entre les deux espèces utilisés une meilleure régularité des fonctions technologiques de chacune d'entre elles (texture, arôme..) est ainsi obtenue.

En général, la fermentation est réalisée à une température comprise entre 36 et 45°C, qui correspond à la température optimale de croissance des ferments du yoghourt. Dans ce cas, la période d'incubation peut être très courte : 2h 30 si le ferment est actif et que le ratio entre les deux espèces est bien équilibré. Cependant, une fermentation longue peut être utilisée, avec une incubation à une température proche de 30°C pendant 16 à 18h, comme c'est le cas dans les pays d'Europe du Nord [46]. Selon le type de yaourt produit, ferme ou brassé, la fermentation se déroule dans des pots ou dans des tanks de fermentation dont la

forme, la taille et l'instrumentation varient. Dans le cas du yaourt ferme, la coagulation se tient directement dans le pot, après conditionnement aseptique. L'inoculation et, éventuellement, l'ajout d'arômes ou de colorants sont réalisés dans le lait. Si nécessaire, des préparations de fruits sont apportées directement dans le pot. Puis, le laitensemencé est distribué dans les pots qui sont ensuite rapidement scellés, incubés et refroidis. L'incubation est conduite soit en chambres chaudes, avec une circulation forcée d'air chaud, puis d'air froid pour le refroidissement, soit en tunnels, dont la longueur et la vitesse de déplacement des palettes contenant les pots de yaourts dépendent de l'acidité du produit recherché.

Dans le cas des yaourts brassés, la fermentation est effectuée dans la cuve de fabrication. En fin de fermentation, le gel est éventuellement brassé dans la cuve, puis pompé pour être refroidi et conditionné. La cuve peut être soit multifonctions (traitement thermique du lait, fermentation, refroidissement), soit uniquement dédiée à la fermentation, soit prévue pour la fermentation et le refroidissement. Le volume des cuves disponibles dans le commerce varie de quelques dizaines de litres à plusieurs dizaines de milliers de litres. Elles sont généralement munies d'une double enveloppe afin d'assurer les transferts thermiques et d'un système d'agitation afin d'homogénéiser le lait et de réhydrater les ferments lors de l'ensemencement. Elles sont aussi équipées d'un système de nettoyage en place.

c) Traitement post-fermentaire:

- *Brassage:*

Le brassage du coagulum, qui intervient uniquement en production de yaourts brassés, est réalisé avant le refroidissement. Il est effectué soit par brassage lent, à l'aide d'hélices marines, dans la cuve de fermentation, soit, le plus souvent, par pompage du gel, en amont de l'échangeur thermique. Afin de lisser le gel et d'éviter la présence de grains dans le produit, le coagulum peut passer au travers d'un filtre ou traverser une tête de lissage.

- *Refroidissement du coagulum :*

Dans la phase finale de l'incubation, lorsqu'est obtenu le pH voulu (normalement environ 4,2-4,6), le yaourt doit être refroidi à 15-22°C. Ceci bloque temporairement une ultérieure augmentation de l'acidité.

- *Addition d'autres ingrédients:*

Les autres ingrédients classiquement ajoutés sont des préparations contenant des fruits, des céréales, des arômes ainsi que des colorants. Leur incorporation s'effectue

soit avant la fermentation pour les yaourts fermes soit avant le conditionnement pour les yaourts brassés.

- *Conditionnement et stockage:*

Les yaourts sont généralement conditionnés dans deux types de matériaux d'emballage : le verre, réservé aux produits haut de gamme, ou le plastique. Le remplissage et le dosage des pots sont effectués par des pompes volumétriques, sous air filtré. Les pots sont fermés de façon hermétique par thermo-scclage, en utilisant des opercules décontaminés par rayonnement infrarouge. Les pots sont ensuite imprimés d'une date limite de consommation et d'un code permettant d'assurer leur traçabilité. Les lots, de 2 à 16 pots, sont confectionnés grâce à une sur-emballeuse. L'étiquetage des yaourts est impératif. Un certain nombre d'indications doivent obligatoirement figurer sur l'emballage à savoir:

- ✚ l'indication de l'espèce animale si le lait mis en œuvre n'est pas exclusivement du lait de vache (exemple : yaourt au lait de brebis) ;
- ✚ la mention « maigre » si la teneur en matière grasse du produit, calculée sur la partie lactée, est inférieure à 1 % en poids ;
- ✚ la mention « sucré » ou « aromatisé à... » le cas échéant (exemple : yaourt aromatisé à la fraise) ;
- ✚ la mention des ingrédients ajoutés, comme la pulpe ou les préparations de fruits (exemple : yaourt à la fraise) ;
- ✚ la date limite de consommation, sous la forme « à consommer jusqu'au... ». Cette date, indiquée sous la responsabilité du fabricant, doit être postérieure au maximum de 24 jours à la date de fabrication. [10]

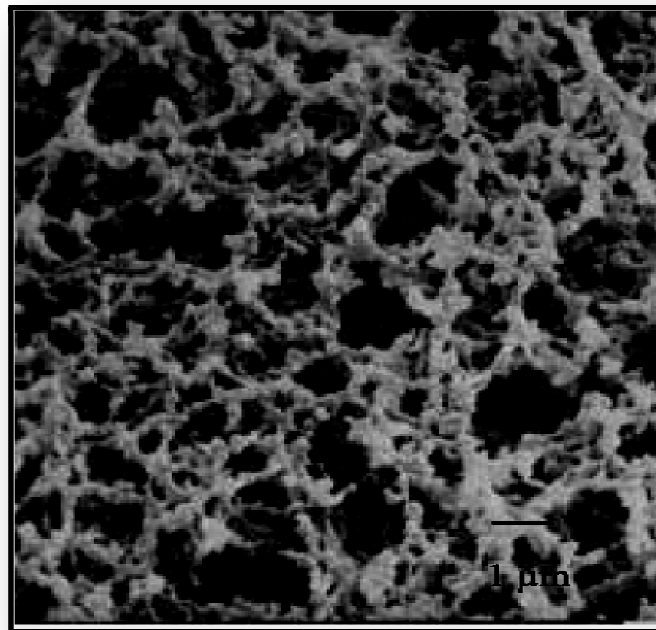
Après leur fabrication, les yaourts doivent être maintenus à une température maximale de + 6 °C pendant leur transport, stockage ainsi que lors de la mise en vente au consommateur.[47]

CHAPITRE 2

PROPRIETES STRUCTURALES ET RHEOLOGIQUES DU YAOURT

2.1. Structure du yaourt :

La transformation du lait en yaourt résulte de la mise en place d'une structure complexe et d'un changement important des propriétés rhéologiques formant ainsi une dispersion concentrée d'agrégats protéiques. La figure suivante met en évidence la structure tridimensionnelle du yaourt obtenue par microscope électronique. Les principales structures impliquées dans ce phénomène sont les protéines et plus précisément les caséines. [48]



t [8]

2.1.1. Les caséines :

Ce sont les protéines principales du lait. Il existe, en fait, quatre types de caséines " α_{s1} -, α_{s2} -, β - et κ " qui se distinguent les unes des autres par leur composition en acides aminés, et par voie de conséquence, par leurs propriétés physicochimiques. En général, les caséines sont des macromolécules contenant du phosphore et un nombre élevé d'acides aminés dont les plus importants sont la proline, leucine et l'acide glutamique.[49]

a) Organisation micellaire:

Dans le lait, les différents types de caséines (α_{s1} -, α_{s2} -, β - et κ -) s'associent pour former des micelles, de structure sphérique supramoléculaire et de diamètre moyen 150 nm. Différents modèles théoriques de l'organisation micellaire sont proposés dans la littérature.[2] Les auteurs s'accordent néanmoins sur une structure générale très hiérarchisée (Figure 2.2). La micelle est composée d'un cœur hydrophobe essentiellement constitué de caséines α et β . Les κ - caséines, dont la partie terminale est très hydrophile et chargée négativement, sont situées à la surface des micelles et assurent le maintien en suspension dans la phase aqueuse en constituant une sorte de chevelure. La structure micellaire est maintenue grâce à des liaisons faibles, des ponts salins impliquant : le calcium ou le phosphate de calcium, des groupements phosphoryles ou carboxyles de certaines chaînes latérales des caséines, ainsi que des interactions hydrophobes. Elle possède un degré d'hydratation élevée. [50]

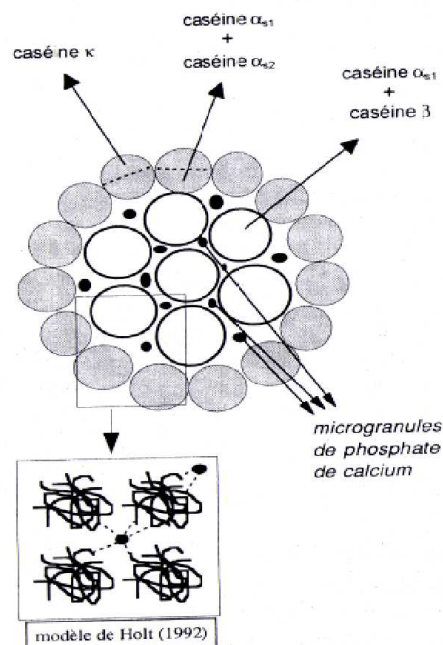


Figure.2.2: Modèle de structure de micelle de caséines selon Ono et Obata [51]

b) Propriétés fonctionnelles:

Les caséines possèdent des propriétés épaississantes, émulsifiantes et moussantes. Ces différentes propriétés sont dues à la nature amphiphile (des parties hydrophobes et des

parties hydrophiles sont présents dans leurs structures) des molécules de caséines. La propriété fonctionnelle majeure des caséines micellaires est probablement l'aptitude à former un gel suite à une acidification. [52] En effet, Lors de la baisse du pH, due à la fermentation lactique, les micelles de caséines subissent des changements substantiels. Le déplacement de l'équilibre acido-basique entraîne une diminution progressive de la charge ionique des micelles qui devient nulle. En parallèle, une solubilisation du phosphate de calcium micellaire est observée, entraînant la dissolution de la structure. Par la suite, la solubilité des caséines se trouve fortement diminuée, ainsi que leur capacité d'hydratation. Le pH auquel commence la gélification du lait dépend de la température et des prétraitements thermiques du lait [8]. En dessous d'un pH de 5,5, lorsque la majorité des ions calcium et phosphate ont quitté la micelle, celle-ci reste encore visible au milieu d'une quantité croissante de très petites particules jusqu'à ce qu'un pH de 5,2 soit atteint [53],[54]. Pour des pH plus bas, des particules de caséines se créent à nouveau par la formation des liaisons hydrophobes, hydrogènes et électrostatiques. Bien qu'elles ressemblent aux micelles de caséines initiales, elles sont plus grosses et très différentes à cause de l'absence du phosphate de calcium. Les particules ainsi formées constituent un réseau donnant naissance à un gel retenant la phase aqueuse. A un pH inférieur au point isoélectrique des caséines (pH = 4,6), le réseau tridimensionnel formé de chaînes et d'agrégats caséiques est stabilisé et n'évolue pratiquement plus. L'agrégation des micelles de caséine à pH 4.6 est irréversible. [2] Pendant la phase de coagulation, les protéines sériques dénaturées participent à la construction du réseau gélifié, en se fixant à la surface des micelles de caséines, tandis que les sucres et les autres constituants mineurs restent solubilisés dans la phase aqueuse.

2.1.2. Les caséinates:

Les caséines sont des molécules insolubles dans l'eau dans les conditions normales. A cet effet, les industriels ont cherché à avoir une forme soluble qui facilite leur utilisation. Plusieurs techniques ont été mises en œuvre dans ce sens et ont mis au point ce qu'on appelle les caséinates. [52]

a) Définition:

Au terme de la réglementation Européenne, un caséinate est un produit obtenu par séchage de caséine brute traitée préalablement avec des agents neutralisants autorisés tels que la soude, la potasse, la chaux éteinte, la manganésie, les carbonates de sodium, potassium, calcium, magnésium. Il existe en fait différents types de caséinates. Les plus utilisés sont: le caséinate de sodium, le caséinate de potassium, le caséinate de magnésium

et le caséinate de calcium. La nature du cation a une influence notable sur son interaction avec les caséines.[52] On se limitera dans cette étude au caséinate de sodium qui fera l'objet de notre travail.

b) Propriétés fonctionnelles:

Les caséinates de sodium possèdent de bonnes propriétés fonctionnelles qui se traduisent par:

- *Modification de la viscosité:* La nature et la teneur en protéines laitières jouent un rôle important sur la texture des yaourts modifiant ainsi leur viscosité. Une comparaison de microstructure a été établie sur trois types de yaourts enrichis respectivement en protéines sériques, poudre de lait, ainsi qu'en caséinates de sodium et a été mise en évidence par microscopie électronique à balayage (MEB). (Voir Figure 2.3)

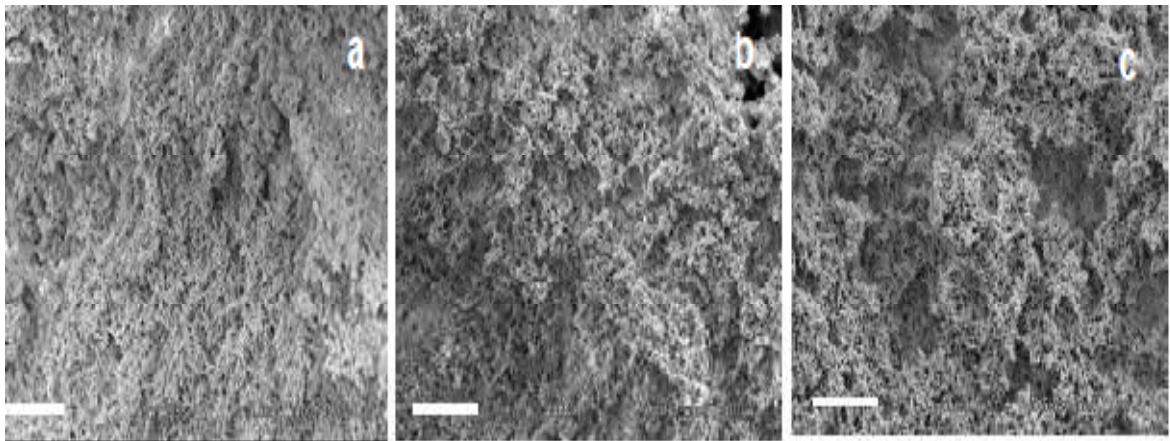


Figure 2.3: Microstructure de trois types de yaourts enrichis respectivement en protéines sériques (a), en poudre de lait (b) et en caséinates de sodium (c) établie par microscope électronique à balayage (la barre blanche indique 50 μ m).[55]

Un réseau protéique fin, homogène avec des pores de petites tailles, caractérisé par un faible degré de viscosité a été observé dans le cas de yaourts enrichis en protéines sériques. Par opposition, l'ajout de caséinates de sodium dans le mix laitier a donné naissance à une structure protéique hétérogène avec de larges agrégats globulaires formant ainsi de grands pores et possédant une viscosité très élevée.[56],[57],[58] Cette organisation irrégulière du gel a été observée aussi dans le cas d'un enrichissement en poudre de lait, cependant celle-ci était moins prononcée comparée à celle du yaourt enrichi en caséinates. Cette divergence de structure a une relation en fait avec le ratio protéines sériques / caséines présents dans le mix laitier. En effet, l'enrichissement en protéines sériques a donné

naissance à une matrice dense composée de courtes chaînes ainsi que de courts agrégats micellaires traduisant ainsi le faible degré de fusion des micelles des caséines. Ceci est dû sans doute au pourcentage trop élevé de protéines sériques dont la présence au sein du mix laitier a provoqué une perturbation dans la fusion des particules de caséines. Par contre les yaourts fortifiés en poudre de lait et en caséinates de sodium ont donné naissance à une matrice plus ouverte constituée de solides chaînes formées de caséines et de gros agrégats dû probablement à l'interaction et la bonne fusion des micelles augmentant ainsi le degré de viscosité. [55] Les yaourts enrichis en caséinates possédant ainsi le pourcentage le plus élevé en caséines donne par conséquent naissance à des gels onctueux et très consistants (voir tableau 2.1) Pourtant, ces derniers ne sont pas utilisés simplement comme agent modifiant la viscosité, car ils sont plus chers et nettement moins efficaces que les polysaccharides.[52]

Tableau 2.1: Viscosité intrinsèque de différentes protéines laitières [52]

Protéine laitière	Viscosité intrinsèque (ml/g)
Caséine α_{s1}	10-20
Caséine α_{s2}	11-14
Caséine β	20-25
Caséine κ	10-35
Caséinate de sodium	20-40
β – Iactoglobuline	2-3
α -lactalbumine	2-3

- *Propriétés émulsifiantes* : Les caséinates possèdent des propriétés émulsifiantes meilleures que celles des caséines micellaires. Cela s'explique par la grande stabilité des micelles dans les valves des homogénéisateurs. Le phosphate de calcium micellaire reste intact et en interaction avec les caséines, et l'étalement de la caséine micellaire à travers l'interface eau-huile est empêchée. Il est impossible de former une monocouche de protéines à la surface du globule gras. [52] Un classement des sources des protéines laitières selon la capacité et l'aptitude à la stabilisation des émulsions a été établi par plusieurs auteurs et a montré généralement que le caséinate de sodium stabilise mieux les émulsions que les isolats protéiques sériques.[50]

- *Absorption d'eau:*

Cette propriété des caséinates est exploitée dans différents secteurs agroalimentaires. La plupart des caséinates sont de bons rétenteurs d'eau [59] (voir tableau 2.2).

Tableau 2.2: Comparaison de l'absorption d'eau entre les caséines et les caséinates [59]

Type de caséine	Absorption d'eau (g d'eau par g de poudre)
Caséine acide	1
Caséinate de calcium	1.6
Caséinate de sodium	3

- *Propriétés moussantes :*

Les caséines et les caséinates de sodium sont de bons agents moussants. Ce sont des ingrédients essentiels pour les crèmes fouettées, les sauces nappantes et tout particulièrement les crèmes glacées. Cependant ils ne sont pas capables de former des mousses stables. Dans tous ces produits c'est la présence de matière grasse qui permet d'atteindre une stabilité de grande durée.[55]

2.2. Rôle des agents de textures (hydrocolloïdes) sur la structure du produit :

Les manipulations successives du gel lors de la fabrication du yaourt brassé (brassage, pompage, brassage lors du mélange avec les fruits) le fragilisent et le rendent moins consistant, en favorisant la synérèse. Des agents de texture sont alors utilisés, il s'agit en fait des macromolécules hydrosolubles (hydro colloïdes) qui conduisent à une fixation de l'eau et à une augmentation de la viscosité. [8] En général, ces macromolécules texturantes forment des réseaux tridimensionnels par des liaisons avec les constituants du yaourt ou les ions calcium. Il existe en fait tout une panoplie d'agents texturants pouvant intervenir dans l'industrie laitière. Nous ne décrivons ici que ceux utilisés lors de notre étude à savoir: les pectines, l'amidon modifié, les carraghénanes et la gomme xanthane. Les critères de sélection ont été établis suivant une recherche bibliographique et suivant aussi la disponibilité du produit.

- Les pectines (E 440):

Les pectines sont des épaississants anioniques, extraits des fruits tels que les agrumes ou les pommes. Il s'agit de polysides constitués d'une chaîne principale d'acides galacturoniques liés en α -(1-4). Des groupements rhamnosés interrompent cette chaîne linéaire sur laquelle s'attachent également des chaînes latérales de sucres neutres [60],[61](Figure2.4).

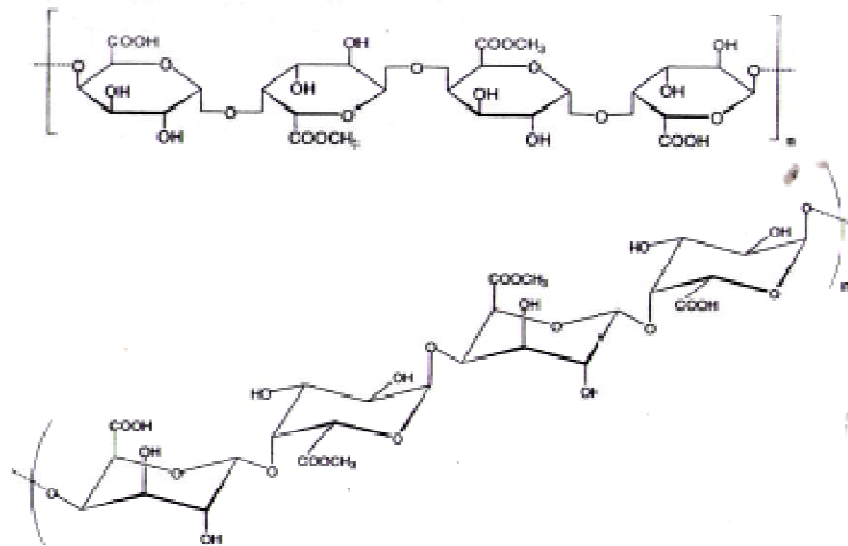


Fig.2.4: Schéma représentant la structure des pectines [62]

Les propriétés des pectines dépendent de leur degré d'estérification (DE), qui est le nombre de fonctions acides estérifiées pour 100 monomères d'acide galacturonique. Les pectines hautement méthylés (DE >50%) gélifient en milieux acides (pH < 3,5) et très sucrés (60% de la matière sèche). Les plus adaptées aux yaourts sont les pectines faiblement méthylées (DE <50%). Elles forment des gels par interaction avec les cations divalents présents dans le milieu. L'acidité et la teneur en sucres influencent la vitesse et la température de gélification.[63],[64] Ainsi dans les yaourts, le processus de gélification fait appel à la formation de zones de contact dans lesquelles le Ca^{2+} est lié aux maillons pectiques disposés en une structure de type "boite à œufs".

- Les amidons modifiés :

Les amidons "modifiés" sont obtenus à partir d'amidons "natifs" eux-mêmes provenant de céréales ou de tubercules. Les matières premières sont généralement le maïs, le maïs cireux, le blé, le manioc et le tubercule de pomme de terre. Les amidons sont essentiellement constitués de deux homopolymères de D-glucose : l'amylose et l'amylopectine. Le ratio entre les deux composants est dépendant de l'origine botanique de l'amidon, mais en règle générale, l'amylopectine est majoritaire. Les amidons natifs sont parfaitement adaptés aux produits fraîchement préparés et sans longue conservation, mais ils supportent mal les contraintes technologiques résultant de la cuisson, de l'appertisation, de la congélation/ décongélation. En modifiant physiquement et chimiquement les amidons natifs, on obtient une gamme d'amidons "modifiés" de comportement différent : solubilité à l'eau froide, viscosité plus stable aux variations de pH et de température, meilleure tenue des gels et fluidité à chaud.

Les types de modifications sont les suivants:

➤ *la substitution* qui comprend:

✚ Une stabilisation par estérification ou éthérification. Cette transformation modifie les propriétés de gélification, abaisse la température de gélatinisation, permet de supporter les cycles de gel/dégel;

✚ Une réticulation aux phosphates et adipates qui donne une meilleure résistance au cisaillement, à la chaleur et à l'acidité et qui permet de modifier la vitesse de développement de la viscosité pendant la cuisson;

➤ *La réduction de la viscosité* : elle s'effectue par traitement acide ou dextrinification afin d'abaisser la viscosité à chaud de l'amidon et de le cuire à des concentrations plus élevées ;

➤ *La pré-gélatinisation*: on procède à une cuisson suivie d'un séchage sur tambour, ce qui rend les produits solubles dans l'eau froide. [63]

- Les carraghénanes: (E407)

Les carraghénanes sont des polysaccharides naturels obtenus à partir de certaines variétés d'algues rouges. Ils possèdent un pouvoir de rétention et de liaison de l'eau très important. Ce sont des agents épaississants, gélifiants et stabilisants dans les milieux riches en eau (ou en lait), ce qui permet de créer un large éventail de textures selon le type d'extrait et la

manière dont il est utilisé. Ils fournissent à l'industrie l'opportunité d'obtenir des solutions visqueuses et des gels plus ou moins fermes.

Les carraghénanes sont issus d'une famille de polysaccharides linéaires formés d'un dimère d'unités alternées de α -D-1,3 et β -D-1,4-galacto-pyranose sulfatés (voir figure.2.5). Il existe en fait différents types de carraghénanes caractérisés par des structures de bases différentes. En effet, selon la place et le nombre des radicaux sulfuryl sur le cycle carboné des dimères, on distingue les kappa (κ), iota (ι) ou lambda (λ) carraghénanes. Les échantillons commerciaux sont en fait des mélanges plus ou moins enrichis en l'un ou l'autre de ces trois types.

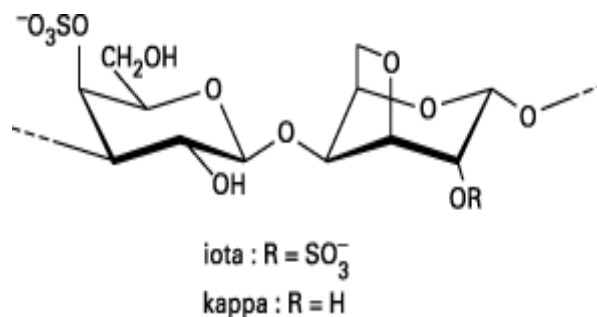


Fig.2.5: Schéma représentant le dimère formant le carraghénane [65]

L'une des principales caractéristiques des carraghénanes est leur réactivité élevée avec les protéines, principalement les protéines d'origine lactée. L'interaction avec les protéines lactées se produit surtout entre le carraghénane kappa et la caséine par des interactions électrostatiques. Cette réaction est hautement dépendante du pH du système et peut être de type spécifique ou non spécifique. L'interaction spécifique se produit au point isoélectrique des protéines bien que les deux molécules soient chargées négativement. L'interaction non spécifique se produit au P_i (point isoélectrique) des protéines ainsi qu'au-dessous du P_i, due à une forte attraction entre les deux molécules, qui dans ces conditions sont de charges opposées. Il faut souligner que les carraghénanes sont chargés négativement sur toute la gamme de pH.

Dans le cas d'une interaction spécifique, on note ces deux effets:

- interaction par des ponts calcium et interaction directe entre le carraghénane et la protéine pour former un complexe ;
- le complexe qui en résulte s'organise en un réseau tridimensionnel, formant un gel à faible dose.

Dans le cas d'une interaction non spécifique, la réaction dépend de la relation de charge nette entre la protéine et le carraghénane. Au-dessous du point isoélectrique, la protéine se trouve chargée positivement, il se produit une forte interaction. Quand la relation de charge électrique entre la protéine et le carraghénane est égale à 1, le rendement de réaction est maximal, produisant une coprécipitation, c'est une méthode pour retirer les protéines de la solution. Pour des applications proches du point isoélectrique dans lesquelles on ne désire pas précipiter les protéines, on peut utiliser des colloïdes protecteurs tels que l'amidon, la galactomanase ou le carboxyméthyl cellulose.[66]

- Le xanthane: (E 415)

Il s'agit d'un hétéropolymère anionique (polysaccharide) d'origine microbienne obtenu par fermentation aérobie de *Xanthomonas campestris*. Ce polyoside est constitué d'une chaîne linéaire de β -D-glucose lié en (1-4) portant un branchement latéral (voir fig.2.6). Ces chaînes latérales sont constituées d'un α -D mannose éventuellement acétylé en C6, d'un acide glucuronique et d'un β -D mannose terminal. Environ la moitié des résidus mannose terminaux portent un acide pyruvique chélaté entre le C4 et le C6. A l'état solide, les molécules sont sous la forme d'hélices, avec 5 unités répétitives par tour d'hélice. Les ramifications se trouvent repliées le long de la chaîne. Les molécules de xanthane de conformation hélicoïdale peuvent s'apparenter à des bâtonnets rigides qui n'ont pas tendance à s'associer entre eux. Les solutions sont donc plutôt de type épaississant. [63]

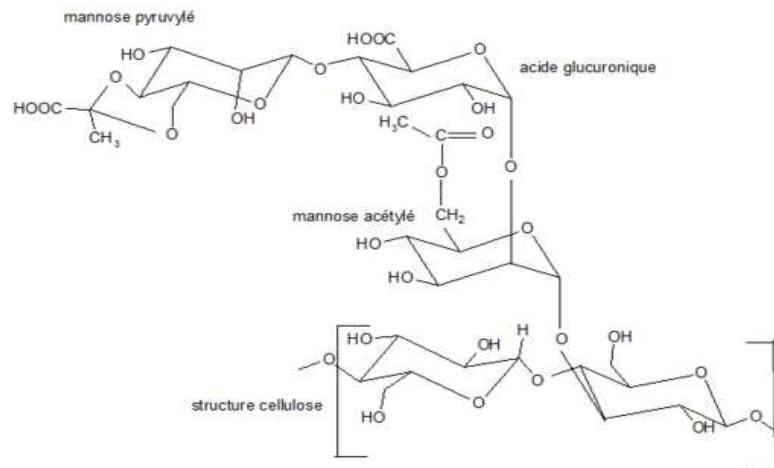


Fig.2.6: Schéma représentant la structure de la gomme xanthane [63]

2.3. Propriétés et caractéristiques rhéologiques :

2.3.1. Notions de rhéologie:

a) Définition:

La rhéologie est la science qui étudie et décrit l'écoulement, la déformation et la rupture de corps sous l'effet d'une contrainte. Dans ce contexte, les corps peuvent être des liquides, des solides, ou des matériaux pulvérulents. La mesure des propriétés rhéologiques des produits alimentaires permet de prévoir leur comportement mécanique au cours des différentes étapes de l'élaboration de l'aliment et d'évaluer ainsi la texture du produit. Le principal comportement prélevé et rencontré dans ce type d'étude est la viscosité qui est considérée comme étant un des paramètres clés de la rhéologie. [67]

b) 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 sur celle de la couche supérieure, est appelé la viscosité [68] [69]. La viscosité est donc la résistance à l'écoulement d'un système soumis à une contrainte tangentielle.

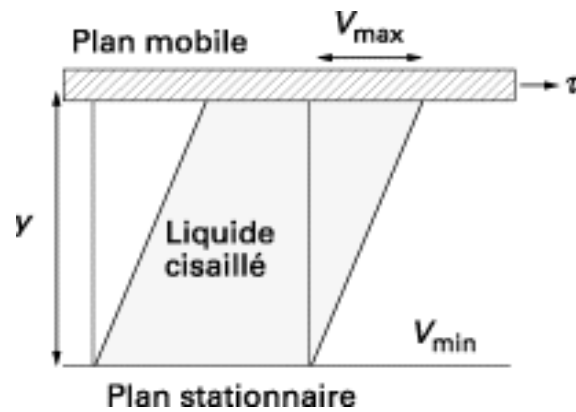


Fig.2.7. Écoulement entre deux plans parallèles [69]

c) 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 $\dot{\gamma}$ (gradient de vitesse) en abscisse. Ce diagramme s'appelle **courbe d'écoulement**. 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 $\dot{\gamma}$ [70]

d) Comportement rhéologiques des fluides alimentaires :

Dans ce titre très général, il convient de définir, en premier lieu, ce qu'est un fluide. Par fluide alimentaire, nous entendons, dans ce qui suit, un matériau qui s'écoule de lui-même, sous l'effet de son propre poids et qui est incapable de récupérer seul sa forme initiale. Les principaux comportements rhéologiques caractérisant ces fluides sont détaillés comme suit:

➤ Fluides newtoniens :

Pour de nombreux fluides, il existe une proportionnalité entre τ et $\dot{\gamma}$ sous la forme :

$$\tau = \eta \dot{\gamma}$$

avec :

η : viscosité dynamique du fluide.

Il s'agit là du fluide visqueux le plus simple. La courbe d'écoulement est linéaire et sa viscosité est indépendante de la contrainte ou de la vitesse de cisaillement. Tous les fluides dont le comportement répond à cette caractéristique sont dénommés **newtoniens** (Voir Fig.2.8) [70]

Exemple: les fluides newtoniens sont relativement nombreux dans les industries alimentaires : lait, jus de fruits naturels...etc.

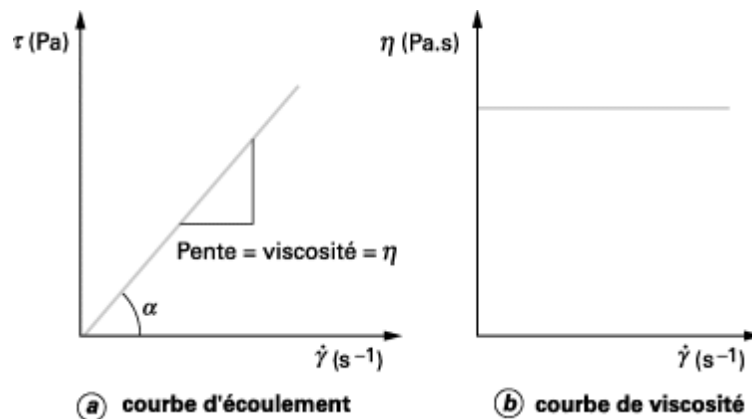


Fig.2.8: Courbes d'écoulement et de viscosité d'un liquide newtonien [70]

La majorité des fluides présentent toutefois des comportements non newtoniens qui font appel à l'utilisation de modèles rhéologiques plus complexes pour décrire leur comportement en écoulement.

➤ Fluides non newtoniens:

Dans le cas de fluides purement visqueux, il subsiste une relation bi-univoque entre la contrainte et la vitesse de déformation, mais cette relation n'est plus linéaire. Dès lors, la relation s'écrit :

$$\tau = \eta_a \dot{\gamma}$$

Où le facteur de proportionnalité η_a est une valeur dépendante de $\dot{\gamma}$ appelée **viscosité apparente**.


On distingue en fait plusieurs types de fluides non newtoniens:


- *Fluides sans contrainte critique:*

Les fluides sans contrainte critique sont définis par la relation d'Ostwald - de Waele, appelée également loi en puissance :

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

Avec :

 K : indice de consistance

 n : indice d'écoulement.

Selon la valeur de n , ces fluides peuvent être divisés en deux groupes :

- les fluides rhéofluidifiants ou pseudoplastiques ($0 < n < 1$) ;
- les fluides rhéoépaississants ou dilatants ($n > 1$).

Dans le cas de **fluides rhéofluidifiants**, la déformation commence dès qu'une contrainte est exercée. La courbe obtenue n'est pas linéaire. La tension de cisaillement n'est pas proportionnelle à la vitesse de cisaillement, car la viscosité diminue pour des vitesses de cisaillement croissantes. Ce type de comportement se rencontre fréquemment pour des émulsions peu chargées, les suspensions ou les dispersions. Pour expliquer ce phénomène très courant dans les fluides alimentaires, on peut penser qu'au repos, tous ces matériaux présentent un ordre interne irrégulier provoquant une résistance interne importante à l'écoulement, donc une viscosité élevée. Lors de l'augmentation du gradient de vitesse, les particules en suspension s'orientent dans le sens de l'écoulement, permettant un meilleur glissement des particules, provoquant ainsi une diminution de la viscosité (voir Fig.2.9). Dans la plupart des cas, l'effet rhéofluidifiant est réversible (souvent avec un certain retard). Les fluides reprennent alors leur viscosité originelle quand l'effet de cisaillement s'atténue ou lorsqu'il s'arrête (voir Fig.2.10).[71]

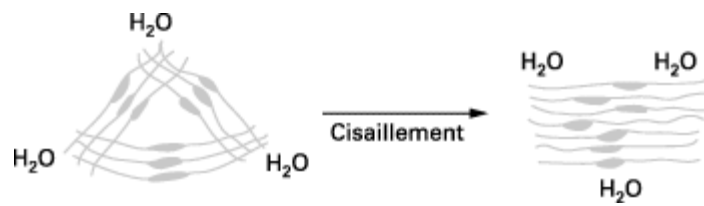


Fig.2.9: Cisaillement et écoulement d'un fluide rhéofluidifiant [71]

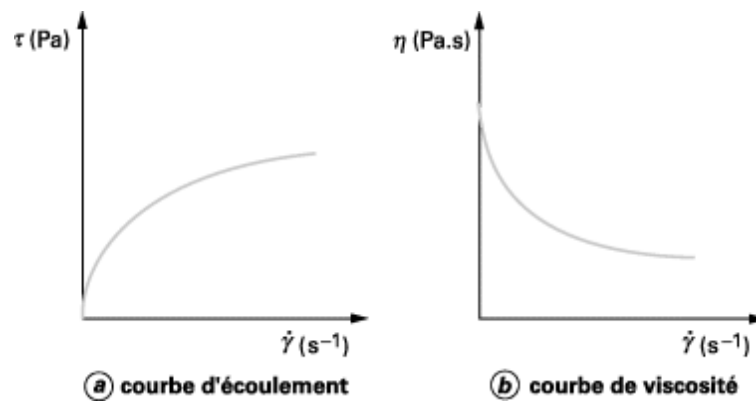


Fig.2.10: Courbes d'écoulement et de viscosité d'un fluide rhéofluidifiant [70]

Exemple : jus de fruits concentrés, moutarde, solutions de gommés, purée de fruits, concentrés de protéines.

Dans le cas des **fluides rhéoépaississants**, la viscosité apparente croît avec la vitesse de cisaillement. Ce type de comportement a été mis en évidence sur des suspensions à concentration élevée et est relativement rare parmi les fluides alimentaires (voir Fig.2.11).

Exemple : les systèmes présentant un écoulement dilatant sont généralement des suspensions contenant une forte concentration ($> 50\%$) de petites particules défloculées. L'empois d'amidon et certains miels en sont des exemples.

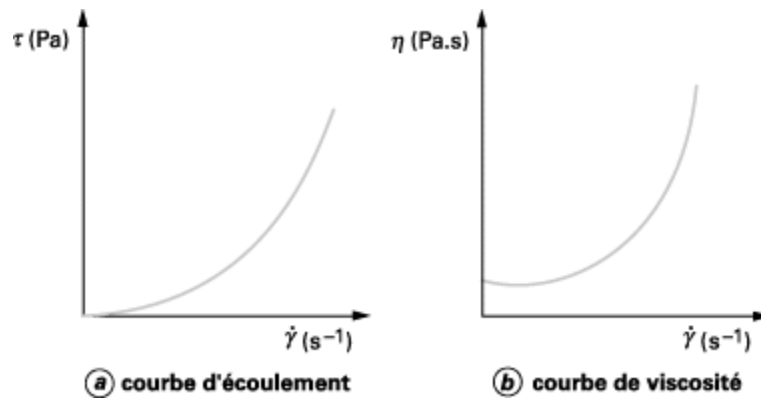


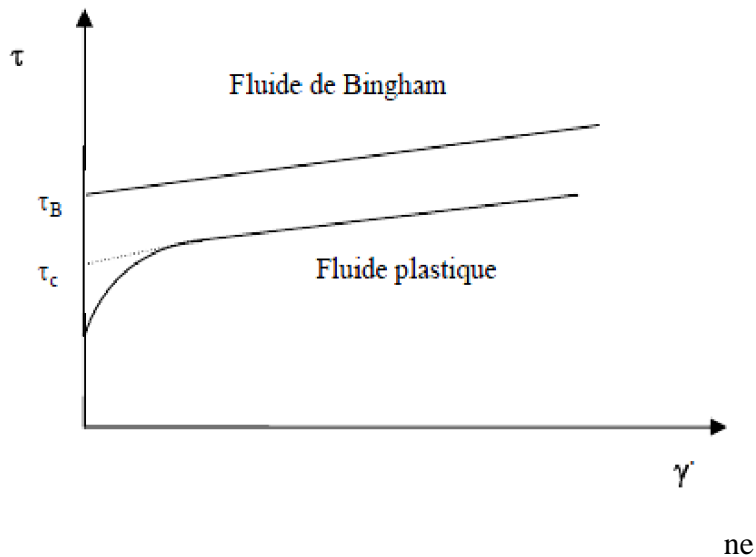
Fig.2.11: Courbes d'écoulement et de viscosité d'un fluide rhéoépaississant [71]

- *Fluides à contrainte critique ou fluides plastiques:*

Dans ce cas particulier, l'écoulement n'a lieu qu'au delà d'une certaine valeur de contrainte, dite contrainte seuil. Le tableau 2.3 récapitule les principales lois d'écoulement rhéologiques utilisées pour décrire le comportement de tels fluides. Le modèle d'Herschel-Bulkley est celui permettant de décrire la plupart des fluides plastiques, la courbe d'écoulement de tels fluides finit par devenir rectiligne au-delà d'une certaine contrainte critique appliquée. Le modèle de Bingham est le plus simple de ces modèles, le fluide de Bingham s'écoule lorsqu'un seuil minimal de contrainte τ_B est dépassé.(voir figure 2.12) Ce modèle permet de décrire le comportement rhéologique de nombreux matériaux (boues de forage, peintures à l'huile, certaines graisses...).

Tableau2.3: Modèles rhéologiques décrivant l'écoulement de fluides à contrainte critique [72]

Modèle	Loi rhéologique
Bingham	$\tau = \tau_B + \mu_B \cdot \dot{\gamma}$
Herschel- Bulkley	$\tau = \tau_H + K \cdot \dot{\gamma}^n$
Casson général	$\tau^n = \tau_C^n + (k_c \cdot \dot{\gamma})^n$
Casson	$\tau^{1/2} = \tau_C^{1/2} + (k_c \cdot \dot{\gamma})^{1/2}$



➤ *Notions de thixotropie et rhéopexie:*

Dans les fluides précédents, nous avons considéré que la vitesse de mise à l'équilibre des liaisons est grande par rapport à la vitesse d'évolution globale du système. Si cela n'est pas le cas, la viscosité apparente mesurée dépendra du temps. S'il y a désorganisation de structure par cisaillement, on parlera de **thixotropie** ; s'il y a organisation de structure, on parlera de **rhéopexie**. Le plus souvent, le comportement temporel du fluide est rhéofluidifiant ; il est très rarement rhéoépaississant.

- *Fluides thixotropes:*

Lorsqu'un fluide thixotrope est soumis à un cisaillement après une période de repos, sa structure se désorganise peu à peu et sa viscosité apparente décroît avec le temps. Ce type de fluide se définit ensuite par sa possibilité de reformer sa structure quand la substance revient au repos après une période prolongée. La thixotropie est un phénomène rhéologique de grande importance industrielle. Elle est soit néfaste dans le cas du démarrage d'installations de pompage, soit recherchée, car il peut être intéressant d'avoir un matériau qui se liquéfie lorsqu'on le met en œuvre et qui se raidit lorsqu'on le stocke ou lorsqu'on le laisse au repos.

Il est possible d'évaluer le degré de thixotropie d'un fluide en calculant, par exemple, la surface de la courbe d'hystérésis qui représente l'énergie nécessaire pour détruire la structure thixotrope.

Exemples : mayonnaise et blanc d'œuf frais dans le domaine alimentaire ; crèmes cosmétiques ; formes lamellaires de l'oxyde d'aluminium ou de la bentonite qui se structurent en châteaux de cartes ou en paquets.

- *Fluides rhéopexes:*

La rhéopexie est un phénomène extrêmement complexe qui n'a guère été étudié. Dans ce type de fluides, il apparaît qu'un faible cisaillement est susceptible de favoriser la restructuration du produit.

Exemples : émulsions d'eau dans de l'huile ou cristallisation du plâtre à faible cisaillement.[71]

2.3.2. Propriétés rhéologiques des yaourts:

La connaissance du comportement rhéologique du yaourt est nécessaire pour la conception et le dimensionnement des installations de transformation, sous réserve de maîtriser les contraintes (cisaillements) notamment lors des étapes de brassage et de pompage ainsi que lors des échanges de chaleur. La connaissance des propriétés rhéologiques permet également d'appréhender la qualité en termes de texture des produits finis.

Le yaourt est défini comme un fluide viscoélastique. Il possède donc à la fois les propriétés visqueuses d'un liquide et les propriétés élastiques d'un solide. Le comportement rhéologique du yaourt est non-newtonien, ce qui veut dire que la viscosité du produit dépend de la vitesse de cisaillement ou de la contrainte exercée. La viscosité en fait

diminue quand la vitesse de cisaillement augmente. C'est un fluide rhéofluidifiant. On parle alors de viscosité apparente à une vitesse de cisaillement donné. Les suspensions de polymères (polysaccharides, etc...) présentent également le même comportement. Le modèle le plus classique pour décrire le comportement d'un fluide rhéofluidifiant est le modèle d'Ostwald. Par ailleurs, le comportement rhéologique des yaourts est dépendant des traitements mécaniques subis ultérieurement. Si les contraintes de cisaillement sont trop fortes, le gel ne retrouve plus sa structure initiale. C'est un fluide partiellement thixotrope. [73],[74],[75],[76]

CHAPITRE 3

INTERETS NUTRITIONNELS DU YAOURT

3.1. Intérêts généraux:

Au cours de la fermentation, la composition du lait subit de nombreuses modifications. Certaines d'entre elles en font un produit (le yaourt) de meilleure valeur nutritionnelle que le lait (voir tableau 3.1).

Tableau 3.1: Compositions comparées des laits de consommation et du yaourt

[77] (g/1000 g)

Nutriments	Lait		Yaourt	
	Entier	En poudre ^a	Entier	Allégé
Protéines	35	33	39	45
Lipides	42,5	1,3	34	16
Glucides	47,5	51	49	65
Galactose			16	20
Acide lactique D			9,3	9,8
Acide lactique L			9,4	9,8
Calcium	1,19	1,21	1,45	1,50
Phosphore	0,94	0,95	1,14	1,18
Sodium	0,50	0,52	0,47	0,51
Potassium	1,52	1,45	1,86	1,92
Calories	657	360	700	640

^a lait en poudre écrémé reconstitué à 10%

Les bactéries lactiques utilisent les nutriments du lait pour se développer et produire des métabolites d'intérêt. Ces réactions relèvent principalement du catabolisme (dégradation du lactose, des lipides et des protéines). Certaines réactions de l'anabolisme sont également importantes puisqu'elles participent à la production de polysaccharides, de composés aromatiques ou de molécules ayant un rôle de conservation (acides lactiques)

La composition du yaourt est toutefois assez proche de celle du lait (lactose et vitamines exceptés), l'ajout de lait en poudre permet cependant d'accroître toutes les teneurs en nutriments déjà présents. [49]

Les modifications et améliorations enregistrées sont détaillées ci-dessous:

a) Amélioration de l'absorption du lactose:

Le lactose est l'élément le plus concerné par ces modifications puisque 25 à 30% du lactose est transformé en galactose et acide lactique par action des bactéries lactiques.[6]

Sur le plan nutritionnel, le lactose peut entraîner des troubles intestinaux chez les individus souffrant d'insuffisance lactasique. En effet, le lactose avant son passage au travers de la paroi intestinale, subit une hydrolyse en galactose et glucose par la lactase (β galactosidase) sécrétée par la membrane de l'iléon. La sécrétion de cette enzyme est maximale chez le nourrisson et décroît très rapidement après le sevrage. Les déficiences en lactase peuvent être d'origine génétique, et touchent plus particulièrement les populations asiatiques et africaines. Ainsi, l'ingestion de lactose provoque chez ces personnes des troubles digestifs importants : diarrhées, vomissements, douleurs abdominales. [78]

En général, la teneur de lactose hydrolysée suffit au yaourt pour être mieux digéré et toléré que le lait. La présence de bactéries lactiques vivantes dans le yaourt permet une meilleure assimilation du lactose chez les personnes déficientes en lactase, deux hypothèses ont été avancées afin d'expliquer ce phénomène:

- ✚ Incubation par les bactéries vivantes de l'activité lactasique de la muqueuse intestinale,
- ✚ Libération de lactase (β galactosidase) lors de la destruction des bactéries lactiques pendant le transit; cette enzyme serait libérée dans l'intestin grêle et garderait une activité permettant l'hydrolyse du lactose pendant au moins 12 heures.[7]

b) Amélioration de la digestibilité de la matière grasse:

Des activités d'hydrolyse d'esters ont été mesurées à de nombreuses reprises chez les bactéries lactiques. Ces activités sont généralement plus importantes chez *Streptococcus thermophilus* et les lactobacilles que chez les lactocoques [79][80]D'une manière générale, on distingue les estérases qui hydrolysent de façon préférentielle les esters formés avec des acides gras à chaînes courte (C2 à C8), ainsi que des lipases qui sont actives sur des substrats émulsifiés contenant des acides gras à chaînes longues (> C8) [81]. Ces enzymes sont impliquées dans l'hydrolyse de mono-, di- et tri-glycérides [82]. Bien que l'activité lipolytique des bactéries lactiques soit peu élevée, il y a une augmentation significative de la teneur en acides gras libres dans le yaourt. De plus, l'homogénéisation améliore la digestibilité en augmentant la surface des globules. [7]

c) Amélioration de la digestibilité des protéines :

Le yaourt est plus digeste que le lait non fermenté et contient deux fois plus d'acides aminés libres: cette propriété résulte du traitement thermique, de l'acidification, et de l'activité protéolytique des bactéries.

d) Activité antimicrobienne:

Le yaourt a un rôle préventif contre les infections gastro-intestinales. L'intérêt du yaourt dans le traitement des diarrhées infantiles a été démontré par de nombreux auteurs. En effet, la production de l'acide lactique qui est légèrement antiseptique permet d'inhiber le développement de germes pathogènes dans le tube digestif du consommateur. De plus son acidité stimule les mouvements péristaltiques du tube digestif, facilitant l'élimination de ces micro-organismes pathogènes. [7] Les bactéries du yaourt produisent aussi des substances antimicrobiennes et des prébiotiques (bactériocines, CO₂, H₂O₂, acides organiques, acétaldéhyde... etc).[83] Cependant, les bactéries du yaourt ne s'implantent pas dans la flore intestinale. C'est pourquoi, pour maintenir leurs effets bénéfiques, un apport régulier est nécessaire.

e) Stimulation du système immunitaire:

L'effet immunorégulateur du yaourt a été démontré. Son rôle dans l'augmentation de la production d'interférons et d'immunoglobulines et dans l'activation des lymphocytes B est attribué à *Lactobacillus bulgaricus*.

f) Action préventive contre les cancers de la sphère digestive :

Les lactobacilles modifieraient les enzymes bactériennes à l'origine des carcinogènes (inducteurs de tumeurs cancéreuse) dans le tube digestive, inhibant ainsi la formation de ces substances précancéreuses. Cet effet serait notamment attribué à la production de polysaccharides par les ferments.

g) Action hypocholestérolémiant :

Un certain nombre d'études ont montré que la consommation de yaourt a un effet hypocholestérolémiant. Cet effet, bien que non totalement élucidé, serait dû à une synergie entre des composés du lait (acides orotique et urique) et un produit issu du métabolisme bactérien (acide 3-hydroxy-3-méthylglutarique). Ces différentes observations montrent que le yaourt possède des propriétés nutritionnelles et physiologiques particulièrement intéressantes. [7]

3.2. Propriétés nutritionnelles des protéines laitières :

Les protéines représentent environ 15% de la masse de notre organisme. Cette masse protéique varie chaque jour de quelques grammes, elle diminue à jeun (perte azotée) et est reconstituée au cours des repas [84]. Les protéines de lait (protéines totales, caséines et protéine de lactosérum) renferment en proportion adéquate tous les acides aminés indispensables pour l'homme. Elles sont une source importante d'azote et d'acides aminés pour l'enfant et l'adulte et sont généralement considérées comme des protéines de haute qualité nutritionnelle, présentant ainsi une digestibilité et une valeur biologique élevée [85]. Les protéines laitières sont donc d'une très bonne efficacité nutritionnelle et cette efficacité n'est pas remise en cause par les traitements technologiques que peut subir le lait dans sa transformation lorsque ces traitements sont correctement appliqués.

3.2.1. Influence d'une augmentation de l'apport protéique sur la prise alimentaire:

Les régimes hyperprotéiques sont de plus en plus répandus. Leurs conséquences à moyen terme sont variables. Ils sont bénéfiques à la protection contre les infections de la petite enfance [86]. Chez la personne âgée, ils aident à augmenter la masse maigre et la force musculaire [87]. En outre, ils auraient un effet hypotenseur, potentiellement bénéfique à la fonction cardiovasculaire [88]. Certaines études rapportent des effets positifs sur la composition corporelle, la tolérance au glucose, ou le métabolisme des lipides. Les régimes hyperprotéinés sont de plus en plus utilisés dans l'optique d'une perte de poids ou en complément alimentaire pour les performances sportives, et peuvent être également utilisés dans un but thérapeutique dans le cas d'hyperinsulinémie associée à l'obésité [89]. Les régimes hyperprotéiques pauvres en glucides favorisent en effet une réduction de la masse adipeuse en augmentant la part des lipoprotéines HDL circulantes [90]. En conséquence, l'industrie agroalimentaire produit, développe et distribue de plus en plus, des aliments hyperprotéiques (dont la part de protéines peut constituer jusqu'à 70-80% de la matière sèche). Ces aliments sont utilisés comme compléments alimentaires destinés à renforcer les performances sportives des athlètes dits « de force » (haltérophiles, bodybuilders, etc.), ou comme base aux régimes amaigrissants cétogènes [91]. Cependant, ils auraient également des conséquences potentiellement négatives et certaines publications décrivent des effets indésirables des excès protéiques [92]. Ces effets concernent le développement et la composition corporelle, la fonction cardiovasculaire et le stress oxydatif [93]. Ils sont susceptibles d'accentuer les lésions rénales chez le patient présentant une insuffisance rénale [94]; à l'inverse il n'a pas été mis en évidence d'effet délétère direct sur la fonction

rénale de l'individu. En général, les recommandations d'apport protéique sont pour l'homme adulte de 0,83g/kg/jour [95] [96] [97].

3.2. 2. Propriétés nutritionnelles des caséinates de sodium:

Les caséinates sont très utilisés en diététique pour leurs apports protéiques de haute qualité mais aussi comme vecteur de minéralisation spécifique. (Voir tableau 3.2). Il s'agit d'une source de protéines dont la teneur peut atteindre jusqu'à 95% sur extrait sec. Elle possède la propriété d'être absorbée moins vite par l'organisme que les protéines de lactosérum. Ceci améliore la satiété en prolongeant le temps d'absorption d'azote par les muscles, ce qui est un avantage pour les produits de régime et les aliments de nutrition sportive.

Tableau 3.2: Critères de composition de caséinates (en g/100 g de poudre) [52]

Paramètres	Valeur
Humidité	6 max
Protéines (Nx6.38)	88 min
Matière grasse + cendres	6 max

En effet, La vitesse d'absorption des acides aminés alimentaires et leur effet sur la régulation du métabolisme protéique, dépendent de la forme moléculaire de la protéine ingérée. Cette absorption est la plus faible avec des protéines intactes et la plus élevée avec des protéines fortement hydrolysées riches en petits peptides [98]. Il existe cependant des différences notables entre les protéines alimentaires comme ceci a été montré entre les caséines ou caséinates et les protéines du lactosérum. Après ingestion de protéines du lactosérum, les acides aminés alimentaires apparaissent rapidement en forte concentration dans le plasma, alors qu'avec la caséine et les caséinates, la concentration reste modérée mais augmente au dessus des valeurs post-absorptives pendant plus de 6h. Ceci est expliqué par la vitesse de digestion des deux types de protéines qui est soit rapide (lactosérum) soit lente (caséine et caséinates). [99],[100]

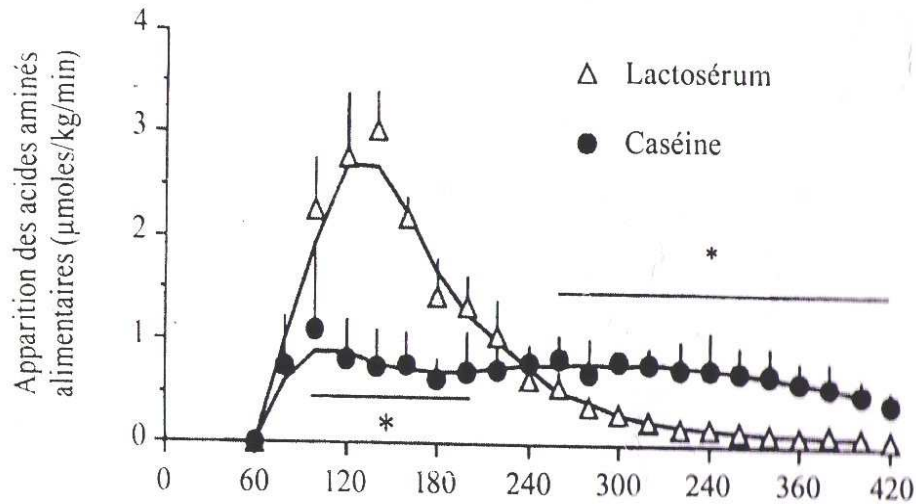


Figure.3.1. Cinétique d'apparition plasmatique des acides aminés

[101]

Les protéines du lactosérum restent en fait solubles dans l'estomac et sont rapidement vidangées, alors que la caséine et les caséinates sous l'effet de l'acidité gastrique, coagulent fortement provoquant ainsi un ralentissement de la vidange gastrique. Ces différences de digestion, qui induisent des variations de l'amino-acidémie postprandiale (après le repas) [102] provoquent une stimulation plus faible de l'oxydation des acides aminés dans le cas des caséines et caséinates ainsi qu'une légère inhibition de la protéolyse (non observée avec le lactosérum). On enregistre donc un gain protéique net postprandial plus fort que celui prélevé avec le lactosérum. [103]

CHAPITRE 4 : NOTIONS DE PLAN D'EXPERIENCES

Afin de pouvoir établir une formulation diététique de yaourt, il s'avère indispensable de suivre la méthode des plans d'expériences qui permet de structurer les démarches expérimentales entreprises et donner ainsi de la crédibilité aux informations et résultats prélevés.

4.1. Définition de la méthode des plans d'expériences:

Le terme "*Plan d'expériences*" vient de l'anglais *Design of Experiments* qui se traduit par "conception des expériences". En fait, la méthode englobe aussi bien la définition de la séquence d'essais à réaliser pour étudier un problème donné que l'analyse, algébrique et statistique, des résultats de ces essais.[104]

Selon la définition donnée par Fisher, les plans d'expériences constituent "un essai technologique d'utilisation maximale des données". L'efficacité d'un plan d'expériences en termes d'informations acquises et de fiabilité de ces informations est supérieure à celle de toute séquence d'essais non structurée de même volume. [105][106] La méthode des plans d'expériences permet de tirer d'un nombre d'essais donné un maximum d'informations concernant l'influence des facteurs. Elle permet notamment de maximiser le ratio informations recueillies/ nombre d'essais réalisés. Elle offre ainsi la possibilité de quantifier et de hiérarchiser les effets d'un grand nombre de facteurs du système étudié, et cela avec un nombre d'essais relativement faible, c'est-à-dire dans le minimum de temps et de coûts. [107]

4.2. Notions de base:

4.2.1. Quelques terminologies :

La compréhension de la méthode des plans d'expériences s'appuie sur deux notions essentielles, celle d'espace expérimental et celle de modélisation mathématique des grandeurs étudiées. Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai. Cette grandeur s'appelle la **réponse**, c'est la grandeur d'intérêt. La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables. Au lieu du terme «variable» on utilisera le mot **facteur**. La réponse dépend donc de un ou de plusieurs facteurs. Le premier facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté (Figure 4.1). La valeur donnée à un facteur pour réaliser un essai est appelée niveau. Lorsqu'on étudie l'influence

d'un facteur, en général, on limite ses variations entre deux bornes. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut.[108]

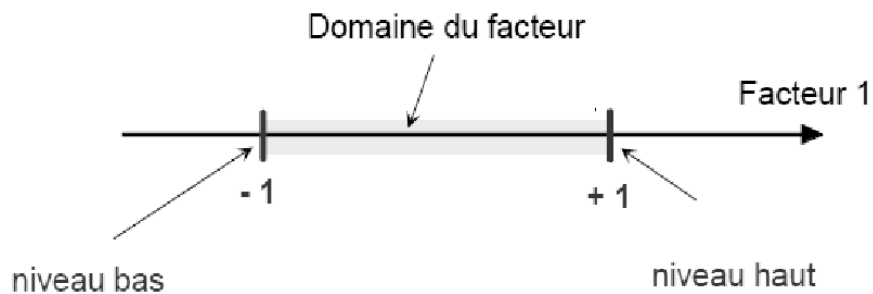


Fig.4.1. Le domaine de variation d'un facteur [108]

L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation du facteur ou plus simplement le domaine du facteur. On a l'habitude de noter le niveau bas par -1 et le niveau haut par $+1$. S'il y a un second facteur, il est représenté, lui aussi, par un axe gradué et orienté. On définit, comme pour le premier facteur, son niveau haut, son niveau bas et son domaine de variation. Ce second axe est disposé orthogonalement au premier. On obtient ainsi un repère cartésien qui définit un espace euclidien à deux dimensions. Cet espace est appelé l'espace expérimental (Figure 4.2).

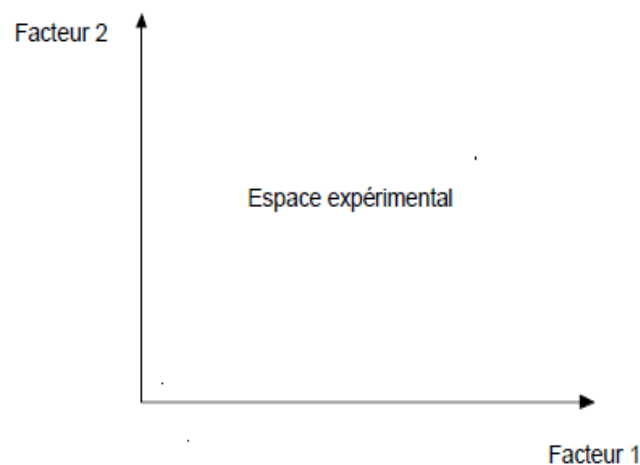


Fig.4.2. Représentation d'un espace expérimental [108]

Le niveau x_1 du facteur 1 et le niveau x_2 du facteur 2 peuvent être considérés comme les coordonnées d'un point de l'espace expérimental (Figure 4.3). Une expérience donnée est alors représentée par un point dans ce système d'axes. Un plan d'expériences est représenté par un ensemble de points expérimentaux.

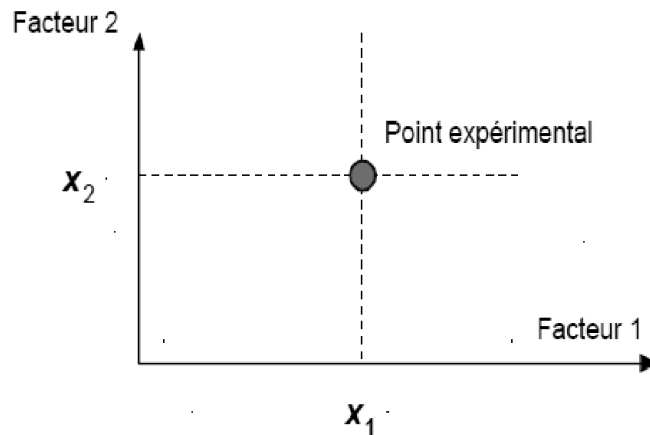


Fig.4.3. Représentation d'un point expérimental [108]

Le regroupement des domaines des facteurs définit le «domaine d'étude». Ce domaine d'étude est la zone de l'espace expérimental choisie par l'expérimentateur pour faire ses essais. Une étude, c'est-à-dire plusieurs expériences bien définies, est représentée par des points répartis dans le domaine d'étude (Figure 4.4). Cette façon de représenter une expérimentation par des points dans un espace cartésien est une représentation géométrique de l'étude.

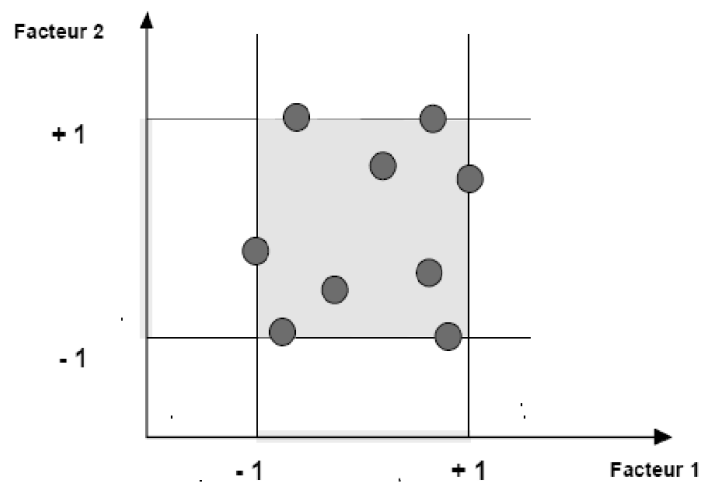


Fig.4.4. Représentation géométrique d'une expérimentation[108]

Les définitions qui ont été données s'appliquent bien aux variables continues. Mais il existe d'autres types de variables. Il y a les variables discrètes comme par exemple des personnes. On peut encore parler d'espace expérimental mais il n'aura pas les mêmes propriétés que l'espace des variables continues. Il y a également les grandeurs ordonnables comme, par exemple, des distances qui peuvent être courtes, moyennes et longues. Là aussi, la notion d'espace expérimental existe toujours mais cet espace possède des propriétés différentes des deux premiers.[108]

4.2.2. *Notions de surface de réponse:*

Les niveaux x_i représentent les coordonnées d'un point expérimental et y est la valeur de la réponse en ce point. On définit un axe orthogonal à l'espace expérimental et on l'attribue à la réponse. La représentation géométrique du plan d'expériences et de la réponse nécessite un espace ayant une dimension de plus que l'espace expérimental. Un plan à deux facteurs utilise un espace à trois dimensions pour être représenté : une dimension pour la réponse, deux dimensions pour les facteurs.

A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. A l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localisent sur une surface appelée la surface de réponse (Figure 4.5).

Le nombre et l'emplacement des points d'expériences est le problème fondamental des plans d'expériences. On cherche à obtenir la meilleure précision possible sur la surface de réponse tout en limitant le nombre d'expériences. [109]

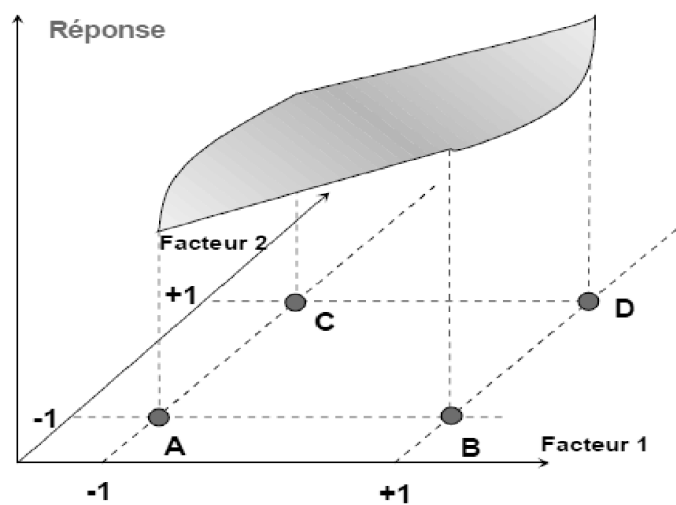


Fig.4.5. Représentation d'une surface de réponse [109]

4.2.3. Matrice d'expériences:

La représentation géométrique d'un plan d'expériences est commode pour imaginer la position des points expérimentaux dans le domaine d'étude. Mais elle ne peut plus être employée dès que le nombre de facteurs est supérieur à trois. Pour les espaces multidimensionnels, nous adopterons une représentation en forme de tableau ou matrice d'expériences. Cette dernière comprend une première colonne qui identifie les essais. Les colonnes suivantes indiquent les coordonnées des points représentatifs des expériences prévues. Les expériences géométriques et matricielle sont équivalentes. Les matrices d'expériences présentent l'avantage d'être utilisables quel que soit le nombre de facteurs, c'est-à-dire quel que soit le nombre de dimensions de l'espace expérimental.[109]

4.3. Types de plan d'expériences :

Afin de subvenir aux besoins que peut rencontrer l'expérimentateur pour mener à bien son étude; différents types de plans d'expériences peuvent être utilisés :

- Plans factoriels complets ;
- Plans centrés composites ;
- plans fractionnaires ;
- Plans de mélanges.

Chaque plan possède des particularités qui lui sont propre. Nous ne traiterons ici que le plan correspondant à notre étude, il s'agit des plans de mélange.

4.3.1. Les plans de mélange (Mixture design):

Les plans de mélanges sont des plans particuliers adaptés aux facteurs dépendants. Ils sont surtout utilisés pour étudier l'influence des proportions des constituants d'un produit sur une réponse donnée. La somme des proportions d'un mélange est toujours égale à 100%. [110]Le pourcentage du dernier constituant est imposé par la somme des pourcentages des premiers composés. C'est la raison pour laquelle les plans de mélanges sont traités à part. Les plans de mélanges sont aussi caractérisés par de nombreuses contraintes qui peuvent peser sur le choix des proportions des constituants. Par exemple, la concentration d'un produit doit être au moins de x pour-cent ou cette concentration ne peut excéder une valeur donnée. En fonction de ces contraintes la planification de l'étude est modifiée et elle doit être adaptée à chaque cas.[108]

a) La contrainte fondamentale des mélanges:

Si l'on note par x_i la teneur en constituant i , la somme des teneurs de tous les constituants du mélange satisfait la relation :

$$\sum_{i=1}^{i=n} x_i = 100\%$$

Si, au lieu d'utiliser les pourcentages, on ramène la somme des teneurs des différents constituants à l'unité on a :

$$\sum_{i=1}^{i=n} x_i = 1$$

Cette relation s'appelle *la contrainte fondamentale des mélanges*. Les représentations géométriques des plans de mélanges sont différentes de celles utilisées pour les plans d'expériences classiques et les modèles mathématiques sont eux aussi profondément modifiés. [108]

b) Représentation géométrique des mélanges:

On utilise un triangle équilatéral pour représenter les mélanges à trois composants. Les produits purs sont aux sommets du triangle équilatéral. Les mélanges binaires sont représentés par les cotés du triangle. Par exemple, le côté gauche du triangle (Figure 4.6) représente les mélanges composés uniquement des produits A et B.

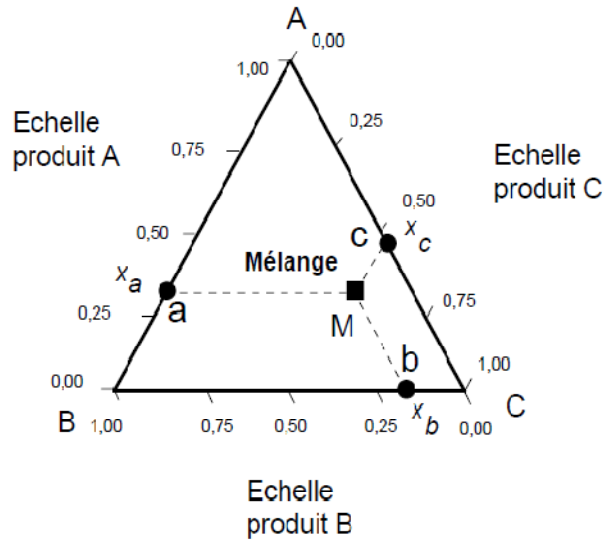


Fig.4.6. Représentation géométrique d'un mélange à trois constituants à l'aide d'un triangle équilatéral [108]

Un point de la surface intérieure du triangle équilatéral représente un mélange tertiaire. Les compositions de chaque produit se lisent sur les côtés du triangle. Les propriétés géométriques du triangle équilatéral assurent que la contrainte fondamentale des mélanges est bien respectée. La représentation des mélanges à quatre constituants est un tétraèdre régulier (Figure 4.7). S'il y a plus de quatre constituants, il faut faire appel à des hyperpolyèdres réguliers. [108]

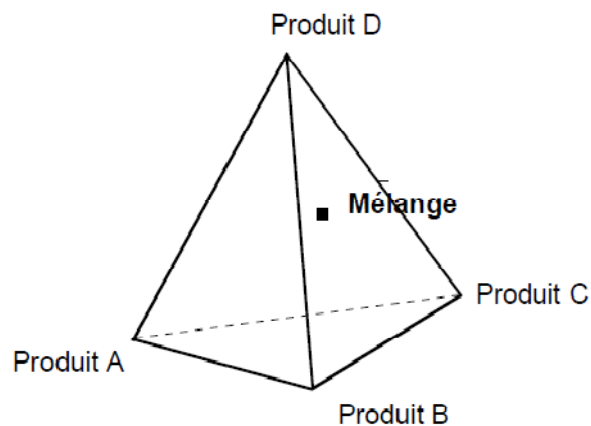


Fig.4.7. Représentation géométrique d'un mélange à quatre constituants par un tétraèdre régulier[108]

c) Type de plans de mélanges:

Suivant les contraintes pouvant caractériser la quantité minimale et maximale de chaque constituant, nous pouvons observer quatre types de mélange.

- *Plans de mélange sans contrainte :*

Ce sont des plans de mélange dont les constituants n'ont aucune contrainte particulière. Ils se traitent de façon directe.

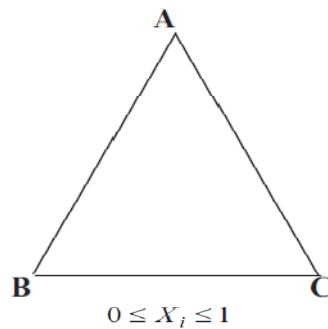


Fig.4.8. Représentation géométrique d'un mélange à trois constituants sans contraintes [108]

- *Plans de mélange présentant des limites inférieures :*

La concentration d'un ou de plusieurs constituants ne peut pas être inférieure à une valeur donnée. Dans ce cas le domaine d'étude est réduit (Figure 4.9) mais la forme du domaine reste la même : un triangle équilatéral. La position des points d'expériences se déduit des plans de mélanges classiques précédents.

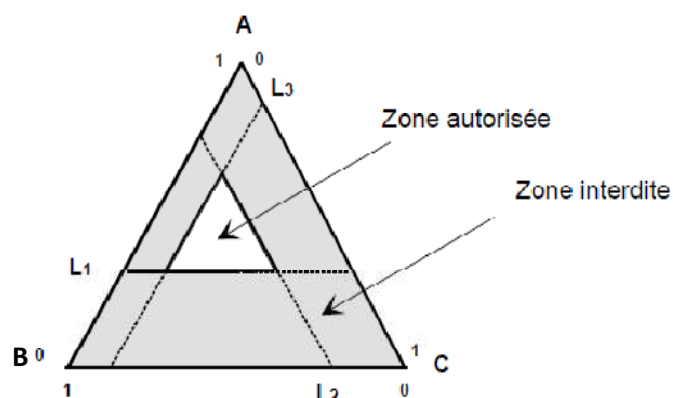


Fig.4.9. Représentation géométrique d'un mélange à trois constituants présentant des limites inférieures [108]

- *Plans de mélange présentant des limites supérieures:*

La concentration d'un ou plusieurs constituants ne peut pas être supérieure à une valeur donnée. Dans ce cas le domaine d'étude est réduit (Figure 4.10) mais la forme du domaine est complètement modifiée, ce n'est plus un triangle, c'est un polygone. Pour les plans ayant plus de trois facteurs, le domaine d'étude est un hyperpolyèdre.

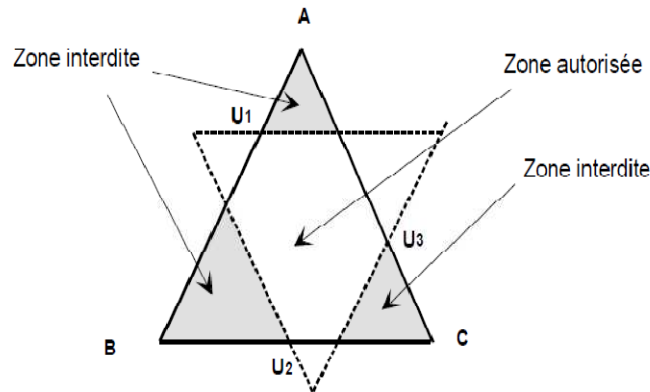


Fig.4.10. Représentation géométrique d'un mélange à trois constituants présentant des limites supérieures [108]

- *Plans de mélange présentant des contraintes inférieures et supérieures :*

Les proportions d'un ou de plusieurs constituants peuvent être soumises à des contraintes inférieures et supérieures. Pour un composant, le triangle des compositions est divisé en trois zones : la zone interdite par la limite basse, la zone interdite par la limite haute et, entre les deux, la zone autorisée. Chaque composant peut avoir des limites hautes et basses. Un exemple est illustré représentant ainsi un plan de mélange à trois composants (Figure 4.11), la forme initiale du triangle équilatéral n'est pas conservée.

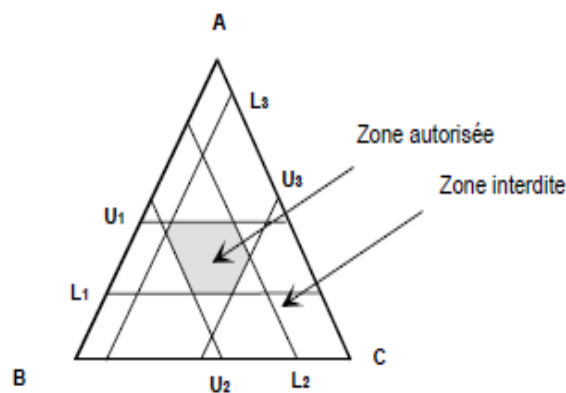


Fig.4.11. Représentation géométrique d'un mélange à trois constituants présentant des limites inférieures et supérieures. [108]

C'est le cas le plus souvent rencontré et le plus difficile à traiter. Pour trouver le meilleur emplacement des points expérimentaux, il faut disposer un grand nombre de points d'expériences sur le domaine d'étude. Ceci engendre automatiquement un nombre trop élevé d'essais. Pour pallier à ce problème, des plans nommés D-optimaux ont été mis au point permettant ainsi de conserver pour un modèle donné, les meilleurs points d'expériences. (voir figure 4.12) et de diminuer de ce fait le nombre d'essais. Le choix de l'emplacement des meilleurs points expérimentaux nécessite par ailleurs un logiciel de plans d'expériences qui effectue le calcul grâce à un algorithme d'échange des plans D-optimaux. [109]

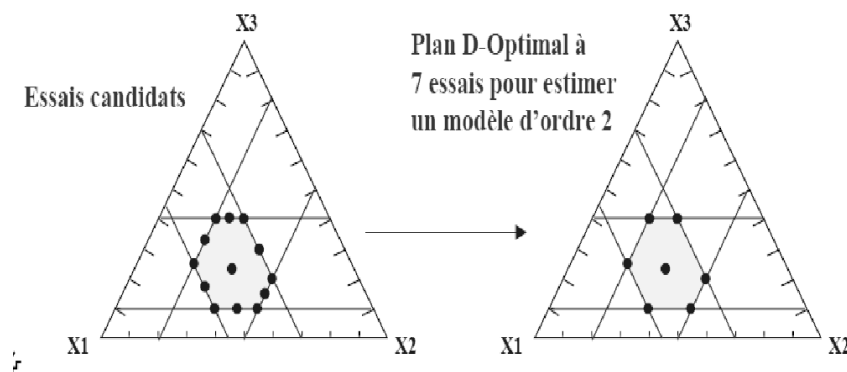


Fig.4.12. Représentation géométrique de la sélection des points expérimentaux lors du passage d'un plan classique à un plan D-optimal [109]

Le principe général de construction des matrices d'expériences D-optimales par l'algorithme d'échanges est que pour un nombre d'expériences N fixé, une première matrice d'expériences est construite en choisissant aléatoirement N mélanges dans l'ensemble des points candidats. Puis, certaines de ces expériences choisies sont successivement échangées avec des expériences non choisies de façon à améliorer le critère de qualité (le déterminant de la matrice d'information). Lorsque plus aucun échange n'améliore ce critère, l'algorithme est répété sur d'autres solutions initiales aléatoires. La solution finale, la meilleure de ces différents essais est considérée comme la solution D-optimale. [109]

4.4. Les étapes de réalisation d'un plan d'expériences :

En général, cette méthode est constituée de 3 grandes étapes:

- *Etape de préformulation*
- *Construction du plan d'expérience et réalisation des essais.*
- *Interprétation des résultats.*

L'étape de préformulation est considérée comme étant l'étape clé de notre étude, puisque elle conditionne dans une grande mesure la réussite de la campagne expérimentale. Il s'agit d'une étude préliminaire permettant de définir les objectifs, les facteurs ainsi que les réponses voulant être mis en évidence par notre étude. Cette phase est composée de plusieurs sous étapes, ces dernières sont détaillées ci-dessous:

4.4.1. Etape de préformulation:

a) Observation des faits :

Le travail appelé par cette étape consistera à documenter de façon objective l'ensemble des questions appropriées et exhaustives bien connues des animateurs des groupes de résolution de problèmes avec le Q.Q.O.Q.C.P. : Qui (est concerné)?, (De) Quoi (s'agit-il ?), Où (ça se manifeste), Quand (ça se manifeste), Comment (ça se manifeste), Pourquoi (ça se manifeste) en s'efforçant :

- D'identifier les faits objectifs, et de préférence documentés associés au "ressenti" du problème, c'est la réponse au Quoi,
- D'identifier les faits réellement gênants et importants sans se polariser sur les faits secondaires,
- De décrire de façon succincte et documentée les faits relatés. [111]

b) La formulation du problème : [104]

Elle consiste à exploiter toutes les informations recueillies sur le problème pendant l'investigation préalable.

Elle appelle successivement :

- ✚ La définition des objectifs et des contraintes de l'étude,
- ✚ La définition des réponses,
- ✚ Le choix de la stratégie d'expérimentation,
- ✚ Le recensement et l'hierarchisation des facteurs,
- ✚ Le choix du domaine expérimental et des niveaux,
- ✚ Le recensement d'éventuelles interactions
- ✚ La détermination du type de modèle et de plan.

Il faut préciser qu'au cours de la formalisation, il peut y avoir encore des questions sans réponse et des choix à faire. Par exemple, avant d'arriver à une formalisation définitive, il peut s'avérer nécessaire de réaliser des essais préliminaires afin de caractériser la variabilité de la réponse, de vérifier le choix d'un facteur, d'affiner le domaine expérimental à retenir ou de définir le nombre de modalités à donner à un facteur. Il peut arriver aussi que l'étude soit orientée vers une autre méthode que les plans d'expériences, parce que le plan n'est pas envisageable ou parce que le problème peut être résolu plus efficacement autrement. La formalisation du problème se fera donc nécessairement de manière itérative.

- Définition des objectifs et des contraintes de l'étude:

A partir de l'observation des faits et des attentes exprimées, on doit préciser

1. le thème de l'étude (résumé en une phrase courte).
2. les objectifs à atteindre en termes non ambigus, sans référence à d'éventuelles solutions, et de préférence quantifiées.
3. Les raisons de l'étude afin de s'assurer de leur caractère prioritaire.
4. Les limites de l'étude pour les remises en question et la recherche de solutions.
5. Les contraintes associées à la réalisation des objectifs telles que délai, planning de mise à disposition des moyens d'essais, coûts.

- Définition des réponses:

Il s'agit de décliner les objectifs de l'étude :

- ✚ En grandeurs à optimiser, si le but final est d'assurer une conformité à des spécifications,
- ✚ En grandeurs à modéliser, dans le cas où seul le comportement d'un phénomène ou d'un système est à étudier.

Pour la mise au point de produits ou de procédés, il est souhaitable que les grandeurs retenues soient en rapport direct avec les cibles caractérisant la conformité recherchée. A chacune de ces grandeurs pourront ensuite être associées une ou plusieurs réponses:

- Dans le cas où la dispersion est négligeable, on retiendra de préférence comme réponse la valeur moyenne de cette grandeur, mesurée sur un échantillon d'objets réalisés,
- Dans le cas contraire, on prendra, non seulement la valeur moyenne, mais aussi l'écart type de la distribution de celle-ci.

Si la grandeur est qualitative, ses attributs étant par exemple "bon - pas bon", la réponse pourra être le pourcentage de "bon" ou de "pas bon" observé sur un échantillon d'objets répondant à une même définition.

Chaque grandeur caractérisant l'objectif est ainsi associée à une réponse qui fera l'objet d'une modélisation en vue de la recherche d'une solution.

Si les réponses sont multiples, on pourra ultérieurement les regrouper, lors de l'analyse du plan d'expériences, en une ou deux réponses principales en utilisant une fonction désirabilité afin de faciliter l'optimisation globale.

Les réponses définies doivent donc satisfaire aux conditions suivantes :

- Etre caractéristiques de l'objectif de l'étude,
- Etre quantitatives,
- Etre économiques, faciles et rapides à mesurer.

- Choix de la stratégie d'expérimentation:

Ce choix de la stratégie d'expérimentation permettra de définir:

- ✚ La quantité de facteurs à retenir,
- ✚ Le type de modélisation des réponses étudiées,
- ✚ Le type de plan d'expériences à construire pour estimer les coefficients des modèles à partir des résultats d'essais,
- ✚ La séquentialité à prévoir pour l'enchaînement logique des essais et des analyses statistiques.

Il existe en fait plusieurs stratégies, les plus importantes sont : **la stratégie Q, stratégie P**
 Pour choisir un des deux types, il est nécessaire d'avoir une connaissance préalable du phénomène étudié, et en particulier de savoir si les facteurs sur lesquels on est susceptible d'agir sont nombreux ou non, et si leur influence est certaine ou non. Pour différencier entre les deux stratégies, il est essentiel de définir chacune d'elles :

- **La stratégie Q:** Cette stratégie est qualifiée aussi de screening, débroussaillage ou encore criblage. Elle s'applique surtout pour identifier les facteurs influents et ceux qui ne le sont pas, et si besoin, pour hiérarchiser les facteurs selon l'importance de leur effets moyens.
- **La stratégie P:** Cette stratégie dite d'optimisation ou méthodologie de surface de réponses permet de déterminer les valeurs des facteurs influents correspondant à une réponse particulière au système. On ne tient compte que des facteurs ayant une influence certaine. On n'aura pas recours à la hiérarchisation qui relève de la stratégie Q.

- Recensement et hiérarchisation des facteurs :

On peut répartir ces facteurs au sein de quatre classes:

1. *Les facteurs à figer d'emblée dans l'étude:* Ce sont les facteurs qui n'auront aucune influence sur les objectifs visés. Ils seront figés, lors de l'étude, à un niveau donné et précisé. Par exemple, en production, les paramètres influents sur la productivité ou le temps de cycle, telle que la vitesse d'injection, dans un processus de moulage par injection, sont difficilement remis en cause et sont donc souvent considérés comme des paramètres hors étude.
2. *Les facteurs principaux:* ce sont les facteurs recensés sur lesquels on est susceptibles d'agir pour atteindre les objectifs de l'étude.
3. *Les facteurs de bruit:* ce sont des facteurs recensés non maîtrisés, et qui sont susceptibles d'occasionner une variabilité indésirable sur les grandeurs associées aux objectifs de l'étude.
4. *Les facteurs blocs:* ce sont des facteurs liés aux moyens et aux conditions d'expérimentation qui vont varier inévitablement pendant les essais. Ils sont susceptibles de biaiser l'estimation des effets des facteurs étudiés. Les facteurs blocs susceptibles d'avoir un effet sur la réponse devront nécessairement être retenus dans le plan d'expérimentation. Ils peuvent être de type espace ou de type temps.

- Choix du domaine expérimental et des nombres des niveaux :

Il faut définir le domaine de variation ainsi que les niveaux correspondants des facteurs quantitatifs retenus. Pour les facteurs à figer, il faudra préciser le niveau constant qui devra leur être attribué. Pour les autres facteurs, le domaine sera défini par ses bornes.

- Existence ou non d'interactions entre les facteurs :

A ce niveau, on s'interrogera toujours sur l'existence d'interactions très fortes. En général, c'est une question extrêmement difficile, notamment dans le domaine des processus de production. L'interaction est un phénomène complexe et difficile à pressentir. Les réponses recueillies à ce sujet doivent être toujours examinées avec suspicion.

- Détermination du type de modèle:

Dans la majorité des plans d'expériences, le modèle est à la base de la construction de la matrice d'expériences. La démarche des plans d'expériences impose le choix, avant les essais, de ce modèle mathématique nommé aussi modèle a priori ou modèle postulé.

Les deux modèles mathématiques très utilisés sont ceux du premier et second degré.

- *Modèle du premier degré:*

On suppose dans ce cas que les variations de la réponse sont proportionnelles aux teneurs des constituants du mélange. Les interactions entre facteurs sont négligées. Pour un mélange de trois constituants, le modèle peut s'écrire de la manière suivante :

$$Y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3$$

Où :

Y est la réponse au point de composition choisi;

x₁, x₂, x₃ sont les teneurs respectives des produits A, B et C;

a₀, a₁, a₂ et a₃ sont les coefficients inconnus que l'on cherche à déterminer.

- *Le modèle du second degré:*

Le modèle mathématique du second degré est utilisé dans le cas où on tient compte des interactions entre les facteurs. D'une façon générale, ce modèle comprend les termes du premier degré, les termes rectangles et les termes carrés. Pour un mélange de 3 facteurs, le modèle peut s'écrire de la façon suivante:

$$Y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3 + a_{12} x_1 x_2 + a_{13} x_1 x_3 + a_{23} x_2 x_3 \\ + a_{11} x_1^2 + a_{22} x_2^2 + a_{33} x_3^2$$

L'écriture de la forme générale du modèle permet de définir le nombre de coefficients à estimer.[112][108]

4.4.2. Construction du plan et réalisation des essais:

La construction du plan d'expériences s'effectue à l'aide d'un logiciel nommé MODDE 6.0. Il s'agit d'un logiciel très spécifique fonctionnant sous Windows permettant de définir des plans d'expériences, de les analyser et de les optimiser. Le logiciel est conçu pour les techniciens et les ingénieurs de tous les secteurs de l'industrie.

L'expérimentateur mène les expériences en respectant le plan d'expérimentation engendré par le logiciel. Cette étape est très importante, puisque c'est de la bonne réalisation des expériences que l'on pourra tirer les informations capitales qui seront exploitées par la suite. Il est recommandé d'avancer progressivement et de réorienter voire d'affiner les études en fonction des premiers essais réalisés. Ainsi, une première ébauche permettra de mieux choisir les nouvelles orientations à prendre pour préciser les seuls points intéressants de l'étude et pour abandonner ceux qui ne le sont pas. C'est pour cela qu'il est préconisé de

procéder de manière progressive. Il est également conseillé de randomiser l'ordre des essais car si le processus subit une dérive, en n'effectuant pas les essais de manière aléatoire, on va amplifier aux effets des facteurs les effets des dérives. Cette randomisation consiste à tirer au hasard l'ordre des essais pour supprimer l'influence des facteurs perturbateurs non identifiés pouvant être corrélés avec l'ordre des essais.

4.4.3. Interprétations des résultats:

Le calcul des coefficients inconnus du modèle se fait à l'aide des résultats d'expériences obtenues. La méthode de calcul est basée sur la régression dite PLS (partial least squares) en employant le critère d'optimisation des moindres carrés. La régression linéaire classique fournit en fait une seule solution souvent basée sur le critère des moindres carrés. Lorsqu'il y a beaucoup de variables, on risque d'obtenir un modèle surparamétré, c'est-à-dire modélisant les erreurs. Pour éviter cette surparamétrisation, la régression PLS a été introduite car étant une régression séquentielle, elle permet d'arrêter le processus de régression avant de modéliser l'erreur.[113] La régression PLS est une technique récente qui généralise et combine les caractéristiques de l'analyse sur composantes principales et de la régression multiple. Elle est particulièrement utile quand on a besoin de prédire un ensemble de variables dépendantes à partir d'un ensemble très grand de variables explicatives qui peuvent être très fortement corrélées entre elles.

La qualité du modèle, par rapport à sa représentativité et sa puissance de prédiction, est liée respectivement au coefficient de détermination expliquant la variance, R^2 , et au coefficient de prédiction Q^2 . Les expressions mathématiques de ces deux coefficients sont :

$$R^2 = \frac{\Sigma (y_i - \bar{y})^2 - \Sigma e_i^2}{\Sigma (y_i - \bar{y})^2} \quad 0 \leq R^2 \leq 1$$

$$Q^2 = \frac{\Sigma (y_i - \bar{y})^2 - \Sigma \left[\frac{y_i - \hat{y}_i}{1 - h_i} \right]^2}{\Sigma (y_i - \bar{y})^2} \quad 0 \leq Q^2 \leq 1$$

Avec :

y_i : Réponse (caractéristique) mesurée au point i ;

\bar{y} : Moyenne de l'ensemble des réponses y_i mesurées;

e_i : Résidu au point i ;

\hat{y}_i : Réponse prédite par le modèle au point i ;

h_i : La variance de prédiction au point i .

CHAPITRE 5:

PLAN D'EXPERIENCES I

5.1. Mise en application de la méthode:

5.1.1. Contexte de l'étude :

Cette étude à été réalisé dans le cadre d'une recherche scientifique, en vue de l'obtention d'un diplôme de Magister Option nutrition et transformation des aliments au niveau du département des sciences agronomique de l'université SAAD DAHLAB de Blida. Les essais de laboratoire ont été réalisés au niveau du laboratoire physico-chimique et microbiologique de la laiterie TREFLE ainsi qu'au niveau du laboratoire de l'ANP d'El Harrach. Le ressenti du problème réside dans le fait qu'il existe en Algérie peu de produits alimentaires diététiques destinés à une population spécifique (produits de régimes et les aliments de nutrition sportive).

Une recherche bibliographique a été établie dans ce sens et a révélé la possibilité de formuler un produit laitier adapté aux attentes. Il s'agit en fait d'un yaourt hyper protéinique, riche en polysaccharides. La supplémentation en protéines est traduite par un ajout de caséinate de sodium, protéine très utilisée dans les produits de régime du fait de son absorption lente par l'organisme. L'ajout de polysaccharides est justifié par le désir d'améliorer les propriétés texturales du produit et d'assurer également une bonne stabilité à l'émulsion formulée. De plus, il s'agit d'un moyen de diminuer le coût de revient du produit final en tentant de substituer une partie des caséinates par un ou plusieurs de ces polysaccharides.

Les enjeux à relever en terme de qualité évoquent l'amélioration des propriétés texturales et nutritionnelles, à savoir: la formulation d'un yaourt **hyper protéinique** à texture **consistante et onctueuse et lisse**. La nécessité donc d'établir un plan d'expériences est confirmée car: le ou les choix de polysaccharides à introduire ainsi que les proportions des constituants du produit final sont mal connus.

5.1.2. Objectif de l'étude :

On désire effectuer en premier lieu une étude sur l'effet de quelques constituants (agents texturants) sur la formule. Ceci entre dans le cadre d'une mise au point de la composition d'un mélange, en faisant un choix d'un « ingrédient » parmi un ensemble de produits. Pour ce faire, on dispose d'un nombre plus ou moins important d'agents texturants susceptibles d'être utilisés. C'est à leur sélection que nous nous attacherons dans un premier temps. On doit mettre en évidence ceux qui sont les plus performants. On peut envisager éventuellement la possibilité d'introduire dans la formule une association de deux ou plusieurs agents texturants sous réserve que chacun ait un intérêt spécifique.

Le choix a été établi selon une recherche bibliographique qui nous a orienté sur les différents types pouvant être introduits au sein de notre produit laitier. Il s'agit en fait de l'amidon, la pectine, le carraghénane et le xanthane.

5.1.3. Définition des réponses

Selon ce qui a été déjà développé au niveau des enjeux, les réponses préliminaires souhaitées sont d'ordre textural. En effet, l'aspect du produit est un critère primordial dans notre étude. On désire en fait que le produit soit **stable, consistant, onctueux et lisse**. Ceci relève de l'analyse de la variation du pH ainsi que l'analyse rhéologique et sensorielle du produit.

5.1.4. Choix de la stratégie d'expérimentation:

On peut constater que la stratégie dite "**criblage**" semble correspondre à notre premier objectif qui consiste à sélectionner les constituants de la formule. On peut distinguer en fait deux types de criblage : *criblage de facteurs indépendants* et *criblage de composants en mélange*. Dans le premier cas, L'expérimentateur désire savoir, au sein de chaque famille de composants (épaississants, gélifiants..etc), quels sont ceux qui sont les plus performants sur les propriétés recherchées, appelées réponses afin de n'en retenir qu'un seul. Il s'agit en fait d'étudier les effets de la substitution, au sein d'un mélange, d'un élément par un autre. Il apparaît cependant que, dans de nombreux problèmes de formulation, certains composants d'une même famille peuvent être éventuellement associés simultanément dans une formule. Ceci correspond au deuxième cas appelé criblage de composants en mélange et qui répond parfaitement à notre première problématique posée.

5.1.5. Recensement des facteurs :

Selon le diagramme de fabrication établi dans la partie théorique, on peut distinguer deux catégories de facteurs:

Facteurs externes à la formulation (liés au process) :

Les facteurs externes sont caractérisés par des variables indépendantes provenant de variables associées à la mise en œuvre du produit:

1. Pression et Température dans l'étape de l'homogénéisation.
2. Température et le temps de pasteurisation.
3. Pression et température dans l'étape du dégazage.
4. Refroidissement à la température de fermentation.
5. Durée de fermentation.
6. Vitesse d'agitation dans l'étape de brassage.
7. Température de refroidissement (arrêt de la fermentation).
8. Conditionnement.
9. Température de refroidissement et de conservation du produit fini.

Facteurs internes à la formulation (composants) :

1. L'eau.
2. Poudre de lait.
3. Caséinates de sodium.
4. Sucre.
5. Agents texturants.
6. Ratio du ferment et quantité à inoculer.

Les facteurs retenus sont ceux liés à la composition du yaourt (facteurs internes à la formulation). Ils sont considérés comme étant des facteurs clés de la formulation. Les autres qui sont liés au procédé de fabrication sont à éliminer de notre étude. Il s'agit de facteurs maîtrisables qui n'ont pas d'influence sur l'objectif recherché. Les facteurs sélectionnés sont donc: l'eau, les caséinates de sodium, l'amidon, le xanthane, la poudre de lait, le carraghénane, la pectine, ferment lactique et enfin le sucre. Il est à noter que les deux derniers facteurs (ferment et sucre) sont à figer. Malgré leurs importances au sein de la formule, ces facteurs n'ont pas une influence directe sur l'objectif de l'étude.

5.1.6. Niveaux retenus des facteurs :

Les niveaux des facteurs désignent en fait les quantités minimales et maximales qu'on pourrait ajouter au niveau de notre formulation. Ces valeurs sont établies selon une recherche bibliographique entreprise dans ce sens et selon aussi une réglementation et des normes limitant l'utilisation de ces produits. Les niveaux des facteurs retenus sont précisés au niveau du tableau suivant:

Tableau 5.1: Représentant les Facteurs retenus et leurs niveaux

Facteurs / Quantité	Minimum	Maximum
Eau	60%	80%
Sucre	10%	10%
Caséinate de sodium	0.5%	5%
Amidon	0%	3%
Xanthane	0%	0.3%
Carraghénane	0%	0.1%
Pectine	0%	0.2%
Ferment	0.06%	0.06%
Poudre de lait 26% MG (Matière grasse)	9%	11%
Poudre de lait 0% MG (Matière grasse)	2%	4%

L'ensemble des facteurs forment un mélange qui est représenté soit par la valeur 1 quand on parle de fractions ou par 100% lorsqu'il s'agit de pourcentage. Les facteurs donc sont dépendants dans le sens où l'ajout des n-1 facteurs vont conditionner la quantité du dernier facteur à additionner. Le dernier facteur qui sera sujet à ces modifications est l'eau. Il est à noter que la poudre de lait est utilisée sous deux formes: poudre de lait avec un pourcentage de 26 % de matière grasse (26 % MG, 25% de Protéines) et une poudre de lait avec un pourcentage de 0% en matière grasse (0 % MG, 35% de protéines). Le but est d'obtenir une teneur minimale de 3% de matière grasse (yaourt au lait entier) ainsi qu'une teneur minimale de 3% de protéines. Ces valeurs sont exigées par la réglementation

Algérienne. De plus, il s'agit d'un moyen d'étudier l'effet de chaque type de poudre sur la formule.

5.1.7. Modèle et plans adopté :

Dans ce premier plan, le modèle mathématique qui semble correspondre à notre objectif est celui du premier degré. Il s'agit d'un modèle linéaire. Le nombre total des facteurs qui varient est de 8. Le modèle peut s'écrire donc de la façon suivante :

$$Y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3 + a_4 x_4 + a_5 x_5 + a_6 x_6 + a_7 x_7 + a_8 x_8$$

On suppose que les variations des réponses sont proportionnelles aux teneurs des constituants du mélange. Les interactions entre les facteurs sont ainsi négligées. Le modèle du premier degré engendre en fait des plans simples. Il permet de donner en fait une idée sur l'influence de chacun des constituants sur la réponse étudiée.

L'existence de contraintes (limites supérieures et inférieures) qui interdisent l'accès à certaines régions du domaine d'étude nous a mené à utiliser le plan D-optimal.

5.1.8. Construction du plan d'expériences :

Les facteurs et les niveaux sélectionnés sont introduits dans le logiciel. Le but est d'éviter en fait les calculs matriciels fastidieux et compliqués. L'introduction des différents facteurs avec leurs niveaux a donné les recettes ou les formules illustrées dans le tableau 5.2. Le nombre total des essais à formuler avec un plan classique a été estimé à 150 essais. En revanche, l'utilisation du plan D-optimal a permis de diminuer ce nombre et le réduire à 19 seulement incluant 3 répétitions en vue de tester la reproductibilité du modèle .

Tableau 5.2: les différentes formules du plan d'expériences

N° Exp	Ordre d' élaboration	Poudre 26	Poudre 0	Caséinate	Amidon	Xanthane	Pectine	Carraghénane	Sucre	Ferment	Eau
1	14	0.11	0.04	0.05	0	0	0	0	0.1	0.0006	0.6994
2	12	0.11	0.02	0.005	0.03	0	0	0	0.1	0.0006	0.7344
3	2	0.09	0.02	0.005	0	0.003	0	0	0.1	0.0006	0.7814
4	11	0.11	0.02	0.05	0.03	0.003	0	0	0.1	0.0006	0.6864
5	3	0.11	0.02	0.005	0	0	0.002	0	0.1	0.0006	0.7624
6	6	0.09	0.02	0.05	0.03	0	0.002	0	0.1	0.0006	0.7074
7	4	0.09	0.04	0.05	0	0.003	0.002	0	0.1	0.0006	0.7144
8	15	0.11	0.04	0.005	0.03	0.003	0.002	0	0.1	0.0006	0.7094
9	10	0.09	0.02	0.05	0	0	0	0.001	0.1	0.0006	0.7384
10	16	0.09	0.04	0.005	0.03	0	0	0.001	0.1	0.0006	0.7334
11	7	0.11	0.04	0.005	0	0.003	0	0.001	0.1	0.0006	0.7404
12	13	0.09	0.04	0.05	0.03	0.003	0	0.001	0.1	0.0006	0.6854
13	9	0.09	0.04	0.005	0	0	0.002	0.001	0.1	0.0006	0.7614
14	5	0.11	0.04	0.05	0.03	0	0.002	0.001	0.1	0.0006	0.6664
15	19	0.11	0.02	0.05	0	0.003	0.002	0.001	0.1	0.0006	0.7134
16	1	0.09	0.02	0.005	0.03	0.003	0.002	0.001	0.1	0.0006	0.7484
17	8	0.100443	0.0304433	0.028503	0.0156672	0.00156269	0.0010403	0.000517911	0.1	0.0006	0.721223
18	18	0.100443	0.0304433	0.028503	0.0156672	0.00156269	0.0010403	0.000517911	0.1	0.0006	0.721223
19	17	0.100443	0.0304433	0.028503	0.0156672	0.00156269	0.0010403	0.000517911	0.1	0.0006	0.721223

5.1.9. Fabrication du produit :

La préparation des essais a été réalisée à l'échelle de laboratoire tout en respectant le diagramme de fabrication illustré dans la figure 5.1. Concernant les matières premières utilisées lors de notre étude, elles ont été toutes fournies par la laiterie TREFLE exception faite pour les caséinates de sodium. Ces protéines ont été gracieusement données par la société ARMOR sis en France.

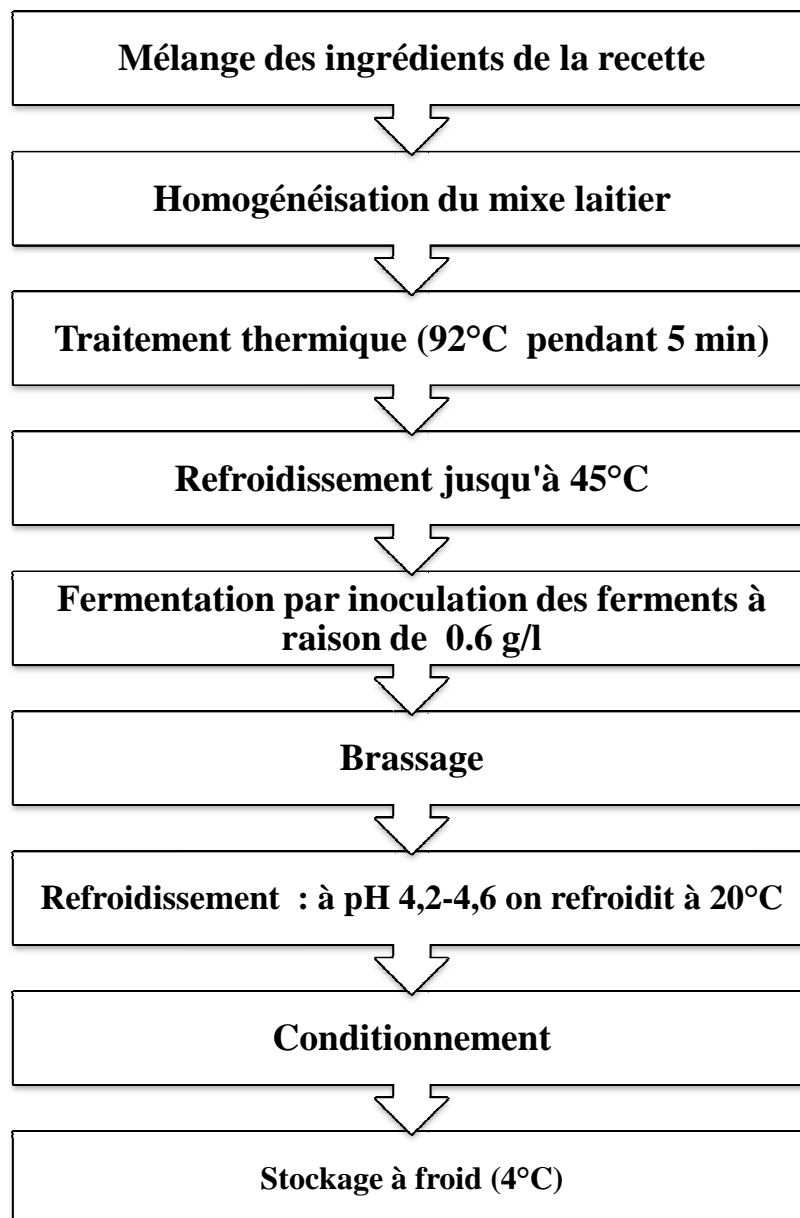


Figure 5.1. Diagramme de fabrication de yaourt établi à l'échelle de laboratoire

5.1.10. Méthodes d'analyses pour la caractérisation des essais :

Les réponses recherchées pour la comparaison des essais de ce premier plan d'expériences sont :

- La détermination du pH;
- L'analyse rhéologique des essais ;
- L'analyse sensorielle des essais.

Ces déterminations sont sélectionnées suivant l'objectif qu'on veut atteindre. En effet, le but de cette partie est d'étudier l'effet de l'ajout de certains agents texturants associés avec les caséinates de sodium dans le produit. Ceci sous entend qu'on veut comparer tout les paramètres qui ont une relation avec la texture et l'apparence du produit ainsi que son goût.

a) Détermination du pH:

- *Principe:*

Le pH est déterminé au moyen d'un appareil électrique de mesure. Le principe consiste à plonger le système d'électrodes (système combiné à un tube ou couple d'électrodes verre-calomel) dans une certaine quantité de yaourt. Autant que possible, la température de l'échantillon doit correspondre à celle de la solution tampon avec laquelle on a préalablement étalonné l'appareil.[114] (voir figure 5.1). Cette opération est effectuée après les 24 heures qui suivent sa formulation et elle est répétée quotidiennement et cela en vue d'évaluer la stabilité du produit pendant une période de 15 jours.

- *Expression des résultats :*

On lit la valeur affichée sur le pH-mètre. L'appareil utilisé est de type METTLER TOLEDO.

b) Analyse rhéologique :

Les tests rhéologiques sont effectuées sur les échantillons en utilisant un rhéomètre de type Couette , de marque PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR 300, muni d'un logiciel US 200, pour la commande et le traitement des données. Le paramètre recherché dans cette analyse est la comparaison de la viscosité des échantillons.

- *Description de l'appareil:*

Le principe de mesure se base sur le principe de la couette : la substance étudiée est emprisonnée entre deux cylindres coaxiaux, l'un est mobile et l'autre est fixe. Le mouvement laminaire de cisaillement est obtenu en communiquant à l'un des cylindres un mouvement de rotation uniforme de vitesse angulaire ω_0 , l'autre cylindre demeurant fixe.

La substance se décompose en fait en couches cylindriques coaxiales, animées de vitesses angulaires différentes, variant continûment de zéro (pour la couche au contact avec le cylindre extérieur fixe) à ω_0 (pour la couche au contact avec le cylindre intérieur mobile). Par suite de mouvement relatif des couches les unes par rapport aux autres, il apparait en tout point de l'échantillon une vitesse de cisaillement D et une contrainte de cisaillement τ . [115]

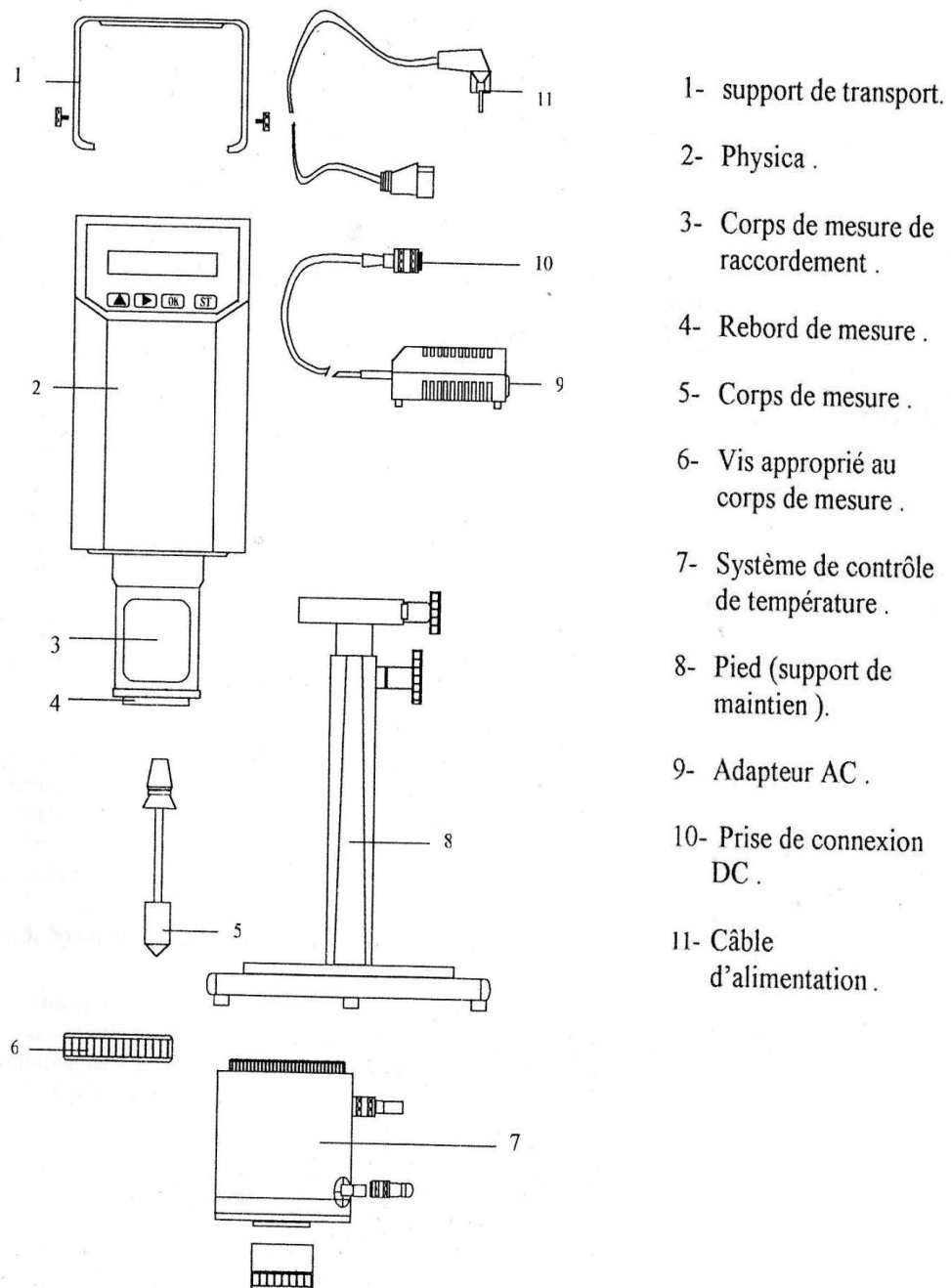
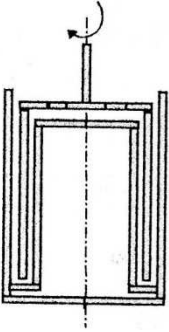
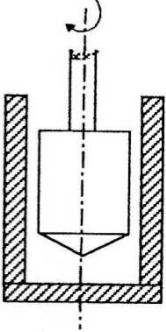
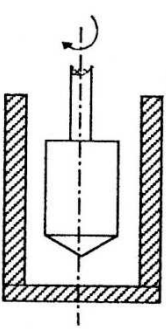
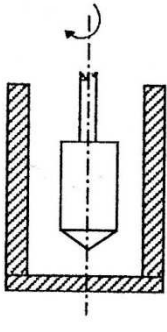


Fig.5.2. Schéma représentatif des différents compartiments composant le rhéomètre PHYSICA MC1[115]

Le MC1 possède plusieurs types de système de mesure. Il s'agit en fait de cylindres coaxiaux. L'utilisation de ces systèmes dépendra évidemment de l'état du fluide (fluide à viscosité faible, suspension, semi-solide et fluide pâteux).

Tableau 5.3: Les différents systèmes de mesure du PHYSICA MC1 [115]

Système de mesure	Z1	Z2	Z3	Z4
Domaine de vitesse de cisaillement (s^{-1})	0-4031	0-1032	0-1032	0-1032
Domaine de la contrainte de cisaillement (Pa)	0-67	0-195	0-1141	0-34844
Domaine de viscosité (Pa.s)	0.001-1.30	0.02-15	0.118-100	0.672-500
Volume de remplissage (ml)	22.5	100	17	3
Géométrie de mesure				
Cas d'utilisation	Liquides à faibles viscosités	Suspensions	Semi-solide	Fluides pâteux

c) Analyse sensorielle:

L'analyse sensorielle met en œuvre le sujet comme "instrument de mesure". Elle demeure aujourd'hui une approche indispensable à l'évaluation de la qualité d'un produit alimentaire. Etroitement associée à la caractérisation des propriétés physico-chimiques, elle peut être un outil d'aide à la maîtrise de la qualité et la formulation des produits transformés. La qualité organoleptique des aliments regroupe les propriétés d'un produit perceptibles par les organes des sens.[116] Au cours de ce travail, nous nous intéresserons essentiellement aux sensations en bouche ainsi qu'à l'apparence visuelle du produit. Les méthodes utilisées pour caractériser les produits alimentaires sont des méthodes descriptives.

- Méthodes descriptives:

Leur but est de décrire la nature des perceptions et de quantifier leur intensité, de manière à donner une carte d'identité du produit précise, reproductible et compréhensible par tous. Cette méthode est parfaitement adaptée à notre étude. En effet, l'analyse descriptive est définie comme étant : la recherche d'un nombre minimum de descripteurs qui permettront de donner le maximum d'informations sur les propriétés sensorielles du produit à analyser ; la mesure de l'intensité de la sensation perçue pour chacun des descripteurs choisis ; la construction du profil du produit à l'aide de l'ensemble des descripteurs quantifiés. Au cours de ce travail, l'analyse sensorielle a été conduite en parallèle des analyses physicochimiques.

- Les sujets et l'environnement de la dégustation:

Le panel était constitué de 20 sujets, membres du personnel du laboratoire (11 femmes et 9 hommes, âgés de 25 à 54 ans). Les sujets ont été recrutés selon leur motivation et leur disponibilité. Six d'entre eux avaient déjà participé à des tests sensoriels sur différents produits dont des produits laitiers. Pour cette étude, les 20 sujets ont suivi des séances préliminaires d'entraînement.

Les séances ont eu lieu tous les mardi et jeudi, de 10h. Elles se déroulaient dans une salle d'analyse sensorielle spécifique, où la température et l'éclairage sont contrôlés.

Le panel a été entraîné à l'utilisation d'une échelle de notation linéaire structurée (de 0 à 5) pour évaluer les intensités des perceptions des yaourts brassés. La génération des attributs utilisés pour le profil sensoriel a été réalisée pendant une séance où l'ensemble des yaourts était présenté. Une liste de 11 attributs a été construite. (Tableau 5.4) contenant des attributs de texture à la cuillère, de saveur et de texture en bouche. Les protocoles de dégustation des attributs de texture sont présentés dans le tableau 5.5

Tableau 5.4: Liste des 11 attributs utilisés pour l'analyse descriptive quantitative, S: Saveur, V: texture à la cuillère, B: texture en bouche[116]

Attributs de saveurs	Attributs de texture à la cuillère	Attributs de la texture en bouche
S-Sucré S-Acide	V-Brillant V-Granuleux V-Epais V-Collant	B-Granuleux B-Epais B-Onctueux B-Nappant B-Astringent

Tableau 5.5: Définition et protocole de dégustation des descripteurs de texture évalués par les sujets lors de l'analyse descriptive quantitative.[116]

Descripteur	Définition
Brillant	Qualifie l'aspect d'une surface lisse faisant apparaître des reflets lumineux.
Collant	Force nécessaire pour décoller le produit qui adhère au dos de la cuillère.
Granuleux	Qualifie la perception de la dimension et de la forme des particules d'un produit
Epais	Résistance du produit évaluée en écrasant une cuillère de produit entre la langue et le palais
Onctueux/crémeux	se dit d'un aliment qui a l'aspect et la consistance, des substances grasses et produit, au goût, une impression de moelleux, de velouté.
Nappant	Aptitude du produit à former un film tapissant la bouche.
Astringent	Caractère râpeux du produit évalué par frottement entre la langue et le palais.

5.2. Résultats des déterminations analytiques:

5.2.1. Détermination du pH:

L'analyse du pH s'est effectuée pendant une durée de 15 jours et cela en vue d'évaluer la stabilité du produit. (Voir tableau 5.6) Les résultats obtenus sont représentés sous forme de graphe mettant en évidence les variations du pH en fonction du temps.

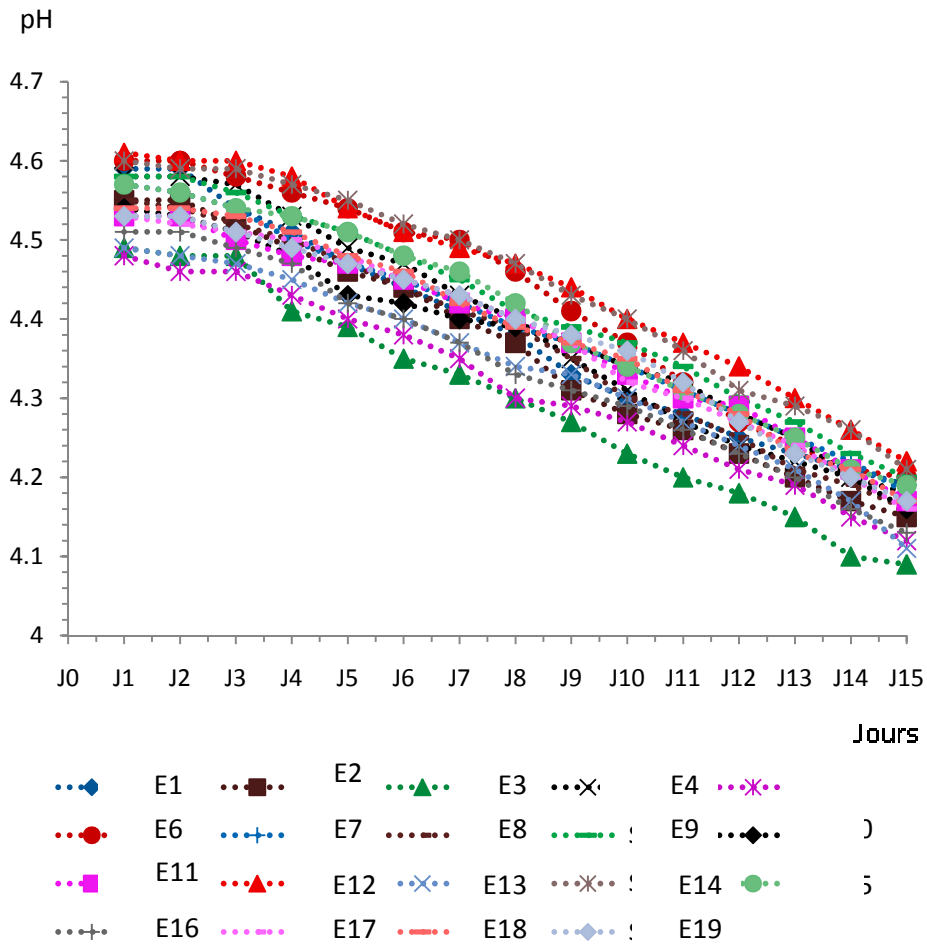


Tableau 5.6: Variation du pH en fonction du temps

Jours	J1	J2	J3	J4	J5	J6	J7	J8	J9	J10	J11	J12	J13	J14	J15
Essais															
E1	4.59	4.59	4.54	4.51	4.47	4.44	4.41	4.38	4.33	4.30	4.28	4.25	4.23	4.21	4.19
E2	4.55	4.55	4.52	4.49	4.46	4.44	4.40	4.37	4.31	4.28	4.26	4.23	4.20	4.17	4.15
E3	4.49	4.48	4.48	4.41	4.39	4.35	4.33	4.30	4.27	4.23	4.20	4.18	4.15	4.10	4.09
E4	4.58	4.58	4.57	4.53	4.49	4.47	4.43	4.40	4.35	4.31	4.27	4.24	4.22	4.20	4.18
E5	4.48	4.46	4.46	4.43	4.40	4.38	4.35	4.30	4.29	4.27	4.24	4.21	4.19	4.15	4.12
E6	4.60	4.60	4.58	4.56	4.54	4.51	4.50	4.46	4.41	4.37	4.32	4.27	4.24	4.21	4.20
E7	4.57	4.56	4.54	4.50	4.47	4.45	4.42	4.39	4.37	4.34	4.31	4.28	4.25	4.22	4.18
E8	4.55	4.54	4.52	4.50	4.47	4.44	4.41	4.39	4.35	4.30	4.28	4.25	4.21	4.19	4.16
E9	4.58	4.58	4.56	4.53	4.51	4.48	4.45	4.41	4.39	4.37	4.34	4.30	4.27	4.23	4.20
E10	4.54	4.53	4.51	4.48	4.43	4.42	4.40	4.39	4.37	4.34	4.32	4.28	4.25	4.20	4.16
E11	4.53	4.53	4.50	4.48	4.47	4.45	4.42	4.40	4.37	4.33	4.30	4.29	4.25	4.21	4.17
E12	4.61	4.60	4.60	4.58	4.54	4.51	4.49	4.47	4.44	4.40	4.37	4.34	4.30	4.26	4.22
E13	4.49	4.48	4.47	4.45	4.42	4.40	4.37	4.34	4.33	4.30	4.27	4.24	4.21	4.17	4.11
E14	4.60	4.59	4.59	4.57	4.55	4.52	4.50	4.47	4.43	4.40	4.36	4.31	4.29	4.26	4.21
E15	4.57	4.56	4.54	4.53	4.51	4.48	4.46	4.42	4.37	4.34	4.31	4.28	4.25	4.21	4.19
E16	4.51	4.51	4.49	4.47	4.42	4.40	4.37	4.33	4.31	4.29	4.26	4.23	4.20	4.16	4.13
E17	4.53	4.52	4.51	4.50	4.48	4.45	4.43	4.40	4.37	4.32	4.30	4.27	4.24	4.20	4.16
E18	4.54	4.54	4.53	4.51	4.48	4.46	4.42	4.39	4.37	4.35	4.31	4.28	4.23	4.21	4.17
E19	4.53	4.53	4.51	4.49	4.47	4.45	4.43	4.40	4.38	4.36	4.32	4.27	4.23	4.20	4.17

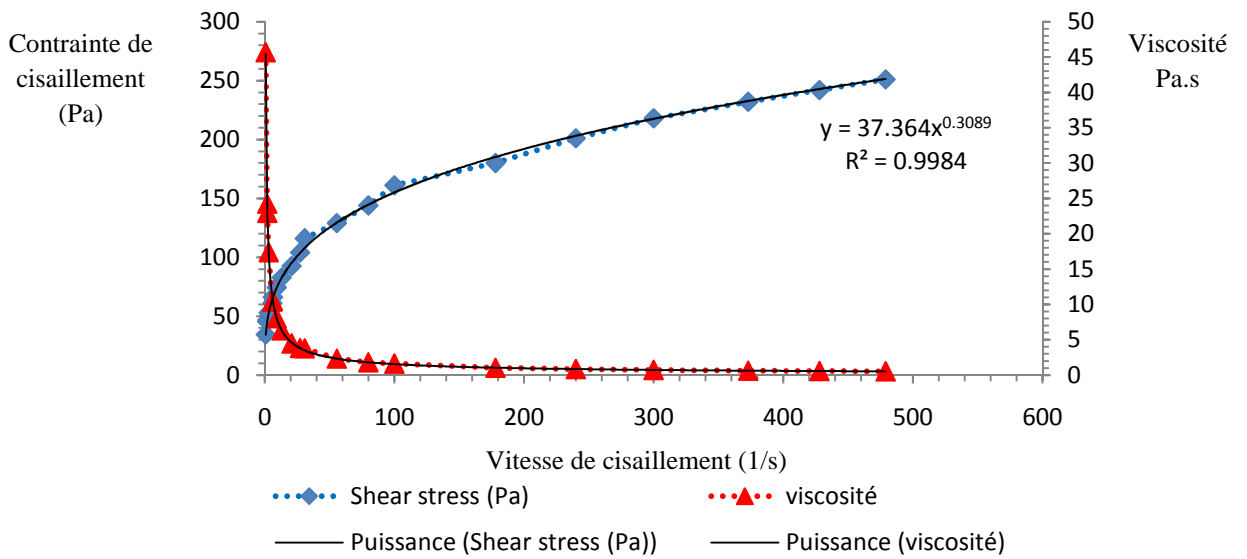
Suivant les résultats obtenus, on remarque que la variation du pH fluctue entre deux valeurs qui sont le 4.4 et le 4,6. Ces résultats s'accordent bien avec ceux cités par Jimoh et Kolapo [117]: valeurs se situant entre 3.39 et 5.68. Nos valeurs s'accordent également avec celles annoncés par Nangnierma et *al* [118] qui sont de l'ordre de 4.4 à 0 et 5% de matière grasse. Concernant les courbes obtenues, elles présentent un profil de variation homogène ainsi qu'un écart $|\delta \text{pH}|$ très étroit. Ceci témoigne de la bonne stabilité du produit. Les résultats de variation du pH obtenus sont introduits en tant que réponse au niveau du plan d'expérience sous forme d'écart de variation $|\delta \text{pH}|$ entre le pH du quinzième jour avec celui du premier jour.

Tableau 5.7: Représentant les écarts de variation du pH des essais

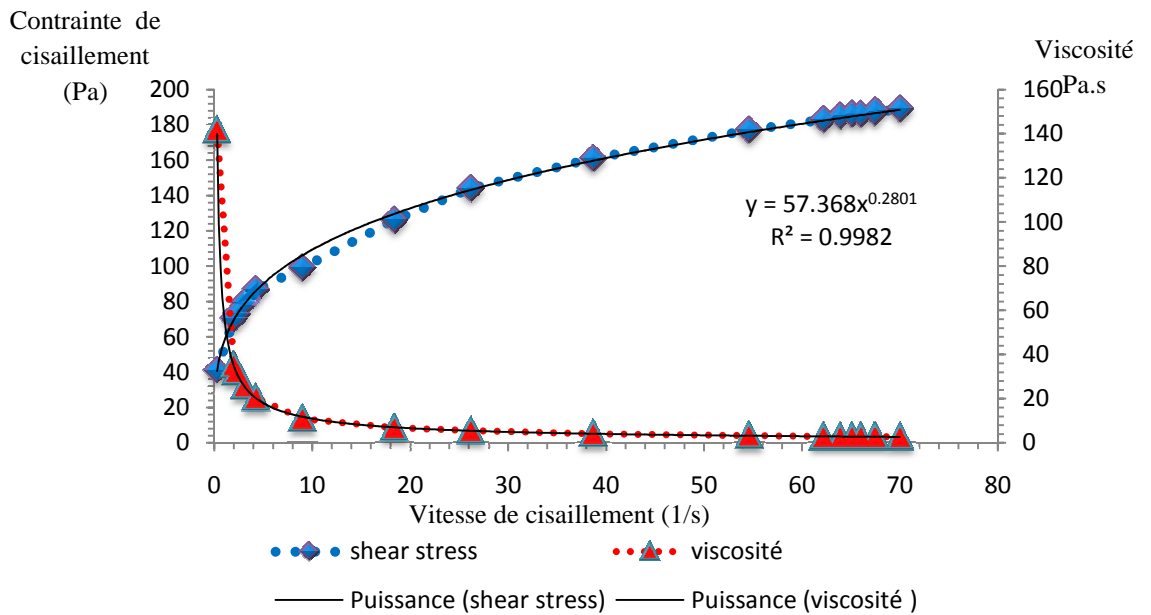
Echantillons	δpH
E1	0.4
E2	0.36
E3	0.34
E4	0.39
E5	0.36
E6	0.37
E7	0.38
E8	0.37
E9	0.36
E10	0.34
E11	0.35
E12	0.37
E13	0.34
E14	0.4
E15	0.39
E16	0.34
E17	0.37
E18	0.37
E19	0.36

5.2.2. Caractérisation rhéologique:

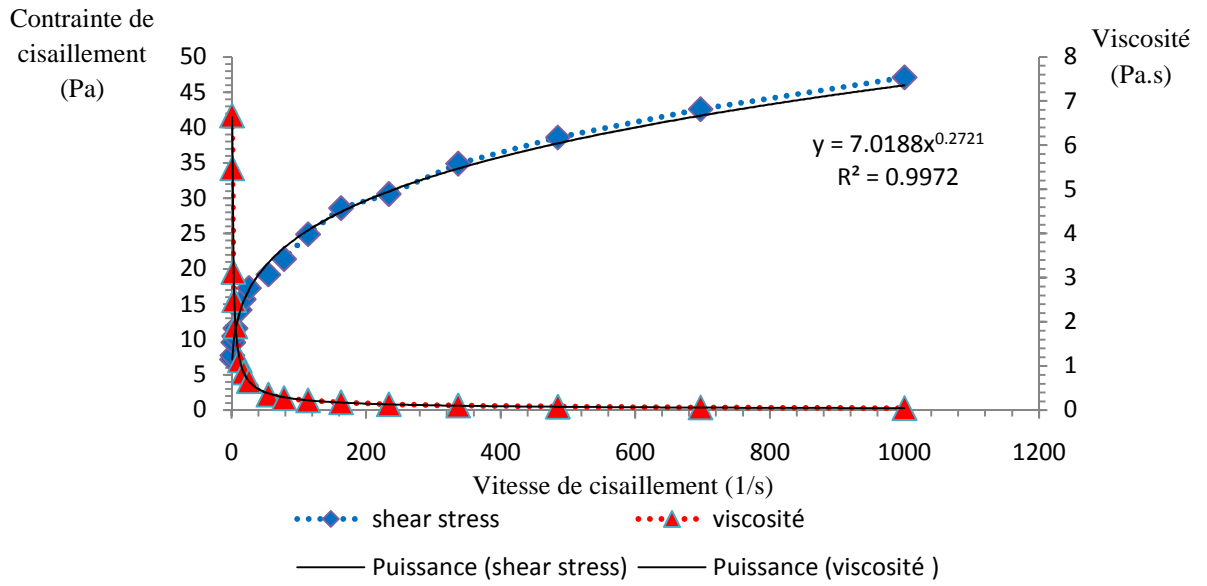
Les courbes rhéologiques d'écoulement et de viscosité de chaque essai sont exprimées respectivement par la contrainte de cisaillement (shear stress) et la viscosité (axes des ordonnés) en fonction de la vitesse de cisaillement (shear rate) (axe des abscisses) et sont représentés ci-dessous. La modélisation des courbes s'effectue par une loi en puissance (loi d'ostwald).



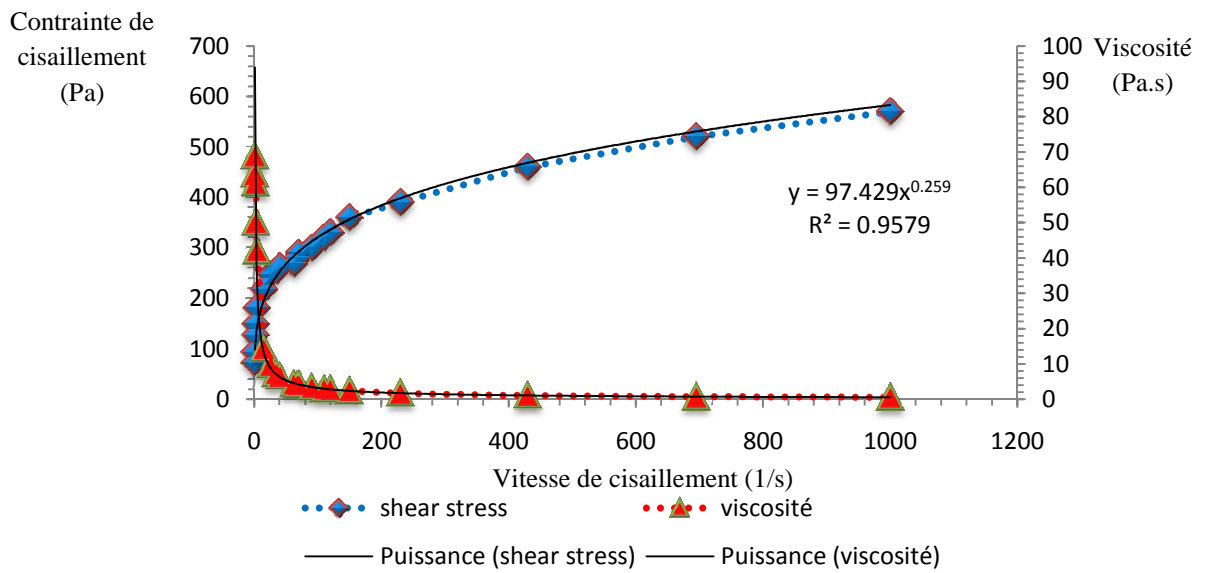
l'essai E1



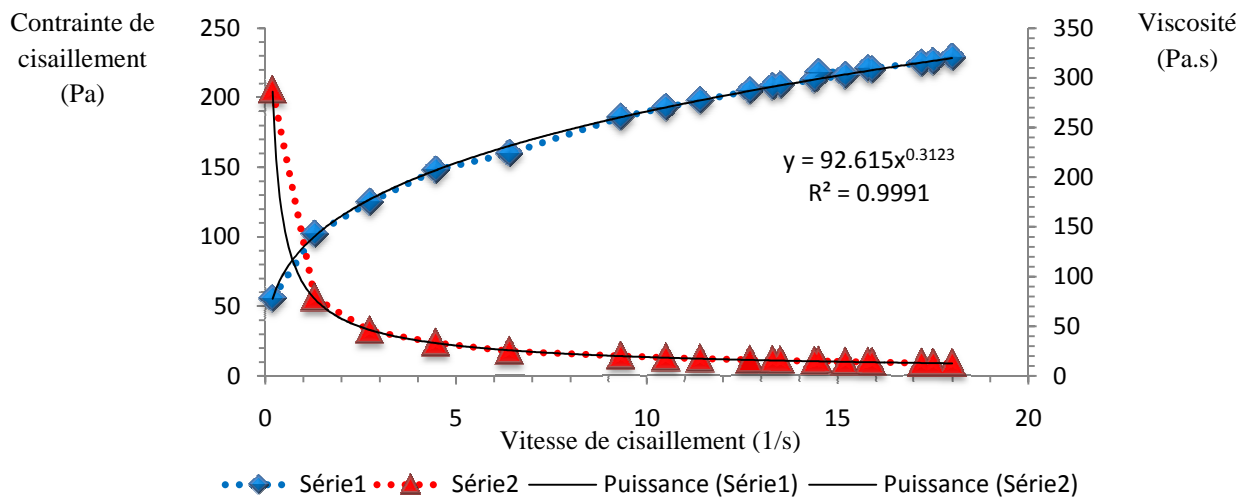
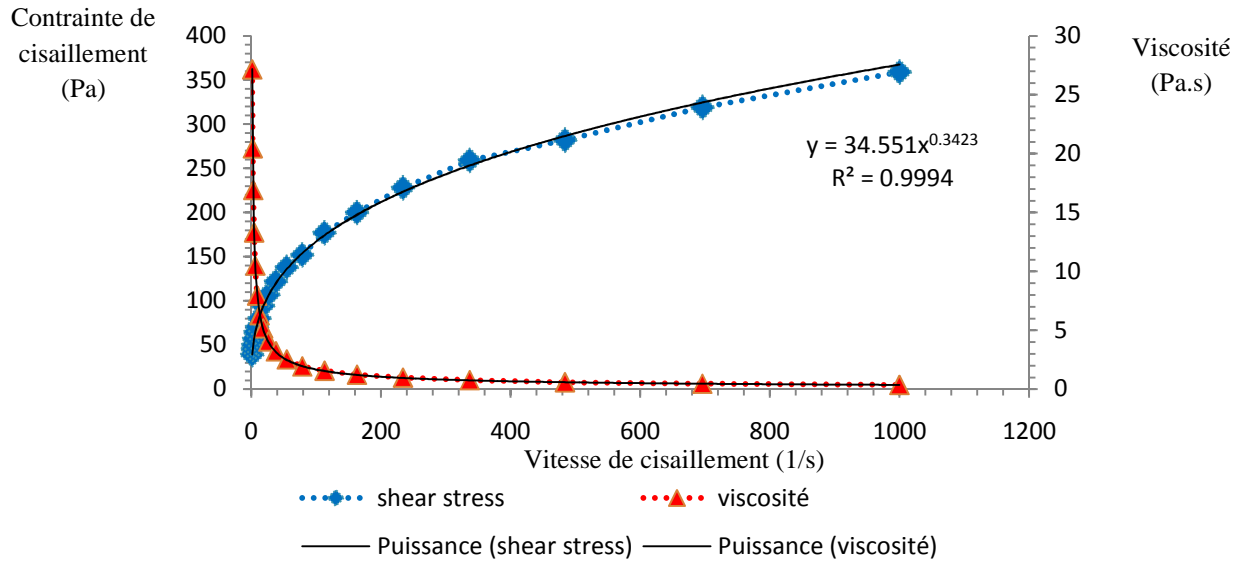
l'essai E2

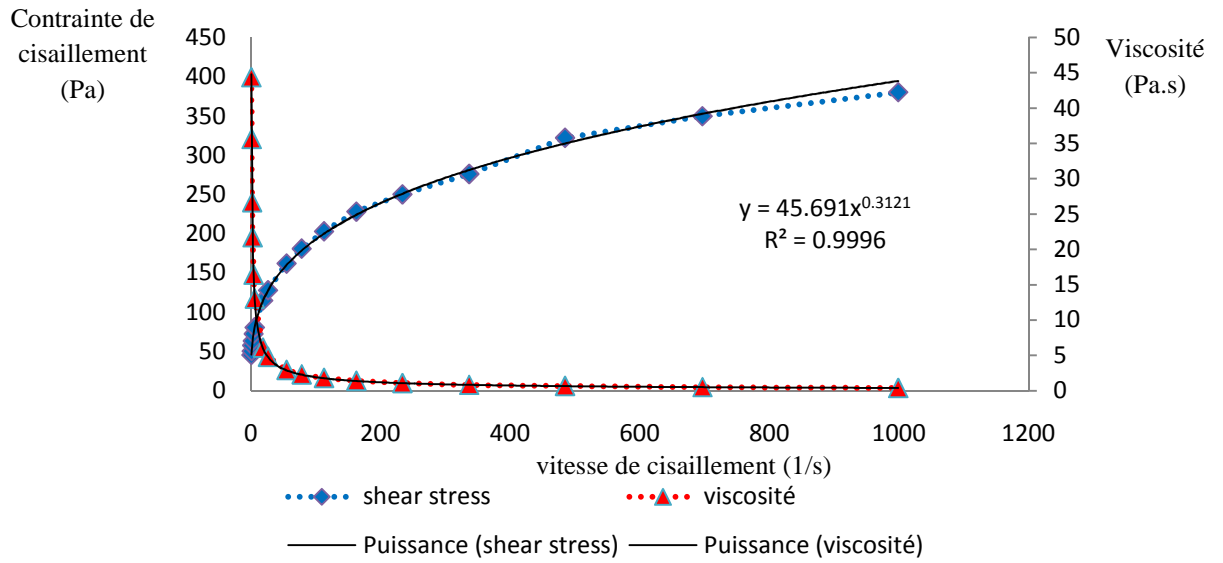


E3

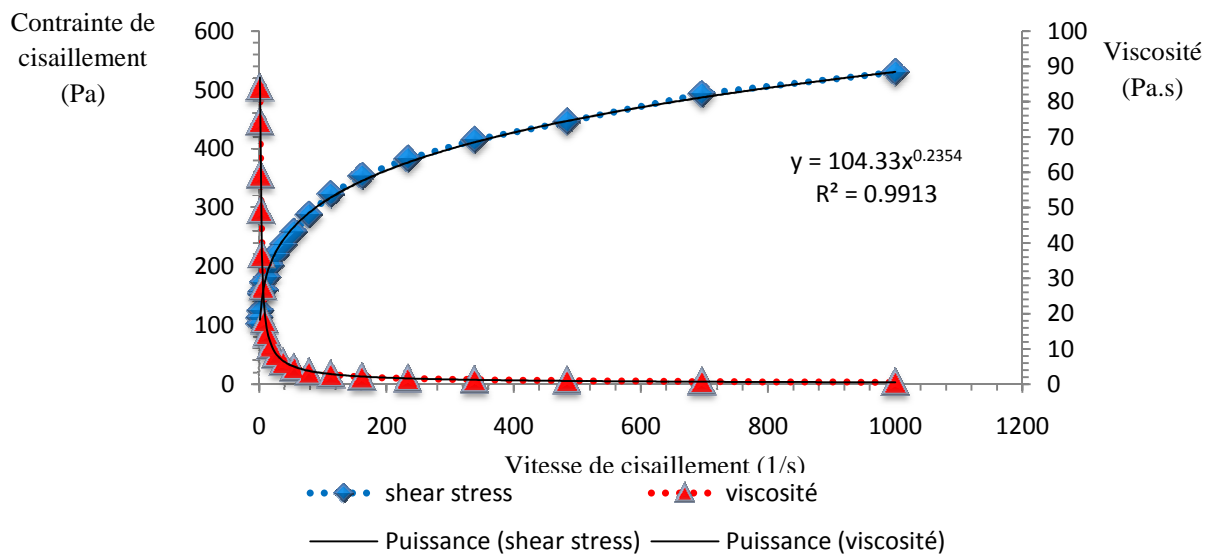


sai E4

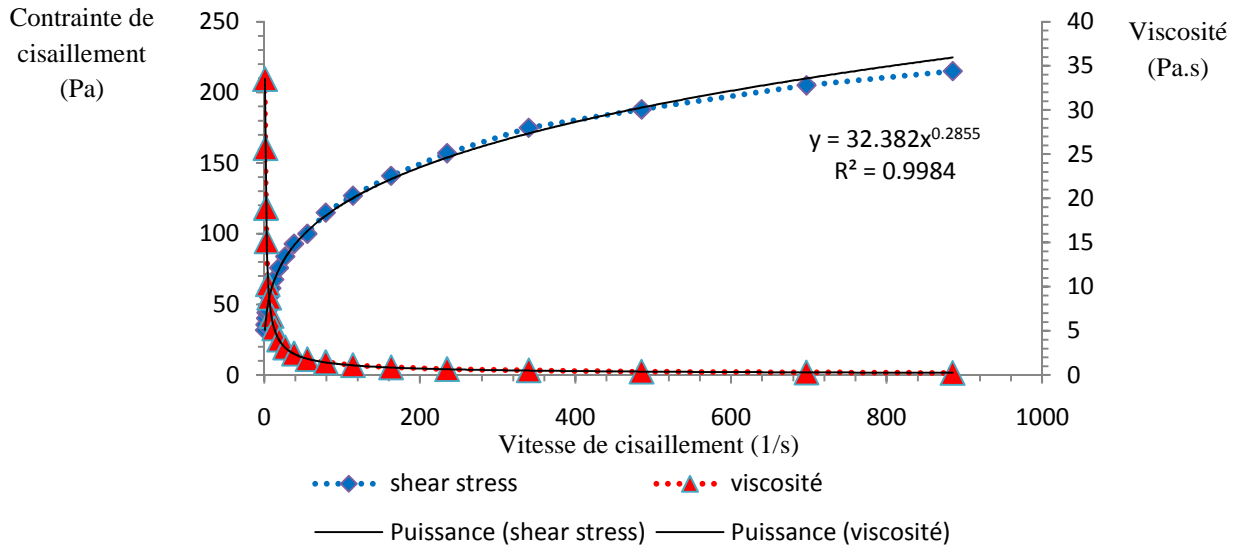




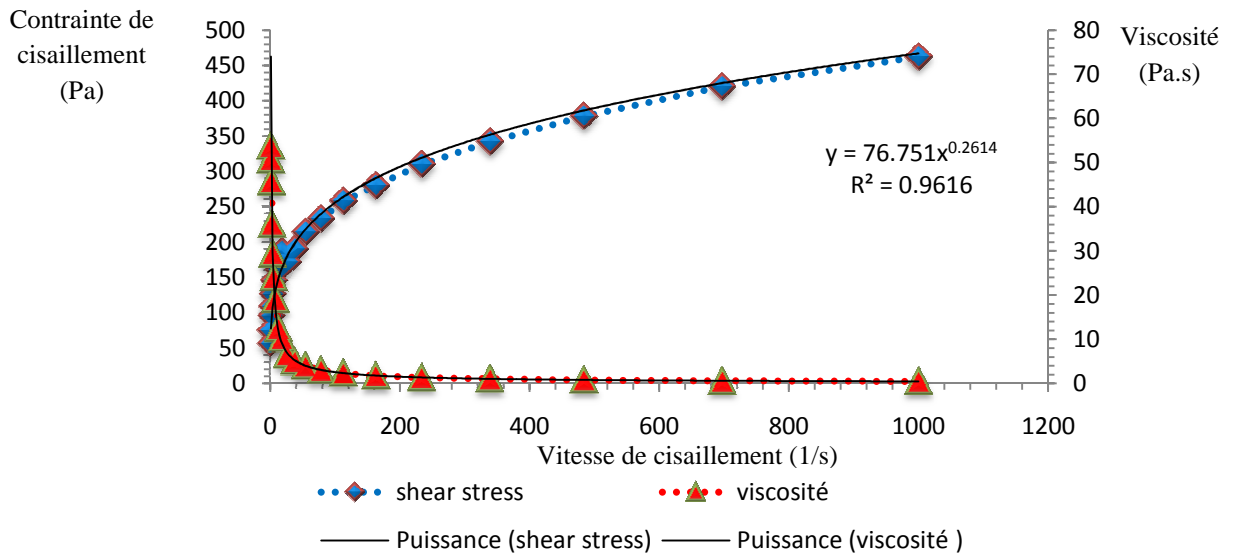
essai E7



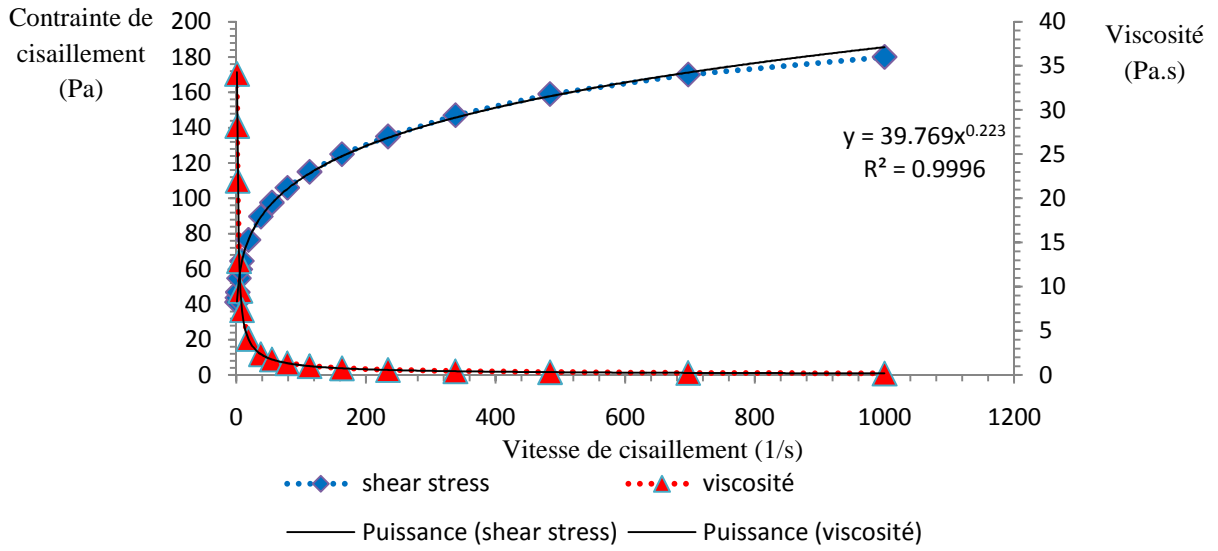
essai E8



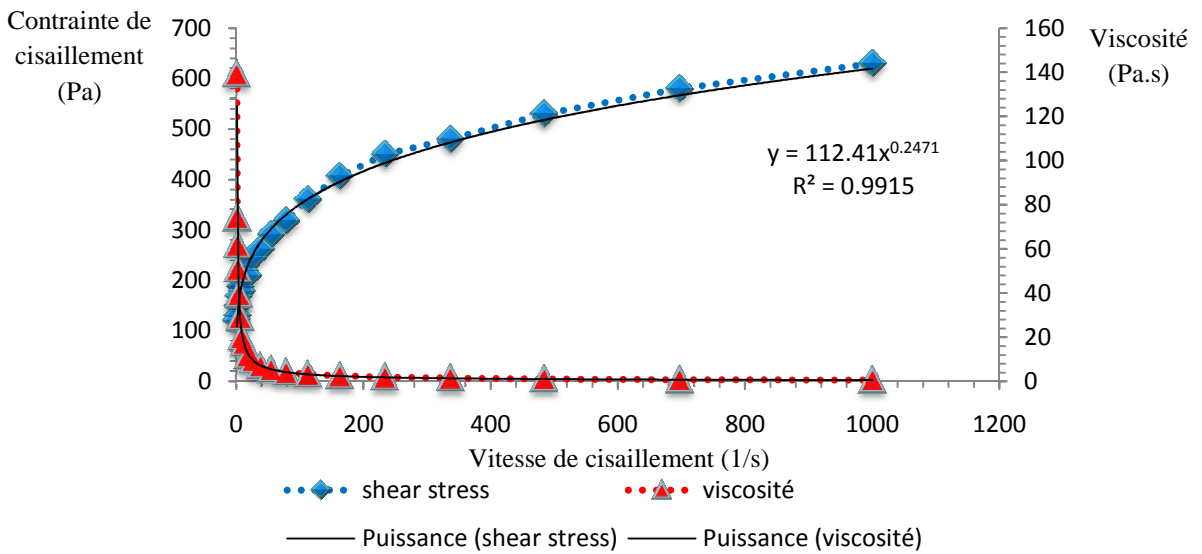
essai E9



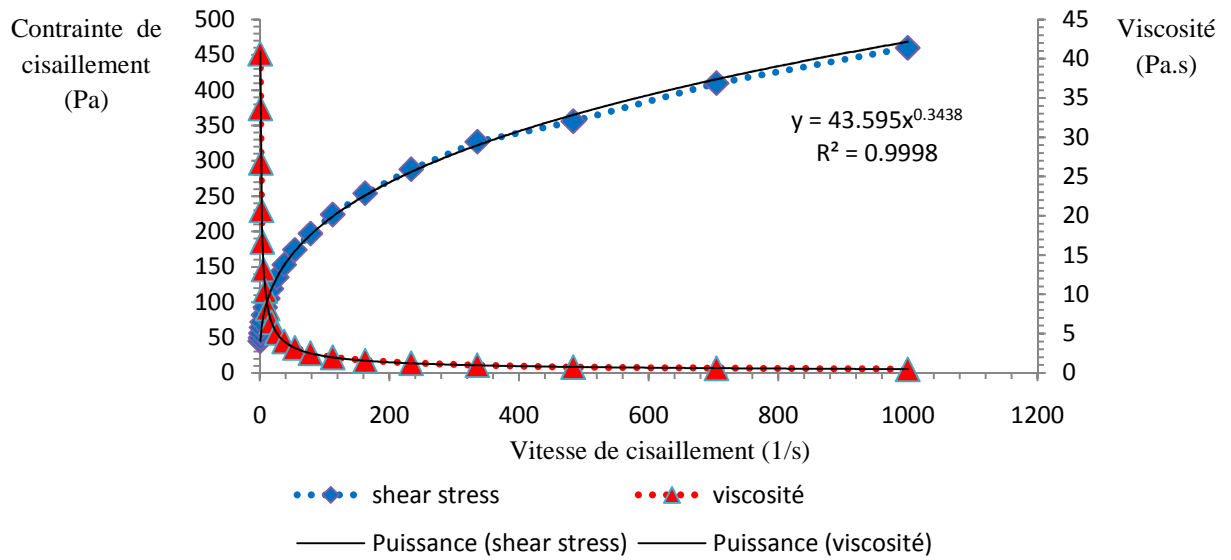
essai E10



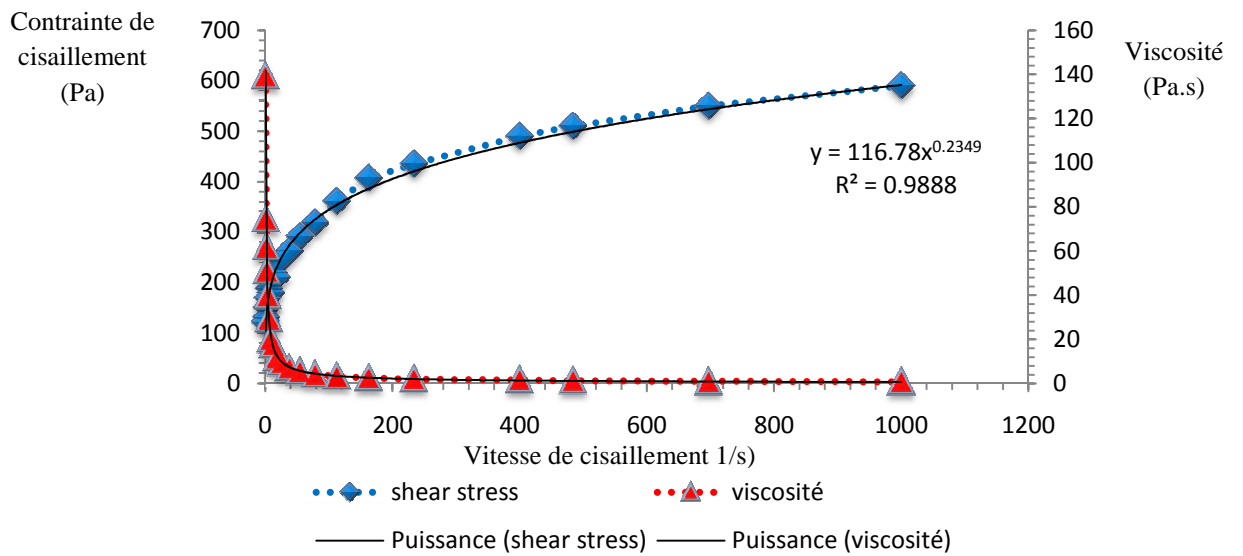
sai E11



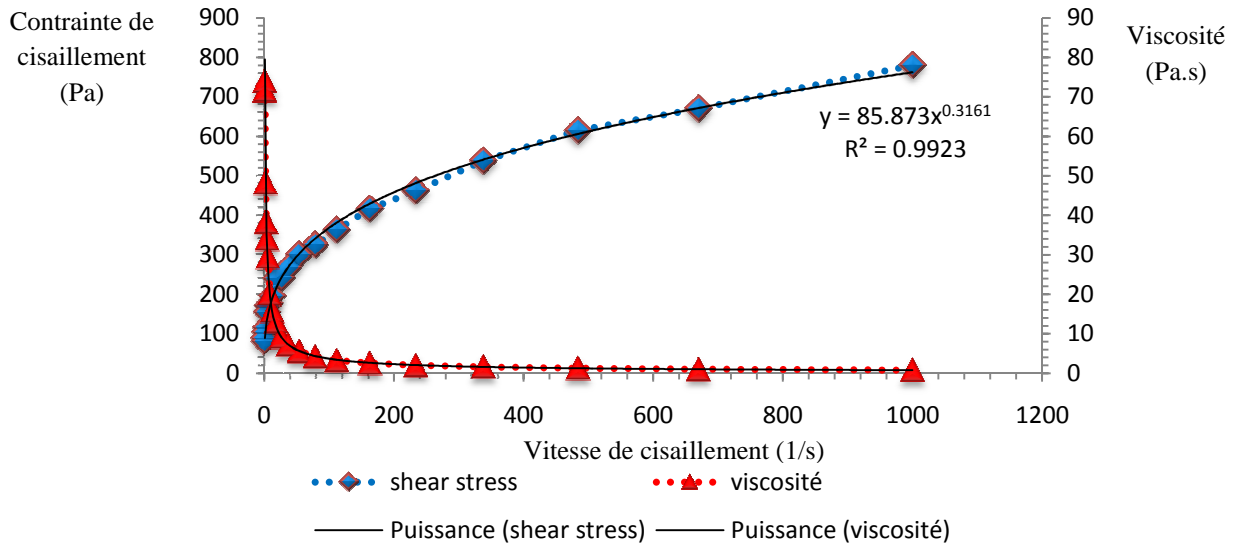
sai E12



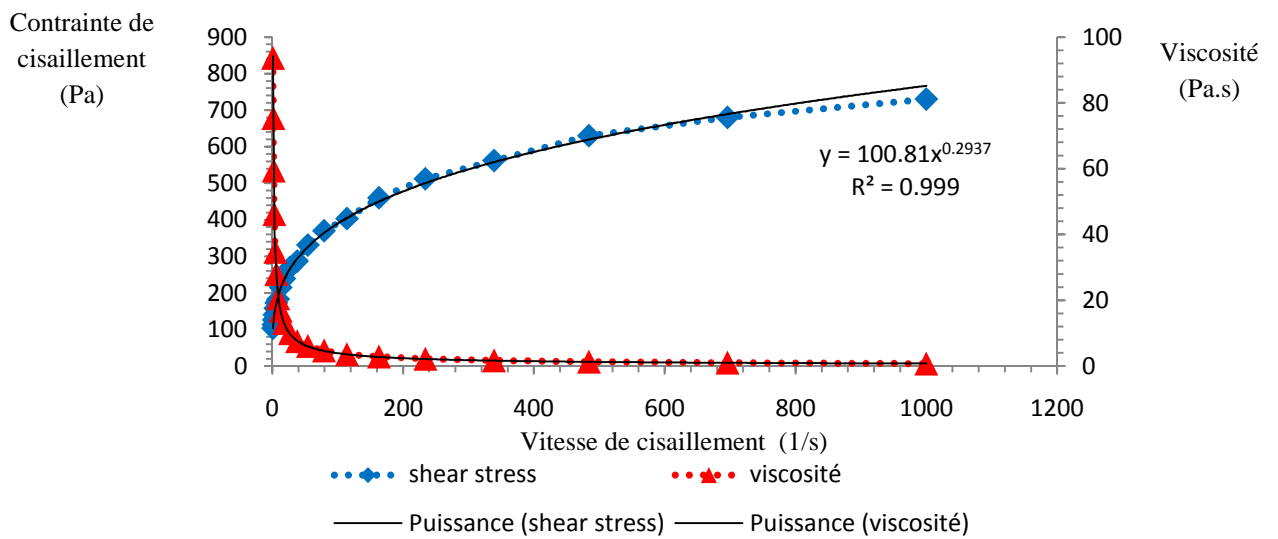
essai E13



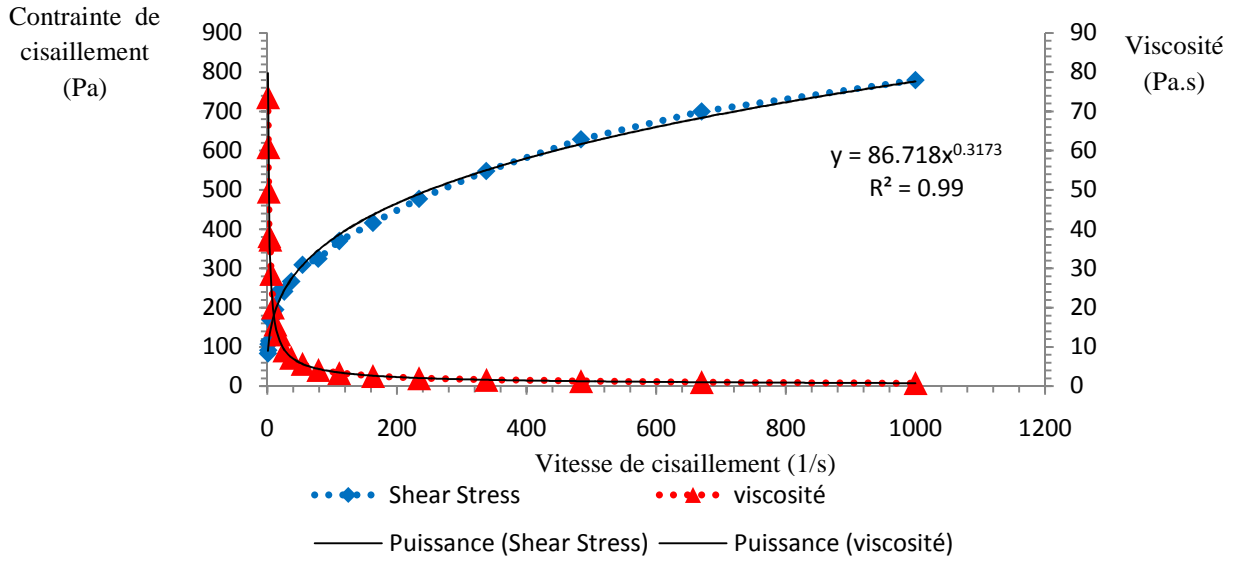
essai E14



315



316



5.20. Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E17

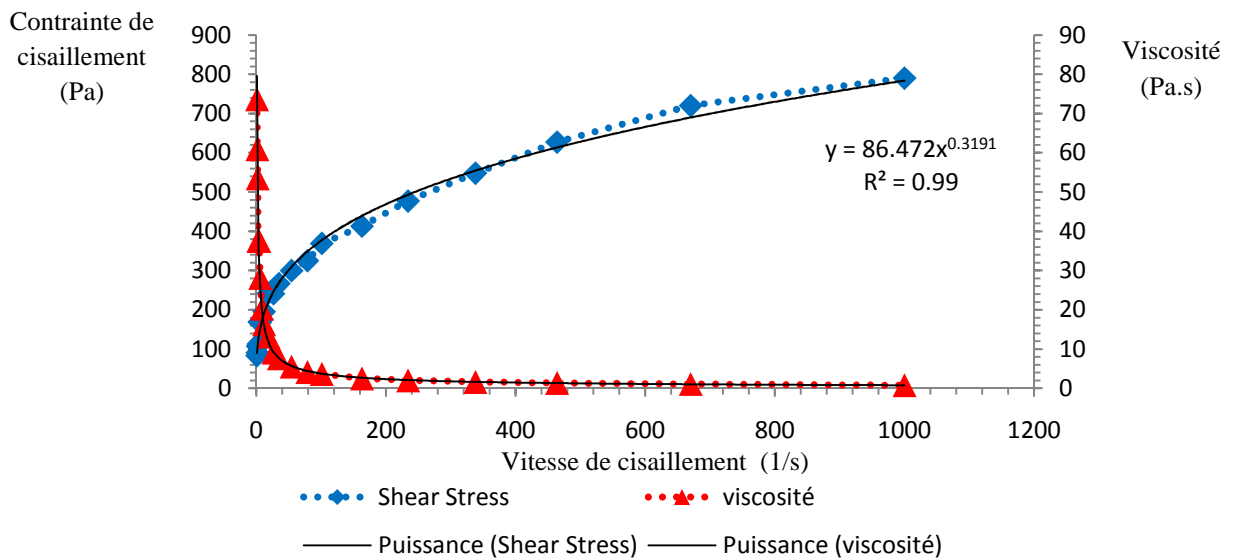


Fig.5.21. Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E18

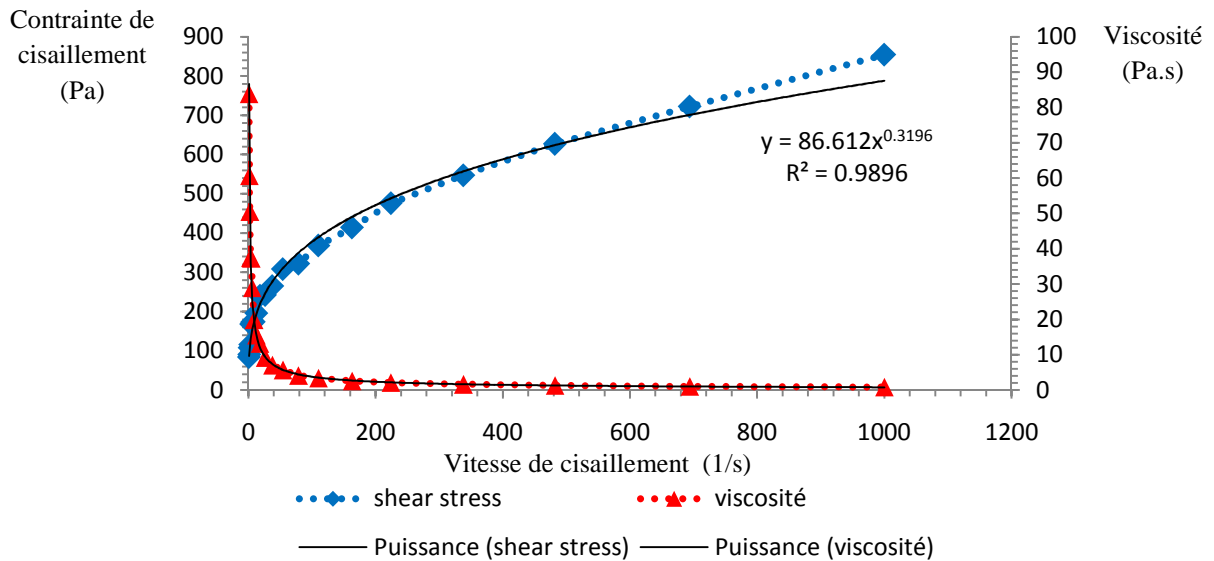


Fig.5.22. Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E19

D'après l'allure des courbes, on constate que les résultats sont en bon accord avec la théorie. En effet, on note que la viscosité diminue lorsque la vitesse de cisaillement augmente pour atteindre finalement une valeur minimale constante à la vitesse élevée. On peut déduire que la déformation commence dès que la contrainte est exercée. La courbe d'écoulement ainsi obtenue n'est pas linéaire. De plus, La contrainte de cisaillement n'est pas proportionnelle à la vitesse de cisaillement. Ce comportement est typiquement rhéofluidifiant. [73]

En ce qui concerne le modèle théorique d'ajustement proposé, on remarque que le coefficient de corrélation R^2 est très proche de 1 pour toutes les formulations (voir tableau.5.8), ceci nous conduit à dire que ce modèle est parfaitement adéquat. Quand à l'indice n appelé indice de comportement d'écoulement (flow behavior index), On peut noter que ces derniers varient dans un intervalle compris entre [0.23 et 0.32]. Les valeurs prélevées sont très proches les unes des autres, puisqu'il s'agit d'un produit de même nature (yaourt) à quelques différences près. Le comportement rhéofluidifiant du produit est confirmé ici également puisque tous les indices d'écoulement sont inférieurs à 1. [71]

Afin de comparer la viscosité des différents essais formulés, on introduit ainsi l'indice de consistance de chaque essai choisi en tant que réponse au niveau du plan d'expérience. Les résultats prélevés sont évoqués et discutés par la suite.

Tableau.5.8 : Paramètres rhéologiques de chaque essai formulé

Echantillon	Indice de consistance	Indice d'écoulement n	R²
E1	37.364	0.30089	0.9984
E2	57.368	0.2801	0.9982
E3	7.0188	0.2721	0.9972
E4	97.429	0.259	0.9579
E5	34.551	0.3423	0.9994
E6	92.615	0.3123	0.991
E7	45.691	0.3121	0.9996
E8	104.33	0.2394	0.9913
E9	32.382	0.2899	0.9984
E10	76.751	0.2614	0.9616
E11	39.769	0.223	0.9996
E12	112.41	0.2471	0.9915
E13	43.595	0.3438	0.9998
E14	116.78	0.2349	0.9888
E15	85.873	0.3161	0.9923
E16	100.81	0.2937	0.999
E17	86.718	0.3173	0.99
E18	86.472	0.3191	0.99
E19	86.612	0.3196	0.9896

5.2.3. Caractérisation sensorielle:

Les différentes formulations établies sont représentées ci-dessous:



Fig.5.23. Photographie représentant l'essai E1.



Fig.5.24. Photographie représentant l'essai E2



Fig.5.25. Photographie représentant l'essai E3



Fig.5.26. Photographie représentant l'essai E4



Fig.5.27. Photographie représentant l'essai E5



Fig.5.28. Photographie représentant l'essai E6



Fig.5.29. Photographie représentant l'essai E7



Fig.5.30. Photographie représentant l'essai E8



Fig.5.31. Photographie représentant l'essai E9



Fig.5.32. Photographie représentant l'essai E10



Fig.5.33. Photographie représentant l'essai E11



Fig.5.34. Photographie représentant l'essai E12



Fig.5.35. Photographie représentant l'essai E13



Fig.5.36. Photographie représentant l'essai E14



Fig.5.37. Photographie représentant l'essai E15



Fig.5.38. Photographie représentant l'essai E16



Fig.5.39. Photographie représentant l'essai E17



Fig.5.40. Photographie représentant l'essai E18



Fig.5.41. Photographie représentant l'essai E19

Les perceptions organoleptiques ont été évaluées sur un panel de 20 personnes et sont attribuées sous formes de notes (de 0 à 5). Le calcul des résultats se fait par la suite sous forme de moyennes obtenues pour chaque attribut. (voir tableau 5.9) Ces moyennes sont introduites en tant que réponse au niveau du plan d'expériences. On peut noter cependant au premier abord l'apparition de synérèse au niveau de l'essai 9, 10,11 et 12.

Tableau 5.9: Résultats de l'analyse sensorielle

Essais	Attributs de texture à la cuillère						Attributs de texture en bouche						Attributs de saveur
	Brillant	Granuleux	Epais	Collant	Astringent	Nappant	Onctueux	Granuleux	Epais	Sucré			
E1	3.4	0.05	3.15	0.8	1.3	3.75	4.55	0.05	3.1	2.95			
E2	2.2	0.9	3.95	3.95	0.6	2.65	3.9	0.05	4.3	3.05			
E3	1.15	0.8	0.05	0	0.1	0.95	0.1	0.1	0.05	2.9			
E4	0.9	3.9	4.4	4.9	1.15	1.8	2.85	0.4	3.8	2.8			
E5	3.15	0.25	2.95	0.8	1.1	3.75	4.05	0.05	3.1	2.95			
E6	1.15	2.75	4.3	4.15	0.6	2.55	4.1	0.25	4.1	3.1			
E7	0.1	3.85	2.85	3.1	0.95	0.95	1.9	3.2	2.85	2.8			
E8	0.85	2.8	4.95	4.95	0.9	2.85	2.75	0.65	4.9	3.1			
E9	0.1	5	1.9	1.85	2.9	0	0	5	0.95	2.9			
E10	0.1	5	0.05	1.9	2.85	0	0	5	0.9	2.95			
E11	1.85	2.9	3.15	3.1	0.2	1.85	1.9	2.7	2.2	2.9			
E12	0.75	2.7	5	5	1.1	1.6	2.55	1.15	4.1	3.05			
E13	3.2	0.9	2.95	0.8	1.1	3.7	3.55	1.6	3.05	2.9			
E14	2.2	3.8	4.9	4.3	0.75	2.6	2.55	3.35	4.7	3			
E15	2.1	4.15	4.8	4.85	0.85	0.3	0.1	4.85	4.75	2.85			
E16	0.9	4.8	4.85	4.9	0.85	3.65	3.45	4.7	4.8	2.85			
E17	1.15	3.15	3.8	4.1	0.9	2.65	2.7	2.65	3.75	2.95			
E18	1.15	3.15	3.8	4.1	0.9	2.65	2.7	2.65	3.75	2.95			
E19	1.15	3.15	3.8	4.1	0.9	2.65	2.7	2.65	3.75	2.95			

5.3. Sélection des réponses :

Les résultats des différentes réponses précédemment prélevées sont introduits au niveau du plan d'expériences. Une matrice de corrélation a été établie en vue d'évaluer le degré d'interaction entre les réponses (voir tableau 5.10). Celles possédant un coefficient de corrélation supérieur à 70% sont considérées comme étant dépendantes et sont éliminées de notre étude. En effet, ces réponses fluctuent autour d'une valeur moyenne. Elles n'expriment pas de ce fait une tendance par rapport à la variation des facteurs. On s'abstient quand à la modélisation de ces paramètres.

Selon les coefficients obtenus, on remarque que la **consistance** est fortement corrélée avec les attributs **épais en bouche**, **épais en cuillère** et **collant**. De ce fait, on tient compte d'un seul attribut qui est la consistance.

En ce qui concerne l'attribut **brillance**, on remarque que celui-ci interagit fortement avec l'attribut **granuleux en cuillère**. Ce qui nous mène à choisir le facteur le plus persistant des deux qui est l'attribut granuleux en cuillère. Cependant, on remarque que ce dernier attribut corréle fortement avec le descripteur granuleux en bouche. En procédant à la sélection de la réponse la plus influente, on a opté pour le deuxième attribut qui est une réponse décrivant la qualité intrinsèque du produit ne pouvant être atteinte en utilisant le premier descripteur.

De plus, on a remarqué que le coefficient de corrélation prélevé entre l'attribut Nappant et l'attribut onctueux est fortement élevé. Raison pour la quelle, on a procédé à l'élimination de la réponse la moins persistante des deux. Notre choix s'est porté sur le descripteur nappant.

Enfin, on a noté une corrélation plus ou moins élevée entre l'attribut épais en cuillère et le pH. Etant donné que le premier descripteur est précédemment éliminé de notre étude, on ne tiendra compte de ce fait que du pH. Cependant, la variation du pH varie entre 0.34 et 0.4. La fluctuation des facteurs n'a aucune influence sur cet écart très petit de pH. On s'abstient quand à l'étude de ce paramètre. Le tableau 5.11 résume et met en évidence les réponses retenues.

Tableau.5.10: Matrice de corrélation

	Attribut 1	Attribut 2	Attribut 3	Attribut 4	Attribut 5	Attribut 6	Attribut 7	Attribut 8	Attribut 9	Attribut 10	Attribut 11	Attribut 12
Attribut 1	1	-0.264	0.498	0.725	0.869	-0.040	0.121	0.152	0.183	0.748	0.253	0.617
Attribut 2	-0.264	1	-0.742	0.168	-0.359	-0.344	0.634	0.584	-0.427	0.227	-0.201	0.091
Attribut 3	0.498	-0.742	1	0.110	0.537	0.433	-0.558	-0.552	0.817	0.059	-0.139	0.277
Attribut 4	0.725	0.168	0.110	1	0.803	-0.390	0.445	0.508	-0.094	0.953	0.232	0.737
Attribut 5	0.869	-0.359	0.537	0.803	1	-0.219	0.0006	0.080	0.195	0.769	0.252	0.631
Attribut 6	-0.040	-0.344	0.433	-0.390	-0.219	1	-0.419	-0.353	0.477	-0.382	-0.125	-0.106
Attribut 7	0.121	0.634	-0.558	0.445	0.0006	-0.419	1	0.931	-0.494	0.515	0.087	0.287
Attribut 8	0.152	0.584	-0.552	0.508	0.080	-0.353	0.931	1	-0.574	0.565	0.257	0.358
Attribut 9	0.183	-0.427	0.817	-0.094	0.195	0.477	-0.494	-0.574	1	-0.099	-0.401	0.198
Attribut 10	0.748	0.227	0.059	0.953	0.769	-0.382	0.515	0.565	-0.099	1	0.276	0.718
Attribut 11	0.253	-0.201	-0.139	0.232	0.252	-0.125	0.087	0.257	-0.401	0.276	1	0.264
Attribut 12	0.617	0.091	0.277	0.737	0.631	-0.106	0.287	0.358	0.198	0.718	0.264	1

Attribut 1 : Consistance, Attribut 2: Brilliance, Attribut 3: Granuleux en cuillère, Attribut 4: épais en cuillère, Attribut 5: collant, Attribut 6:

Astringent, Attribut 7: Nappant, Attribut 8: Onctueux, Attribut 9: Granuleux en bouche, Attribut 10: épais en bouche, Attribut 11: sucré,

Attribut 12: pH.

Tableau.5.11: Représentation des réponses retenues au niveau du plan d'expériences.

Numéro d'essai	Réponses				
	Consistance	Sucré	Astringent	Onctueux	Granuleux en bouche
1	37.364	2.95	1.3	4.55	0.05
2	57.368	3.05	0.6	3.9	0.05
3	7.0188	2.9	0.1	0.1	0.1
4	97.429	2.8	1.15	2.85	0.4
5	34.551	2.95	1.1	4.05	0.05
6	92.615	3.1	0.6	4.1	0.25
7	45.691	2.8	0.95	1.9	3.2
8	104.33	3.1	0.9	2.75	0.65
9	32.382	2.9	2.9	0	5
10	76.751	2.95	2.85	0	5
11	39.769	2.9	0.2	1.9	2.7
12	112.41	3.05	1.1	2.55	1.15
13	43.595	2.9	1.1	3.55	1.6
14	116.78	3	0.75	2.55	3.35
15	85.873	2.85	0.85	0.1	4.85
16	100.81	2.85	0.85	3.45	4.7
17	86.718	2.95	0.9	2.7	2.65
18	86.472	2.95	0.9	2.7	2.65
19	86.612	2.95	0.9	2.7	2.65

5.4. Détermination des coefficients des modèles postulés :

Les coefficients inconnus des modèles ont été calculés pour chacune des réponses à l'aide de la régression PLS exécutée par le logiciel. Les modèles mathématiques obtenus peuvent s'écrire donc de la manière suivante :

$$\text{Goût sucré} = 2.78 + 0.02 x_1 + 0.03 x_2 - 0.002 x_3 + 0.008 x_4 - 0.02 x_5 + 0.002 x_6 - 0.02 x_7 - 0.01 x_8$$

$$\text{Onctuosité} = 2.84 + 0.48 x_1 + 0.01 x_2 + 0.22 x_3 + 0.44 x_4 - 0.06 x_5 + 0.32 x_6 - 0.44 x_7 - 0.23 x_8$$

$$\text{Granulosité} = 2.80 - 0.37 x_1 + 0.11 x_2 + 0.34 x_3 + 0.33 x_4 + 0.41 x_5 - 0.04 x_6 + 0.84 x_7 + 0.06 x_8$$

$$\text{Astringence} = 0.87 + 0.1 x_1 + 0.03 x_2 + 0.27 x_3 - 0.1 x_4 - 0.02 x_5 - 0.01 x_6 - 0.04 x_7 - 0.05 x_8$$

$$\text{Consistance} = 70.78 + 3.28 x_1 + 2.24 x_2 + 6.38 x_3 + 23.53 x_4 + 7.62 x_5 + 9.23 x_6 + 6.57 x_7 - 4.1 x_8$$

Où:

x_1 représente la teneur en poudre de lait à 26 % MG,

x_2 représente la teneur en poudre de lait à 0% MG,

x_3 représente la teneur en caséinates de sodium,

x_4 représente la teneur en amidon modifié,

x_5 représente la teneur en xanthane,

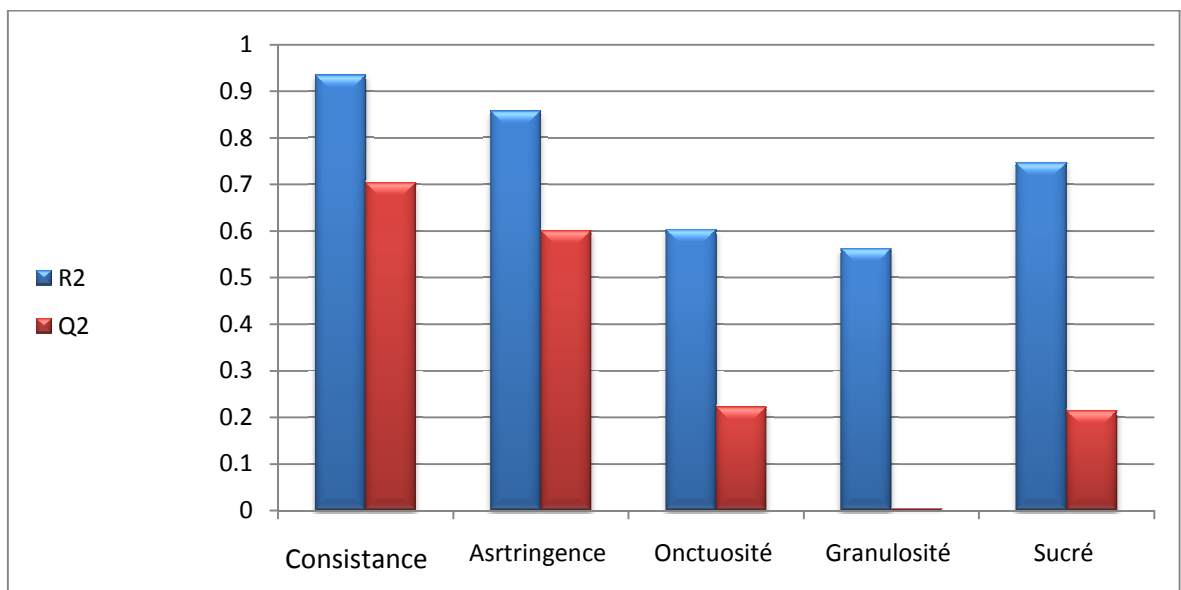
x_6 représente la teneur en pectines,

x_7 représente la teneur en carraghénanes,

x_8 représente la teneur en eau.

5.5. Qualité des modèles :

La qualité de l'ajustement ainsi que la qualité prédictive des modèles sont testées par leurs coefficients R^2 et Q^2 (voir figure 5.42)



coefficients

s

Selon les histogrammes obtenus, on remarque que pour le coefficient R^2 les valeurs sont supérieures à 56% ce qui est plus ou moins acceptable. Cependant le coefficient Q^2 présente des valeurs très faibles pour certaines réponses. En effet, on note une valeur de 0.2% pour la granulosité, et 20% pour l'onctuosité de même que pour le goût sucré. Ces résultats nous mènent à dire que le modèle utilisé n'est pas puissant. On procède tout de même à l'étude de l'effet des facteurs sur chacune des réponses étudiées.

5.6. Etude de l'effet des facteurs sur les réponses retenues:

L'étude de l'effet des différents facteurs sur les réponses retenues a donné les résultats suivants:

5.6.1. Effet sur la consistance:

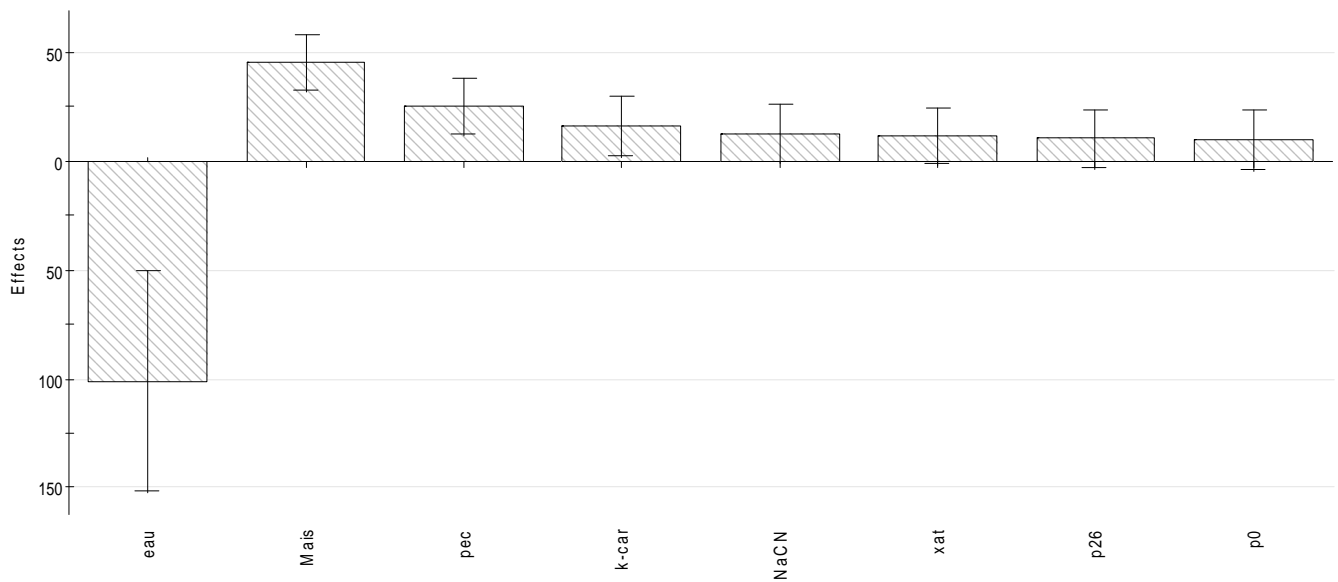


Fig. 5.43. Effet des différents facteurs sur la consistance

On remarque selon le graphique, que l'eau a un effet négatif sur la consistance, ceci peut s'expliquer par le phénomène de dilution. En effet, l'ajout d'eau de façon graduelle dilue le produit et le rend très liquide. De plus, on note que l'amidon et la pectine ont le plus d'influence sur la consistance comparés aux autres facteurs.

5.6.2. Effet sur l'onctuosité:

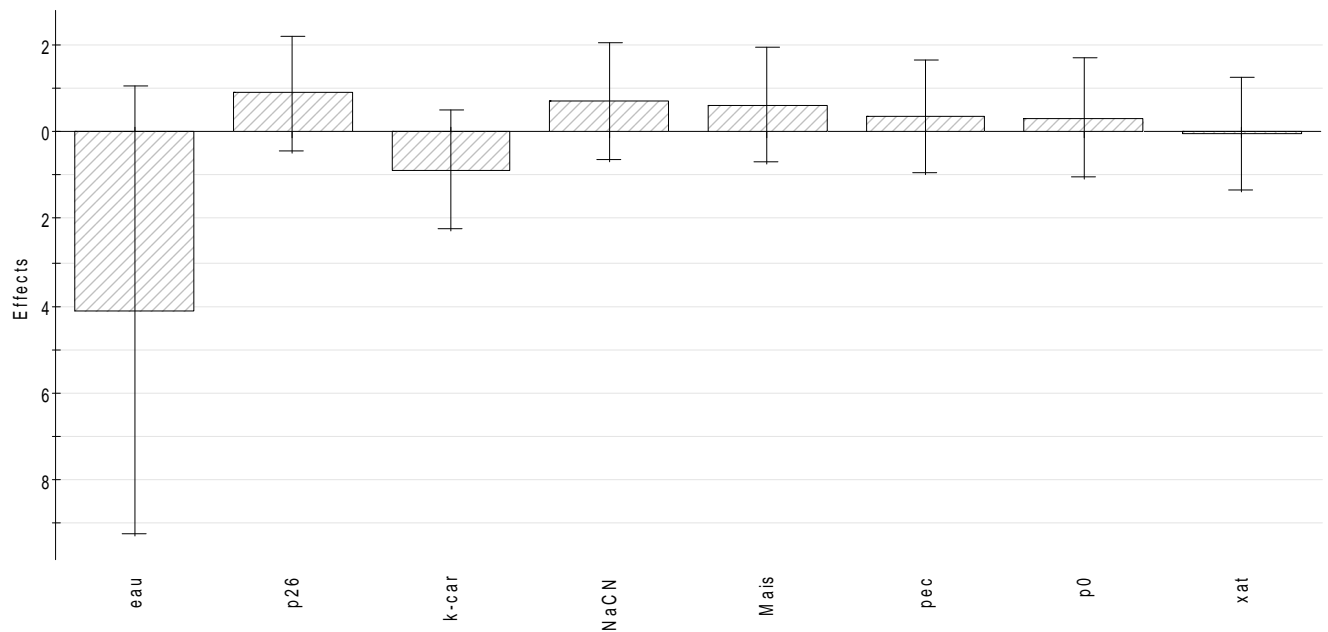


Fig. 5.44. Effet des différents facteurs sur l'onctuosité

Selon ce graphe on note que l'onctuosité est inversement proportionnelle au facteur eau. Le phénomène de dilution est également confirmé à ce niveau. De plus, on remarque que le carraghénane et le xanthane ont un effet négatif sur l'onctuosité. Quand aux autres facteurs, il apparait que la poudre de lait à 26% de matière grasse est le facteur le plus influent suivi du caséinate de sodium. La poudre de lait 0% de matière grasse vient en dernière position. L'effet très positif de la poudre de lait à 26% de matière grasse, peut s'expliquer par la présence de la matière grasse qui est considérée comme un ingrédient très indispensable dans la fabrication des crèmes. L'effet positif du caséinate sur l'onctuosité est confirmé par la théorie.

5.6.3. Effet sur la granulosité en bouche :

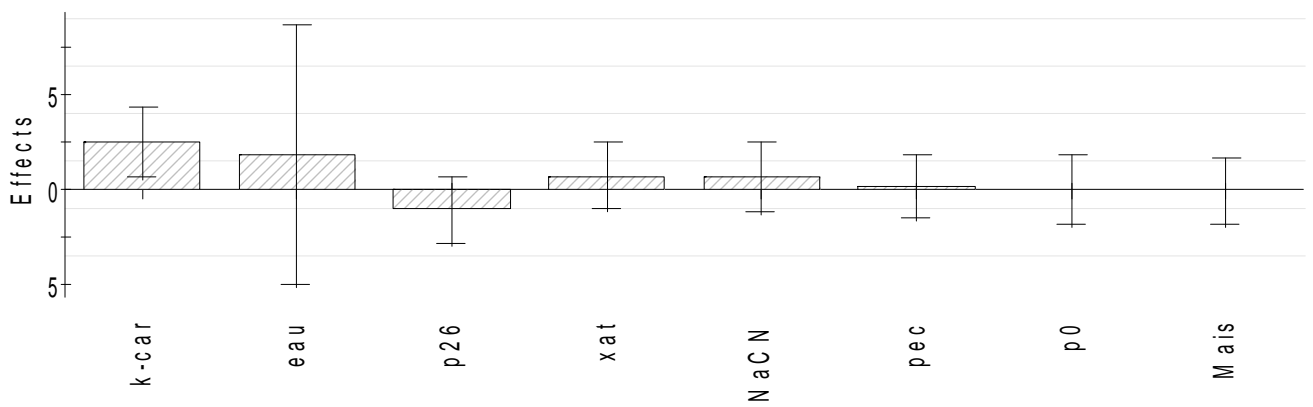


Fig. 5.45. Effet des différents facteurs sur la granulosité en bouche

Selon le graphique ci-dessus, on note que le carraghénane est le facteur le plus influent sur la réponse granulosité en bouche. Les autres facteurs ont une influence insignifiante et négligeable sur la réponse.

5.6.4. Effet sur l'astringence:

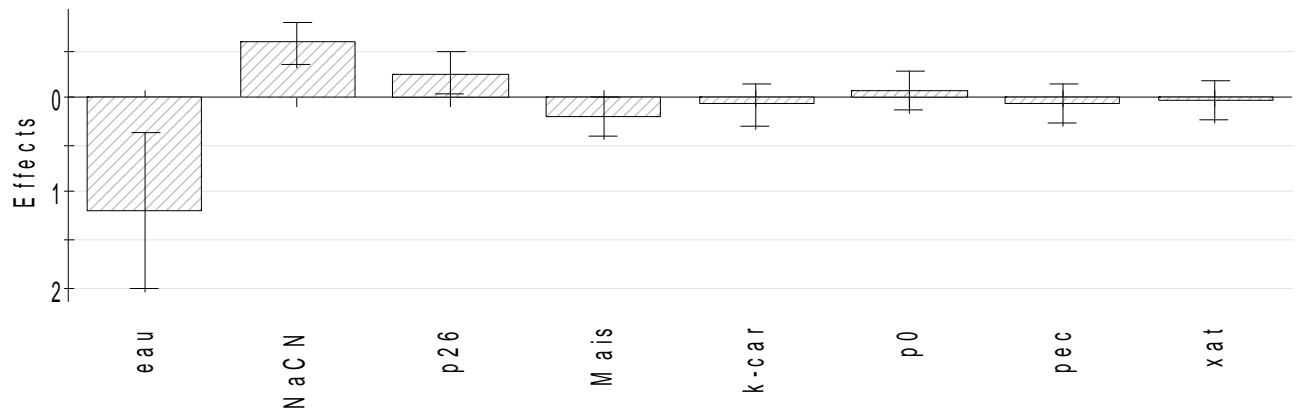


Fig. 5.46. Effet des différents facteurs sur l'astringence

On note suivant le graphe que le caséinate de sodium possède le plus d'influence sur l'astringence suivie ensuite de la poudre de lait 26% puis de la poudre de lait 0%. Les autres facteurs ont un effet négatif sur la réponse. On peut en déduire que le taux de protéines a une grande influence sur l'astringence du produit.

5.6.5. Effet sur le goût sucré:

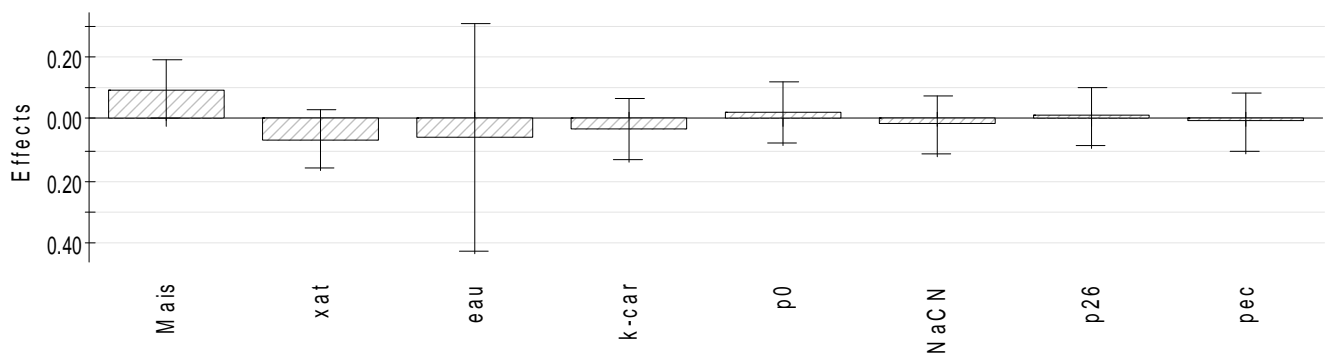


Fig. 5.47. Effet des différents facteurs sur le goût sucré

L'étude de l'effet des facteurs sur le goût sucré a montré que l'amidon a une influence positive sur le goût sucré comparé aux autres. Cependant on peut noter que l'intensité de l'effet n'est pas très importante.

Nous pouvons retenir en général que le carraghénane et le xanthane donnent de mauvais résultats que ça soit sur le plan aspect visuel ou sur le goût du produit. Ceci semblerait être la cause d'une mauvaise synergie qui s'est produite entre ces deux composants et les autres constituants du yaourt. Le pH acide du produit est probablement la cause principale de

cette mauvaise synergie. L'élimination de ces deux facteurs de la formulation semblerait être impérative vu les résultats prélevés.

De plus, nous avons constaté que la poudre de lait à 26% de matière grasse jouait un rôle important sur l'onctuosité du produit au même titre que les caséinates de sodium. Ceci peut s'expliquer par le taux de matière grasse présent dans cette poudre, élément très utilisé pour ses propriétés lubrifiantes dans la fabrication des crèmes. En ce qui concerne la poudre de lait à 0%, on a constaté qu'elle n'a presque pas d'effet sur les réponses étudiées. Ceci nous a poussé à éliminer ce facteur pour n'utiliser que la poudre de lait à 26% de matière grasse.

Enfin nous avons prélevé que l'utilisation de l'amidon et/ou de la pectine ont des effets plus ou moins appréciables sur la formule. Leur utilisation à des concentrations adéquates donne lieu à des formules homogènes traduisant la bonne synergie avec les composants du mélange. Il s'agit bien d'agents épaississants de choix pour le yaourt.

Concernant le modèle utilisé, nous pouvons déduire qu'il s'agit d'un modèle linéaire qui n'est pas puissant puisque il ne tient pas compte des interactions. Bien que son utilisation permet de réaliser peu d'expériences avec beaucoup de facteurs. Cependant les informations prélevées ne peuvent être précises. Le principal objectif de l'utilisation de ce modèle étant de hiérarchiser seulement les facteurs influents sur les réponses étudiées. De ce fait, un deuxième plan d'expériences s'impose en vu d'optimiser notre formule.

CHAPITRE 6: PLAN D'EXPERIENCES II

6.1. Objectif de l'étude:

Après avoir éliminé les facteurs qui ont une mauvaise influence sur le mélange étudié, on cherche à ce stade du travail à optimiser la formule. La stratégie adoptée sera donc celle de l'optimisation des réponses engendrant ainsi l'utilisation de la méthodologie des surfaces de réponses (MSR).

6.2. Facteurs retenus :

Les facteurs retenus dans cette partie sont donc : l'eau, les caséinates de sodium, l'amidon, la poudre de lait à 26% de MG, la pectine, ferment lactique et enfin le sucre. Les niveaux de ces facteurs sont précisés au niveau du tableau 6.1. Il est à noter que la teneur en poudre de lait à 26% de matière grasse est fixée à une valeur maximale, étant donné que cet ingrédient a eu un effet très appréciable sur l'onctuosité.

Tableau 6.1: Représentant les Facteurs retenus et leurs niveaux

Quantité Facteurs	Minimum	Maximum
Eau	60%	80%
Sucre	10%	10%
Caséinates de sodium	0.5%	5%
Amidon	0%	3%
Pectine	0%	0.2%
Ferment	0.06%	0.06%
Poudre de lait 26% MG	13%	13%

6.3. Modèle et plan adopté :

L'objectif étudié renvoi à l'utilisation d'un modèle polynomial non linéaire. Le modèle mathématique adopté dans ce cas est celui du second degré. Il s'agit d'un modèle à 4 facteurs qui sont: l'eau, l'amidon, les caséinates de sodium et la pectine. On ne tient compte en fait que des facteurs qui varient dans le plan de mélange. Ce modèle est représenté par la formule suivante:

$$Y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3 + a_4 x_4 + a_5 x_1 x_2 + a_6 x_1 x_3 + a_7 x_1 x_4 + a_8 x_2 x_3 + a_9 x_2 x_4 + a_{10} x_3 x_4 + a_{11} x_1^2 + a_{12} x_2^2 + a_{13} x_3^2 + a_{14} x_4^2 .$$

Où:

Y : est désigné come étant la réponse.

x_1, x_2, x_3, x_4 : sont les teneurs respectives des quatre facteurs : eau, amidon, pectine, caséinates de sodium.

$a_0, a_1, a_2, a_3, a_4, a_5, a_6, a_7, a_8, a_9, a_{10}, a_{11}, a_{12}, a_{13}, a_{14}$ représentent des coefficients constants et inconnus.

En ce qui concerne le plan adopté, le choix s'est porté sur le plan D-optimal. Il s'agit du même plan que celui utilisé dans la première partie.

6.4. Construction du plan d'expériences et réalisation des essais :

L'utilisation du plan D-optimal a permis de réduire le nombre d'essais à formuler et cela en passant de 39 essais à 19 seulement. (voir la matrice d'expériences) La formulation des différents essais est effectuée de la même manière que celle établie dans le premier plan.

Tableau 6.2: les différentes formules du plan d'expériences

Numéro d'expérience	Ordre d'élaboration	Eau	Ferment	Sucre	Pectine	Amidon	Caséinate	Poudre 26 %
1	17	0.7644	0.0006	0.1	0	0	0.005	0.13
2	14	0.6874	0.0006	0.1	0.002	0.03	0.05	0.13
3	8	0.7624	0.0006	0.1	0.002	0	0.005	0.13
4	4	0.7324	0.0006	0.1	0.002	0.03	0.005	0.13
5	2	0.7194	0.0006	0.1	0	0	0.05	0.13
6	1	0.7174	0.0006	0.1	0.002	0	0.05	0.13
7	5	0.6894	0.0006	0.1	0	0.03	0.05	0.13
8	16	0.7194	0.0006	0.1	0	0.03	0.02	0.13
9	3	0.7044	0.0006	0.1	0	0.03	0.035	0.13
10	13	0.7544	0.0006	0.1	0	0.01	0.005	0.13
11	15	0.7444	0.0006	0.1	0	0.02	0.005	0.13
12	9	0.733733	0.0006	0.1	0.000666667	0.03	0.005	0.13
13	19	0.733067	0.0006	0.1	0.001333333	0.03	0.005	0.13
14	12	0.7409	0.0006	0.1	0.001	0	0.0275	0.13
15	6	0.7249	0.0006	0.1	0.002	0.015	0.0275	0.13
16	18	0.7034	0.0006	0.1	0.001	0.015	0.05	0.13
17	7	0.7259	0.0006	0.1	0.001	0.015	0.0275	0.13
18	10	0.7259	0.0006	0.1	0.001	0.015	0.0275	0.13
19	11	0.7259	0.0006	0.1	0.001	0.015	0.0275	0.13

6.5. Méthodes d'analyses pour la caractérisation des différentes formules:

Des analyses physicochimiques, microbiologiques et sensorielles ont été effectuées sur les différentes formules établies et cela en vue de sélectionner les réponses les plus influentes sur l'objectif postulé.

a) Caractérisation physicochimique et sensorielle:

Les différentes analyses établies sont :

- Analyse sensorielle
- Analyse de la variation du pH.
- Analyse rhéologique.
- Détermination de l'extrait sec.
- Détermination de l'acidité titrable.
- Détermination de la teneur en matière grasse.
- Détermination de la teneur en protéine.
- Détermination de la teneur en caséines.
- Détermination de la teneur en minéraux.

Il est à noter que les trois premières déterminations sont effectuées de la même manière que celles établies dans le chapitre 5. De ce fait, nous ne traiterons ici que leurs résultats obtenus.

- Détermination de l'extrait sec: [119]

- *Mode opératoire :*

- Peser dans une capsule environ 5g de l'échantillon.
- Mélanger soigneusement la prise d'essai.
- Placer la capsule dans une étuve réglée à une température d'environ 102 ± 2 et cela pendant 3 heures.
- Laisser refroidir dans le dessiccateur et peser.
- Répéter cette technique de séchage pendant des périodes de 1 heure jusqu'à masse constante (écart ne dépassant pas 2 mg)

- *Mode de calcul:*

La matière sèche, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule :

$$\text{Extrait sec} = (M - m) \frac{100}{E}$$

Dans la quelle :

- M : représente la masse finale constante en grammes de la capsule et de son contenu.
- m : représente la masse en gramme de la capsule et de son contenu vide.
- E : représente la masse en grammes de la prise d'essai.

- Détermination de l'acidité titrable: [120]

La détermination de l'acidité par la méthode habituellement utilisée pour le lait peut être difficile à réaliser, la coloration des yaourts aromatisés masquant le virage de la phénolphthaléine employée comme indicateur. Il est avantageux dans ce cas d'utiliser un pH mètre.

- *Mode opératoire:*

- Dans un bécher, peser à 3mg près, environ 10 g de l'échantillon.
- Ajouter quelques gouttes de phénolphthaléine.
- Titrer par la solution d'hydroxyde de sodium à 0.1 N placée dans une burette.
- La coloration rose qui apparait doit persister pendant une dizaine de secondes.
- Dans le cas des yaourts aromatisés, utiliser le pH mètre et arrêter le dosage à pH 8.3.

- *Mode de calcul :*

1 ml de cette solution correspond à 0.01 g d'acide lactique. L'acidité exprimée en grammes d'acide lactique pour 100 g d'échantillon est donnée par la formule suivante:

$$\text{Acidité} = 0.01 \times V \times \frac{100}{E}$$

Dans laquelle:

- V: représente le volume en millilitres de la solution d'hydroxyde de sodium 0.1N nécessaire.
- E: représente la masse en grammes de la prise d'essai

La valeur obtenue est multipliée par 0.9 (facteur de conversion de l'acide lactique).

- Détermination de la teneur en matière grasse : méthode de Gerber [121]

- *Principe* :

Séparation de la matière grasse de l'échantillon dilué, par centrifugation dans un butyromètre après attaque des éléments du lait, matière grasse exceptée, par l'acide sulfurique. La séparation de la matière grasse par l'addition d'une petite quantité d'alcool isoamylique.

- *Mode opératoire* :

- Dans une fiole jaugée, peser environ 50 g de l'échantillon. Compléter à 100 ml à l'aide d'eau distillée. Agiter afin de rendre la solution aussi homogène que possible.
- Introduire dans le butyromètre 10 ml d'acide sulfurique en évitant de mouiller le col. Ajouter avec la pipette 11ml de la solution obtenue en plaçant la pointe de la pipette en contact avec la base du col du butyromètre et en évitant un mélange prématuré du yaourt avec l'acide. Verser à la surface du lait 1 ml d'alcool isoamylique, en ayant soin de ne pas mélanger les liquides ni de mouiller le col du butyromètre. Boucher le butyromètre.
- Procéder à l'agitation jusqu'à ce que la caséine, qui coagule dès que le yaourt est mélangé à l'acide, soit entièrement dissoute. Remettre alors le butyromètre dans la position qu'il occupait avant l'agitation et attendre que le mélange ait complètement rempli l'ampoule terminale; aussitôt après, procéder au retournement et attendre que cette ampoule terminale se soit entièrement vidée; procéder deux autres fois à ces alternances de remplissage et de vidage de l'ampoule. Grâce à ces six retournements successifs du butyromètre, l'agitation est suffisante et le mélange homogène.
- Procéder ensuite à la centrifugation, aussitôt après l'agitation précédente, sans laisser refroidir le butyromètre. La durée effective de cette centrifugation doit être de 5 minutes.
- Ensuite plonger le butyromètre verticalement, bouchon en bas, dans un bain d'eau et l'y laisser cinq minutes avant de procéder à la lecture. Le niveau de l'eau doit recouvrir l'ampoule terminale du butyromètre. La lecture doit être effectuée rapidement (en moins de dix secondes)

- *Mode de calcul:*

La teneur en matière grasse du produit examiné, exprimée en pourcentage en masse est donnée par la formule :

$$\text{Teneur en MG} = (n' - n) \frac{100}{M}$$

Dans laquelle :

- n': représente la valeur atteinte par le niveau supérieur de la colonne grasse.
- n: représente la valeur atteinte par le niveau inférieur de la colonne grasse.
- M: la prise d'essai en grammes du produit.

- Détermination de la teneur en protéines : "*Méthode de Kjeldahl*": [122]

- *Principe:*

Le principe de la méthode est basé sur la transformation de l'azote organique en sulfate d'ammonium sous l'action de l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur, et dosé après déplacement en milieu alcalin et distillation sous forme d'ammonium.

- *Minéralisation:*

- Introduire dans un matras de minéralisation propre et sec 15 g de sulfate de potassium, 1 ml de solution de sulfate de cuivre, environ 5ml de l'échantillon et 25 ml d'acide sulfurique pur.
- Appliquer un chauffage progressif : d'abord une attaque à froid pendant 15 min jusqu'à l'apparition de vapeur blanche d'anhydride sulfurique, puis le chauffage est rendu plus énergique, attaque à chaud pendant 4 à 5 heures;
- Quand la solution devient limpide, elle est refroidie et complétée à 100 ml avec de l'eau distillée;

- *Distillation*

- La distillation se fait dans un distillateur automatique où l'ajout de 20 ml de NaOH à 35% dans le matras et 25% d'acide borique dans une fiole de 250 ml est réalisé ;

- Le dégagement d'ammoniac est récupéré dans une solution d'acide borique contenant l'indicateur coloré (mélange de bleu de méthylène et rouge de méthyl).
- Le débit de distillation doit permettre de recueillir environ 150 ml de distillat.

- *Titration:*

Titrer le contenu de la fiole conique avec l'acide chlorhydrique 0.1N à l'aide d'une burette.

Le point final de titrage est atteint à la première trace de rose dans le contenu.

- *Mode de calcul:*

La teneur en azote total est déterminée par la formule suivante:

$$W = \frac{1.4007 \times (V_s - V_b) \times M_r}{m}$$

Où:

- W_N : la teneur en azote de l'échantillon, exprimé sous forme de pourcentage en masse
- V_s : Valeur numérique du volume en millilitres de l'acide chlorhydrique utilisé dans la détermination.
- V_b : Valeur numérique du volume en millilitre de l'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai à blanc.
- M_r : Valeur numérique de la molarité exacte de l'acide chlorhydrique.
- m : Valeur numérique en grammes de la masse de la prise d'essai.

La teneur en protéines est calculée de la manière suivante :

$$\text{La teneur en protéines} = W_N \times 6.38$$

- Détermination de la teneur en caséines : [123]

- *Mode opératoire:*

- Déterminer la teneur totale en azote (AT) de l'échantillon en utilisant la méthode Kjeldahl
- A l'aide d'une pipette, prélever 10 ml de l'échantillon et les introduire dans un ballon jaugé de 100 ml. A l'aide d'une éprouvette graduée, ajouter 75 ml d'eau à 40°C puis 1 ml de la solution d'acide acétique. Mélanger doucement le contenu du ballon et attendre 10 minutes.
- A l'aide d'une pipette, ajouter 1 ml de la solution d'acétate de sodium. Mélanger de nouveau.
- Laisser refroidir le contenu du ballon à environ 20°C compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger en renversant lentement le ballon.
- Lorsque le précipité caséine/ matière grasse s'est déposé, filtrer sur un filtre sec et recueillir le filtrat dans un récipient sec.
- Déterminer la teneur en azote du filtrat limpide (azote non caséinique, ANC) sur 50 ml, en utilisant la méthode Kjeldahl .

- *Mode de calcul:*

Calculer le pourcentage en poids de AT dans l'échantillon et de ANC dans le sérum limpide; corriger le chiffre obtenu pour ANC en fonction du volume du précipité en multipliant la valeur obtenue par 0.994. Calculer la teneur en caséine au moyen de la formule :

$$\text{Teneur en caséine \%} = 6.38 (AT - ANC)$$

- Détermination de la teneur en minéraux : [124]

Les minéraux que l'on cherche à quantifier sont : le sodium, le calcium, le potassium et enfin le phosphore. Le mode opératoire est détaillé ci-après:

- *Minéralisation par voie humide:*

Peser dans un creuset 2 à 10 g de l'échantillon, ajouter 4 ml d'acide sulfurique et laisser reposer pendant quelques minutes. Ajouter 2 ml d'acide nitrique. Au bout de peu de temps le contenu devient noir.

- *Incinération ou calcination:*

L'échantillon est introduit ensuite dans un four à moufle réglé à 500 ± 25 °C jusqu'à obtention de cendres blanchâtres de poids constant (environ 5 heures).

- *Dosage et préparation des solutions étalons :*

Les cendres obtenues sont mises en solution dans 10 ml l'acide chlorhydrique. Porter le creuset dix minutes au bain d'eau bouillante jusqu'à dissolution complète des cendres. Verser le contenu du creuset dans une fiole de 100 ml et ajuster avec de l'eau distillée. La préparation des solutions étalons s'effectue de la manière suivante :

- *Solution étalon de sodium:*

Dissoudre dans de l'eau 2.542 g de chlorure de sodium et compléter à 1000 ml. 1 ml contient 1 mg de sodium.

- *Solution étalon de calcium:*

Dissoudre 2.497 g de carbonate de calcium dans la quantité nécessaire d'acide chlorhydrique, puis compléter à 1000 ml avec de l'eau. 1 ml contient 1 mg de calcium.

- *Solution étalon de potassium:*

Dissoudre dans de l'eau 3.814 g de chlorure de potassium et compléter à 1000 ml. 1 ml contient 2 mg de potassium.

- *Solution étalon de phosphore:*

Dissoudre dans de l'eau 4.263 g de monohydrogénophosphate d'ammonium $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ et compléter à 1000 ml. 1 ml contient 1 mg de phosphore.

Préparer à partir de ces solutions mères une série de 3 ou 4 dilutions. Faire passer ces solutions ainsi que les échantillons dosés dans le Spectrophotomètre d'Absorption Atomique. La concentration des éléments minéraux est déduite de la mesure de l'absorption de la lumière par les atomes de l'élément resté à l'état fondamental lorsqu'ils sont éclairés par une source lumineuse convenable. La mesure de l'intensité lumineuse est faite à une longueur d'onde spécifique de l'élément à doser. On note ainsi l'absorbance à une longueur d'onde de

- 589 nm pour le sodium;
- 766 nm pour le potassium;
- 700 nm pour le phosphore;
- 580 nm pour le calcium.

b) Analyse microbiologique :

Les analyses microbiologiques ont été effectuées en complément de notre étude en vue de s'assurer de la bonne qualité hygiénique et commerciale du produit formulé. Les différentes analyses effectuées sont détaillées ci-dessous:

- Dénombrement des bactéries lactiques : [125][126]

- *Préparation des dilutions* :

- A l'aide d'une pipette stérile, transférer 10 g de yaourt dans 90 ml d'une solution de peptone (diluant) en veillant à ne pas enfoncer l'extrémité de la pipette de plus d'un centimètre en dessous de la surface.
- Mélanger en agitant 25 fois avec un mouvement d'une amplitude de 30 cm environ. On peut recourir toutefois à un homogénéisateur de type péristaltique (stomacher). On obtient ainsi la dilution 10^{-1} .
- Transférer ensuite 1 ml de cette dilution dans un deuxième tube en s'assurant qu'une nouvelle pipette est utilisée pour chaque dilution, jusqu'à ce que la série de dilutions nécessaires soit obtenue. Dans notre cas on a effectué 5 dilutions, à savoir: 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} et 10^{-5} .

- *Ensemencement et incubation des boîtes de Petri*:

- Préparer au moins deux boîtes à partir de chaque dilution choisie, de façon à obtenir au moins deux boîtes contenant de 20 à 300 colonies. Utiliser une autre pipette stérile de 1 ml pour ensemer 1 ml de chaque dilution dans les boîtes de pétri.
- Pour *L. bulgaricus*, verser 12 à 15 ml du milieu MRS acidifié fondu et maintenu à $45^{\circ} \pm 1^{\circ}\text{C}$ dans chaque boîte de Petri.
- Pour *S. thermophilus*, verser 12 - 15 ml du milieu M17, fondu et maintenu à 45°C dans chaque boîte de Pétri.
- Incuber les boîtes pour le dénombrement de *L.bulgarius* pendant 72 h à 37°C dans l'incubateur anaérobie ou le récipient de culture en anaérobiose. Incuber les boîtes pour le dénombrement de *S.thermophilus* pendant 48 h à $37 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

- *Expression des résultats*: [127]

- Pour qu'un résultat soit valable, on estime en général qu'il est nécessaire de compter les colonies sur au moins une boîte contenant au minimum entre 10 et 300 colonies obtenues.

- Il est à noter que les lactobacilles se présentent sous forme de colonies lenticulaires souvent en forme d'étoile, de 1 à 3 mm de diamètre, sur milieu MRS acidifié.[128] Concernant les Streptocoques, ces derniers forment des colonies lenticulaires de 1 à 2 mm de diamètre sur M 17.
- On calcule le nombre N de microorganismes présents dans l'échantillon pour essai, en tant que moyenne pondérée à partir de deux dilutions successives, à l'aide de l'équation suivante :

$$N = \frac{\sum C}{V \times [n_1 + (0.1 \times n_2)] \times d}$$

- $\sum C$: est la somme des colonies comptées sur toutes les boîtes retenues de deux dilutions successives.
 - V : est le volume de l'inoculum appliqué à chaque boîte, en millilitre;
 - n_1 : est le nombre de boîtes retenues à la première dilution;
 - n_2 : est le nombre de boîtes retenues à la deuxième dilution;
 - d : est le taux dilution correspondant à la première dilution retenue;
- Recherches de contaminants :
- Recherche des coliformes : [129][130][131]
 - Prélever un échantillon de 10 g de yaourt qu'on déposera dans un flacon ou récipient approprié, fermé à vis bouché, contenant 90 ml d'une solution de Ringer au quart.
 - On peut toutefois remplacer ce diluant par une solution peptone à 0.1 %. Mélanger soigneusement en agitant le flacon 25 fois de haut en bas avec une amplitude de 30 cm environ. Préparer des dilutions successives jusqu'au 1/1000.
 - Prendre deux boîtes stériles pour chaque dilution choisie. Transférer à l'aide d'une pipette stérile 1 ml de chaque dilution au centre de chaque boîte.
 - Verser environ 15 ml du milieu VRBL dans chaque boîte de Petri. Mélanger soigneusement l'inoculum au milieu de culture et laisser le mélange se solidifier.

- Après solidification complète, couler à la surface du milieuensemencé environ 4 ml du milieu VRBL. Laisser solidifier; retourner ensuite les boites ainsi préparées et les incuber dans l'étuve réglée à 37°C pendant 24 à 48h.
- Après incubation, on procède au comptage de colonies. Les coliformes se présentent sous forme de colonies rouges foncées ayant un diamètre d'au moins 0.5 mm. Le mode de calcul diffère selon que le nombre de colonies obtenu pour les deux boites de la première dilution soit supérieur ou inférieur à 15 colonies ou encore nulle.
- Dans le premier cas, on procède de la même manière que celle effectuée pour le dénombrement des bactéries lactiques.
- Dans le deuxième cas: On calcul le nombre estimé N_E de coliformes présents en tant que moyenne arithmétique des colonies comptées sur les deux boites à l'aide de l'équation suivante:

$$N = \frac{\Sigma c}{V \times n \times d}$$

Dans le cas où le nombre est nul, on exprime le résultat par : Moins de 1/d microorganisme par gramme de produit.

- *Recherche des coliformes fécaux* : [132]
 - Le dénombrement des coliformes fécaux diffère de celui des coliformes totaux uniquement par la température d'incubation.
 - Les boites sont ainsi incubées à une température de $44,5 \pm 0,5$ °C pendant 24 à 48 heures.
- *Recherche de Staphylococcus aureus* : [133]
 - En ce qui concerne la prise d'essai ainsi que la préparation des dilutions, on procède de la même manière que celle effectuée pour le dénombrement des coliformes.

- Couler une quantité de milieu gélosé Baird-Parker dans des boîtes de Petri stériles de façon à obtenir une épaisseur de gélose d'environ 4 mm, et laisser se solidifier.
 - Transférer à l'aide d'une pipette stérile, 0.1 ml de la suspension mère à la surface de chacune de deux boîtes de milieu gélosé. Répéter l'opération avec les dilutions 10^{-2} et 10^{-3}
 - Etaler soigneusement l'inoculum le plus rapidement possible à la surface du milieu gélosé en évitant de toucher les bords de la boîte. Laisser sécher les boîtes environ 15 min. incuber à 35°C ou 37°C pendant 24 à 48 heures.
 - Le mode de calcul sera identique aux autres dénombrements. Il est à noter que les colonies caractéristiques se présentent sous forme de colonies noires ou grises, brillantes et convexes (1mm à 1.5 mm de diamètre après 24h d'incubation et 1.5 mm à 2.5 mm de diamètre après 48h d'incubation) et entourées d'une auréole d'éclaircissement. Après au moins 24 h d'incubation, un anneau opalescent peut apparaître dans cette zone claire.
- *Recherche des salmonelles:* [134][135]
 La recherche des salmonelles nécessite l'application du protocole suivant (se référer à la figure 6.1) :
 - Peser aseptiquement 25 g de l'échantillon pour essai dans un flacon bouché contenant des billes de verre et 225 ml d'un milieu de pré-enrichissement (eau peptonée tamponnée) et agiter pour disperser. Incuber les flacons préparés à 37° C durant 16 à 20 heures.
 - Transférer, à l'aide d'une pipette, 10 ml du milieu de pré-enrichissement incubé (prise d'essai et pré-enrichissement) dans un flacon contenant 100 ml du milieu d'enrichissement sélectif au tétrathionate. Incuber le milieu au tétrathionate inoculé durant 18 à 24 heures à 43° C \pm 0,5.
 - Ensemencer avec une anse, à partir de la culture du milieu d'enrichissement, la surface d'une boîte de gélose au vert brillant et au rouge de phénol et d'une boîte de gélose au sulfite de bismuth, de façon à permettre le développement de colonies bien isolées. Incuber les boîtes (retournées) à 37 \pm 1°C durant 20 h. à 24 heures.
 - Après incubation des flacons durant encore 18 à 24 heures, répéter les opérations d'ensemencement et d'incubation décrites précédemment.

- Examiner les boîtes après incubation afin de rechercher la présence de colonies typiques de *Salmonella*, incuber à nouveau les boîtes à $37 \pm 1^\circ\text{C}$ durant 18 à 24 heures et réexaminer les boîtes pour rechercher la présence de colonies typiques de *Salmonella*.
- Les colonies typiques de *Salmonella* peuvent être caractérisées comme suit :
 - ✚ Sur gélose au vert brillant/ rouge de phénol, les colonies typiques de *Salmonella* sont roses bordées de rouge.
 - ✚ Sur gélose au sulfite de bismuth, les colonies typiques de *Salmonella* sont brunes ou noires avec un éclat métallique. Certaines souches donnent des colonies vertes.

En cas de présence procéder à la confirmation biochimique ou sérologique.

- *Recherches de levures et moisissures*: [136]

- Prélever un échantillon de 10 g de yaourt qu'on déposera dans un flacon ou récipient approprié, fermé à vis bouché, contenant 90 ml d'une solution peptone à 0.1 %.
- Prendre deux boîtes de Petri stériles. Transférer, dans chacune de ces boîtes, à l'aide d'une pipette stérile, 1 ml de la suspension mère.
- Prendre deux autres boîtes de Petri stériles. Transférer, dans chacune de ces boîtes, à l'aide d'une nouvelle pipette stérile, 1 ml de la dilution 10^{-2} (autres produits).
- Couler dans chaque boîte de Petri, environ 15 ml de la gélose à l'extrait de levure au dextrose et au chloramphénicol, provenant d'un flacon de culture fondue au préalable et maintenue à $45 \pm 1^\circ\text{C}$ dans le bain d'eau.
- Mélanger soigneusement l'inoculum au milieu et laisser se solidifier en posant les boîtes de Petri sur une surface fraîche horizontale. Incuber les boîtes à 25°C pendant 5 jours.
- Le mode de calcul s'effectue de la même manière que celle effectuée précédemment.

N.B : Il est à noter qu'à chaque détermination microbiologique effectuée, il faut veiller à préparer une boîte témoin avec environ 15 ml du milieu utilisé et cela en vue de contrôler sa stérilité.

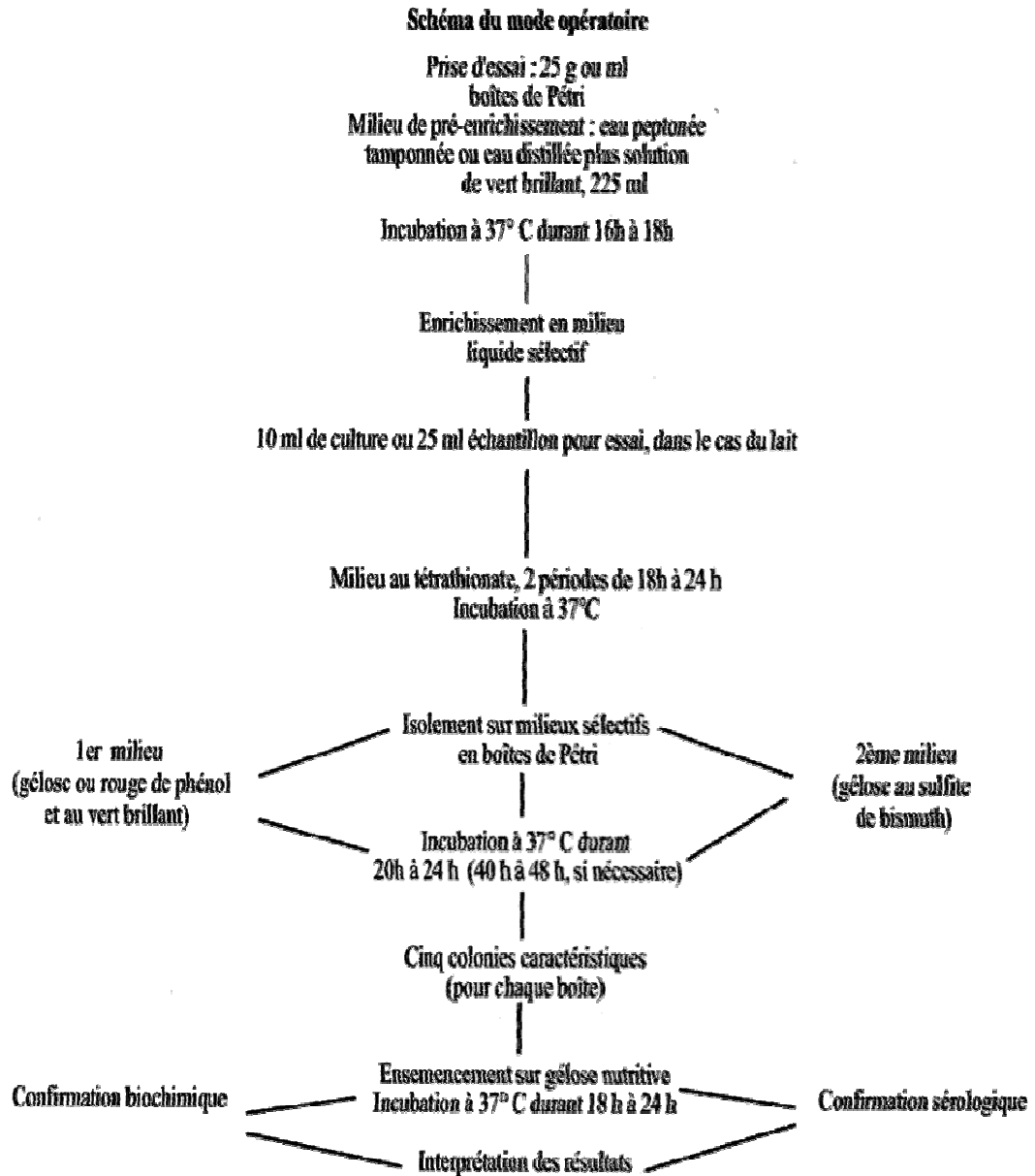


Fig.6.1. Schéma représentatif du mode opératoire relatif à la recherche des Salmonelles [135]

6.6. Résultats des analyses :

6.6.1. Résultats des analyses physicochimiques :

a) Détermination du pH:

Les résultats de l'analyse de la variation du pH sont illustrés dans le tableau 6.3. On remarque que les valeurs du premier jour oscillent entre 4.54 et 4.59. Il n'y a pas donc de différence significative entre ces valeurs. Le produit est considéré comme étant stable durant cette période.

b) Caractérisation rhéologique:

Les courbes rhéologiques d'écoulement et de viscosité de chaque essai ont donnés les paramètres rhéologiques (indice d'écoulement, indice de consistance, R^2) illustrés dans le tableau 6.4. Selon les résultats obtenus on peut noter que le R^2 est très proche de 1 pour tous les essais obtenus, ce qui traduit un modèle parfaitement adéquat aux courbes. L'indice d'écoulement varie dans un intervalle compris entre 0.25 et 0.34. Ceci réaffirme le comportement rhéofluidifiant du produit. Concernant l'indice de consistance, on constate que celui ci varie de façon notable d'un essai à un autre traduisant ainsi une divergence de la viscosité pour chaque essai formulé. Ceci est considéré donc comme étant un paramètre de choix permettant la comparaison ainsi que la sélection des meilleurs essais. Il sera introduit de ce fait comme une réponse dans le plan de mélange.

Tableau 6.3: Variation du pH en fonction du temps

Jours	J1	J2	J3	J4	J5	J6	J7	J8	J9	J10	J11	J12	J13	J14	J15
Essais															
E1	4.58	4.57	4.55	4.54	4.51	4.49	4.45	4.43	4.40	4.38	4.36	4.34	4.30	4.28	4.24
E2	4.59	4.58	4.56	4.54	4.53	4.50	4.48	4.46	4.43	4.40	4.38	4.36	4.34	4.31	4.26
E3	4.56	4.54	4.51	4.48	4.43	4.40	4.38	4.36	4.34	4.31	4.29	4.28	4.26	4.24	4.22
E4	4.57	4.57	4.56	4.54	4.51	4.48	4.46	4.44	4.41	4.38	4.34	4.32	4.29	4.25	4.23
E5	4.59	4.46	4.45	4.43	4.40	4.38	4.35	4.30	4.29	4.27	4.26	4.24	4.23	4.22	4.22
E6	4.59	4.58	4.56	4.55	4.54	4.53	4.51	4.49	4.47	4.45	4.43	4.40	4.37	4.34	4.29
E7	4.58	4.57	4.56	4.53	4.52	4.49	4.47	4.45	4.43	4.40	4.38	4.36	4.34	4.31	4.28
E8	4.54	4.53	4.52	4.50	4.48	4.46	4.43	4.41	4.39	4.38	4.36	4.33	4.30	4.28	4.25
E9	4.58	4.57	4.56	4.55	4.51	4.49	4.45	4.41	4.39	4.37	4.34	4.30	4.27	4.23	4.22
E10	4.57	4.56	4.54	4.53	4.51	4.49	4.47	4.45	4.43	4.40	4.38	4.35	4.34	4.30	4.26
E11	4.54	4.53	4.51	4.48	4.47	4.46	4.43	4.40	4.38	4.35	4.31	4.29	4.28	4.26	4.24
E12	4.59	4.59	4.57	4.56	4.54	4.52	4.50	4.48	4.46	4.44	4.41	4.39	4.36	4.32	4.28
E13	4.59	4.58	4.57	4.55	4.52	4.50	4.48	4.46	4.44	4.40	4.37	4.34	4.31	4.29	4.28
E14	4.58	4.57	4.56	4.54	4.53	4.52	4.50	4.47	4.44	4.43	4.40	4.38	4.36	4.33	4.29
E15	4.57	4.56	4.55	4.53	4.51	4.48	4.46	4.44	4.41	4.38	4.36	4.34	4.31	4.29	4.28
E16	4.58	4.56	4.53	4.51	4.48	4.45	4.41	4.39	4.36	4.34	4.31	4.29	4.27	4.26	4.24
E17	4.55	4.54	4.52	4.50	4.49	4.46	4.44	4.41	4.39	4.36	4.32	4.30	4.28	4.27	4.26
E18	4.54	4.54	4.53	4.51	4.48	4.46	4.42	4.39	4.37	4.35	4.34	4.31	4.29	4.27	4.25
E19	4.54	4.53	4.51	4.49	4.48	4.46	4.44	4.42	4.40	4.36	4.34	4.32	4.30	4.28	4.26

Tableau 6.4: Paramètres rhéologiques de chaque essai formulé

Echantillon	Indice de consistance	Indice d'écoulement n	R²
E1	31.103	0.331	0.989
E2	78.751	0.310	0.996
E3	37.751	0.342	0.9972
E4	53.432	0.301	0.987
E5	49.432	0.300	0.997
E6	56.821	0.312	0.998
E7	71.799	0.309	0.967
E8	71.101	0.307	0.9888
E9	68.342	0.312	0.985
E10	44.595	0.321	0.9991
E11	51.291	0.289	0.9843
E12	56.231	0.314	0.991
E13	56.368	0.324	0.986
E14	51.368	0.298	0.9932
E15	43.507	0.3438	0.9998
E16	63.404	0.273	0.995
E17	54.4	0,25963	0.987
E18	54.11	0.260	0.986
E19	54.538	0.262	0.984

c) Caractérisation sensorielle:

Les différentes formulations établies sont représentées ci-dessous:



Fig.6.2. Photographie représentant l'essai E1



Fig.6.3. photographie représentant l'essai E2



Fig.6.4. Photographie représentant l'essai E3



Fig.6.5. Photographie représentant l'essai E4



Fig.6.6. Photographie représentant l'essai E5



Fig.6.7. Photographie représentant l'essai E6



Fig.6.8. photographie représentant l'essai E7



Fig.6.9. photographie représentant l'essai E8



Fig.6.10. photographie représentant l'essai E9



Fig.6.11. photographie représentant l'essai E10



Fig.6.12. photographie représentant l'essai E11



Fig.6.13. photographie représentant l'essai E12



Fig.6.14. photographie représentant l'essai E13



Fig.6.15. photographie représentant l'essai E14



Fig.6.16. photographie représentant l'essai E15



Fig.6.17. photographie représentant l'essai E16



Fig.6.18. photographie représentant l'essai E17



Fig.6.19. photographie représentant l'essai E18



Fig.6.20. photographie représentant l'essai E19

Les perceptions organoleptiques ont été évaluées sur un panel de 20 personnes et sont attribuées sous forme de notes. On a utilisé cette fois-ci une échelle structurée de 0 à 10, en vue d'élargir le domaine de variation. Le calcul des résultats se fait par la suite sous forme de moyennes.(voir tableau 6.5)

Les attributs utilisés sont limités à deux étant donné la forte corrélation observée entre ceux utilisés dans le premier plan d'expériences. La sélection a été conduite de manière à ne garder que les attributs qui ont une influence directe sur l'objectif étudié.

Les attributs sélectionnés sont donc: l'onctuosité et l'aspect granuleux. Les résultats obtenus sont introduits au niveau du plan d'expériences.

Tableau.6.5: Résultats de l'analyse sensorielle

Onctueux	Granuleux
3	0
7	4
4	1
5	4
9.5	0
8.5	3
8	4
7	4
7	4
4.5	2
4.5	3
5	3
5	3
7.5	0
7.5	0
8.5	0
8	0
8	0
8	0

d) Autres déterminations physicochimiques usuelles :

Ces déterminations concernent essentiellement : l'acidité, l'extrait sec, la matière grasse, les protéines ainsi que les minéraux. Les résultats illustrés dans le tableau 6.6 révèlent des valeurs très importantes en extrait sec, protéines, caséines ainsi qu'en sodium. Ceci est dû à l'incorporation des caséinates de sodium au sein de la formule. Nos données concernant l'extrait sec, sont conformes à la réglementation Algérienne puisque celle-ci exige une teneur minimale de 8.2%. [2] On peut noter aussi que ces valeurs sont supérieures à celles signalées par Nongonierma et al dans un yaourt à 0% de matière grasse (14.4%) et un yaourt à 5% de matière grasse (19.4%). [116] Pour ce qui est des protéines, on note également des valeurs conformes à la réglementation exigeant ainsi une teneur minimale de 3%. Nos valeurs oscillant entre 3.73 et 8.25 sont comparables à celles trouvées par Ozer et al.[117] qui sont comprises entre 3.6 et 9%. Fernandes et al.,[138] à leur tour ont annoncé des valeurs inférieures aux nôtres (3.57%,3.28%)..

En ce qui concerne l'acidité titrable ainsi que la teneur en matière grasse, elles ne présentent pas de fluctuations notables entre les essais. On peut noter cependant que leurs valeurs concordent avec celles exigées par la réglementation. ($\geq 0,8$ gramme d'acide lactique pour 100 gramme de produit, 3% de Matière grasse pour les yaourt au lait entier).

D'une façon générale, les résultats qui ne présentent pas de variations significatives entre les essais et qui n'ont pas une influence directe sur l'objectif recherché ne seront pas sélectionnés en tant que réponse dans le plan d'expérience.

Tableau.6.6: Représentant les résultats des analyses physicochimiques

Analyses Essais	Extrait sec (%)	Matière grasse (%)	Acidité titrable (g/100 g)	Protéines (%)	Caséines (%)	Sodium (g/kg)	Potassium (g/kg)	Calcium (g/kg)	Phosphore (g/kg)
E1	23.5	3.38	0.81	3.75	3.1	0.77	1.801	1.490	1.10
E2	31.2	3.40	0.80	8.25	7.6	3.47	1.78	1.482	1.09
E3	23.45	3.38	0.82	3.74	3	0.76	1.791	1.476	1.098
E4	26.76	3.37	0.8	3.74	3.1	0.75	1.742	1.474	1.099
E5	28.1	3.39	0.81	8.24	7.58	3.45	1.755	1.452	1.087
E6	28.2	3.39	0.83	8.25	7.59	3.46	1.786	1.446	1.012
E7	31.01	3.41	0.81	8.23	7.6	3.47	1.784	1.435	1.01
E8	28	3.39	0.82	5.24	4.6	2.43	1.798	1.446	1.14
E9	29.5	3.39	0.8	6.74	6.1	2.56	1.743	1.465	1.11
E10	24.44	3.38	0.8	3.74	2.9	0.74	1.765	1.476	1.078
E11	25.49	3.38	0.81	3.75	3.1	0.77	1.759	1.498	1.099
E12	26.6	3.37	0.8	3.73	3	0.73	1.734	1.479	0.999
E13	26.59	3.38	0.81	3.74	2.98	0.74	1.765	1.459	1.015
E14	25.8	3.39	0.81	6	5.35	2.10	1.785	1.453	1.11
E15	27.5	3.38	0.83	5.98	5.33	2.12	1.778	1.471	1.013
E16	29.6	3.40	0.82	8.24	7.6	3.44	1.745	1.436	1.13
E17	27.4	3.39	0.81	5.97	5.33	2.11	1.765	1.436	1.11.
E18	27.38	3.38	0.8	5.98	5.34	2.10	1.775	1.439	1.10
E19	27.39	3.37	0.81	5.97	5.35	2.12	1.767	1.479	1.111

6.6.2. Analyses microbiologiques :

Le tableau 6.7 résume l'ensemble des résultats de l'analyse microbiologique effectuée sur les différents essais.

Les résultats des analyses microbiologiques des différents essais montrent clairement leur parfaite conformité aux normes.

Les résultats concernant la flore lactiques sont aussi conformes aux normes puisqu'ils représentent des valeurs supérieures à 10^7 bactéries lactiques.

Tableau 6.7: Résultats des analyses microbiologiques

Yaourt Germes recherchés	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7	E8	E9	E10	E11	E12	E13	E14	E15	E16	E17	E18	E19	Normes
Coliformes totaux	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	10/g
Coliformes fécaux	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1/g
<i>Staphylococcus aureus</i>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	10/g
Levures	20	10	20	40	30	30	10	10	20	30	30	10	10	10	20	10	10	10	10	10 ² /g
Moisissures	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs/g
Salmonella	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs/25g
Flore lactique	2.30. 10 ⁷	2.50. 10 ⁷	2.40. 10 ⁷	2.45. 10 ⁷	2.55. 10 ⁷	2.40. 10 ⁷	2.35. 10 ⁷	2.30. 10 ⁷	2.30. 10 ⁷	2.40. 10 ⁷	2.30. 10 ⁷	2.60. 10 ⁷	2.38. 10 ⁷	2.44. 10 ⁷	2.45. 10 ⁷	2.40. 10 ⁷	2.50. 10 ⁷	2.55. 10 ⁷	2.48. 10 ⁷	≥ 10 ⁷

6.7. Sélection des réponses indépendantes :

Le choix des réponses s'est porté sur les résultats des déterminations qui influent sur l'objectif étudié et qui présentent par conséquent des variations notables entre les essais. Les autres résultats qui présentent peu ou pas de fluctuation entre les échantillons formulés ne seront pas pris en compte. De ce fait, on a opté pour cinq réponses qui sont les suivantes:

- La consistance établie par analyse rhéologique;
- La teneur des protéines, des caséines et du sodium établies par analyses physicochimiques;
- L'aspect onctueux et granuleux établis par analyse sensorielle.

Une matrice de corrélation a été établie entre l'ensemble des variables (prises deux à deux) en vue de détecter et d'éliminer ainsi les réponses dépendantes. (Voir tableau 6.8) Selon les coefficients de corrélations obtenus, on remarque que la réponse "teneur en caséines" est fortement corrélée avec les réponses : onctuosité, teneur en protéines et sodium et peuvent être liées par une relation linéaire. Ces caractéristiques sont très dépendantes et sont gouvernées par les mêmes phénomènes. Les résultats prélevés sont en concordance avec les résultats du premier plan et celle de la théorie. En effet, toutes ces réponses ont une relation avec l'ajout des caséinates de sodium. Etant donné que la teneur en poudre de lait est constante, l'augmentation du taux de protéines s'effectue de ce fait par l'addition unique et exclusive des caséinates de sodium. Ceci augmente automatiquement le taux de caséines ainsi que le taux de sodium. De plus, la forte corrélation constatée entre l'onctuosité et ces réponses renvoie au fait que les caséinates de sodium possèdent des propriétés fonctionnelles permettant d'accroître l'onctuosité du produit.

On procède de ce fait à l'élimination des réponses dépendantes et on ne tient compte que d'une seule réponse. Le choix s'est porté sur l'onctuosité qui représente un attribut de choix pour l'appréciation des qualités organoleptiques du produit.

Tableau 6.8. Matrice de corrélation du deuxième plan

	Consistance	Caséines	Sodium	Protéines	Onctueux	Granuleux
Consistance	1	0.581315	0.587663	0.581321	0.636371	0.390457
Caséines	0.581315	1	0.943694	0.999999	0.859527	-0.162131
Sodium	0.587663	0.943694	1	0.943774	0.804735	0.0129964
Protéines	0.581321	0.999999	0.943774	1	0.859444	-0.162011
Onctueux	0.636371	0.859527	0.804735	0.859444	1	-0.223086
Granuleux	0.390457	-0.162131	0.0129964	-0.162011	-0.223086	1

6.8. Détermination des coefficients du modèle postulé:

Les coefficients inconnus du modèle ont été calculés pour chacune des réponses à l'aide de la régression PLS exécutée par le logiciel. Les modèles mathématiques obtenus peuvent s'écrire donc de la manière suivante :

$$\underline{\text{Consistance}} = 54.13 - 5.77 x_1 + 2.85 x_2 + 5.65 x_3 + 2.83 x_4 - 0.11x_1x_2 - 0.02x_1x_3 + 0.16 x_1x_4 - 0.27 x_2x_3 + 0.31 x_2x_4 - 0.02 x_3x_4 - 0.06 x_1^2 + 0.59 x_2^2 + 0.17x_3^2 - 0.25x_4^2.$$

$$\underline{\text{Onctuosité}} = 7.53 - 0.71 x_1 - 0.15 x_2 - 0.35 x_3 + 1.07 x_4 + 0.14 x_1x_2 + 0.01x_1x_3 + 0.29 x_1x_4 + 0.12 x_2x_3 - 0.26 x_2x_4 - 0.09x_3x_4 - 0.16 x_1^2 - 0.18 x_2^2 - 0.05 x_3^2 - 0.31x_4^2.$$

$$\underline{\text{Granulosité}} = 0.28 - 0.39 x_1 + 0.71 x_2 + 1.13 x_3 - 0.32 x_4 + 0.079 x_1x_2 - 0.02x_1x_3 + 0.008x_1x_4 - 0.35x_2x_3 + 0.11x_2x_4 - 0.18x_3x_4 + 0.01x_1^2 + 0.71x_2^2 + 0.68x_3^2 + 0.24x_4^2.$$

Où:

x_1 représente la teneur en eau,

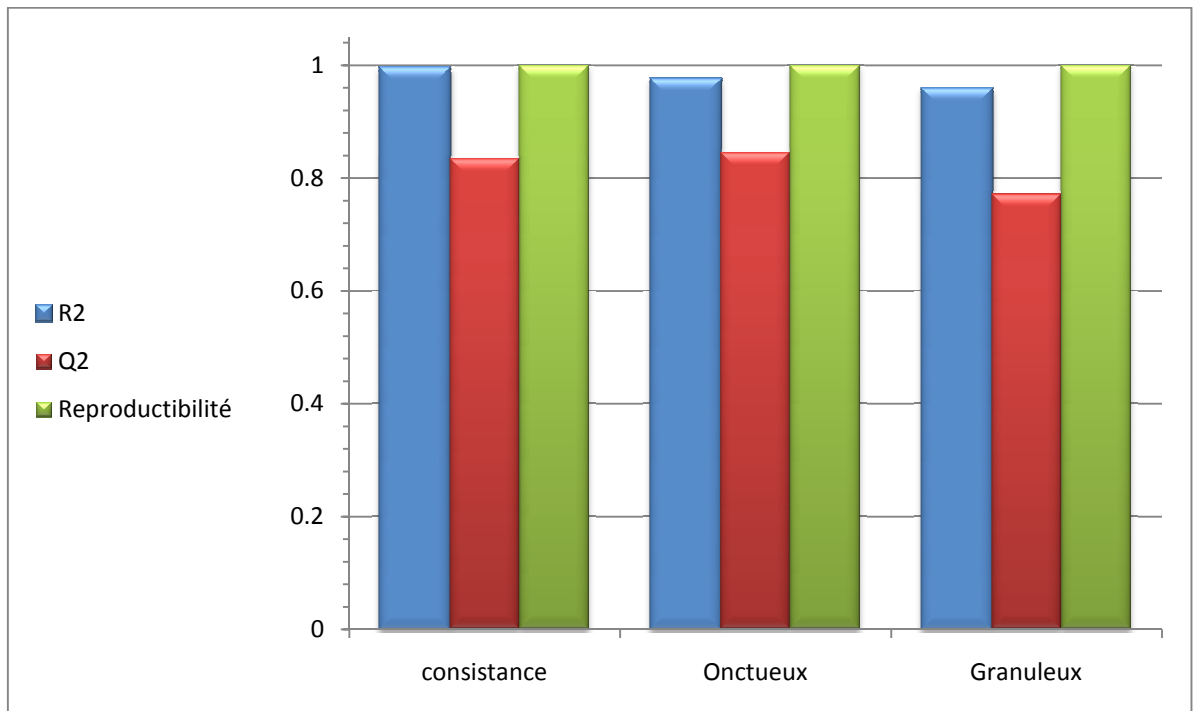
x_2 représente la teneur en pectine,

x_3 représente la teneur en amidon,

x_4 représente la teneur en caséinates de sodium.

6.9. Qualité du modèle :

Pour pouvoir effectuer une optimisation, il faut que la qualité de l'ajustement ainsi que la qualité prédictive du modèle soient bonnes. Pour ce faire on a calculé ces deux coefficients dont les résultats obtenus sont illustrés dans le graphique suivant :



ients
odèles

Manifestement, la qualité de ces trois modèles est plus que satisfaisante, tant que sur le plan ajustement que sur le plan prédiction, au vu des bonnes valeurs affichées des deux coefficients R^2 et Q^2 . Ainsi, on peut noter que le coefficient R^2 atteint un pourcentage supérieur et/ou égal à 95% quand au Q^2 les valeurs sont supérieures et/ou égal à 77%.

La dispersion des résultats de mesure des facteurs pour chacune des réponses viennent consolider les résultats obtenus. (Voir figure 6.22, 6.23, 6.24) En effet, Nous remarquons une dispersion homogène rapprochée de la droite de référence qui représente le modèle établi. Ce qui confirme la validité du modèle dans le domaine expérimental. Les tests de reproductibilité des essais ont aussi donné d'excellents résultats consolidant ainsi celles obtenues pour le Q^2 et R^2 .

Investigation: deuxième plan bis (PLS, comp.=5)
Granuleux

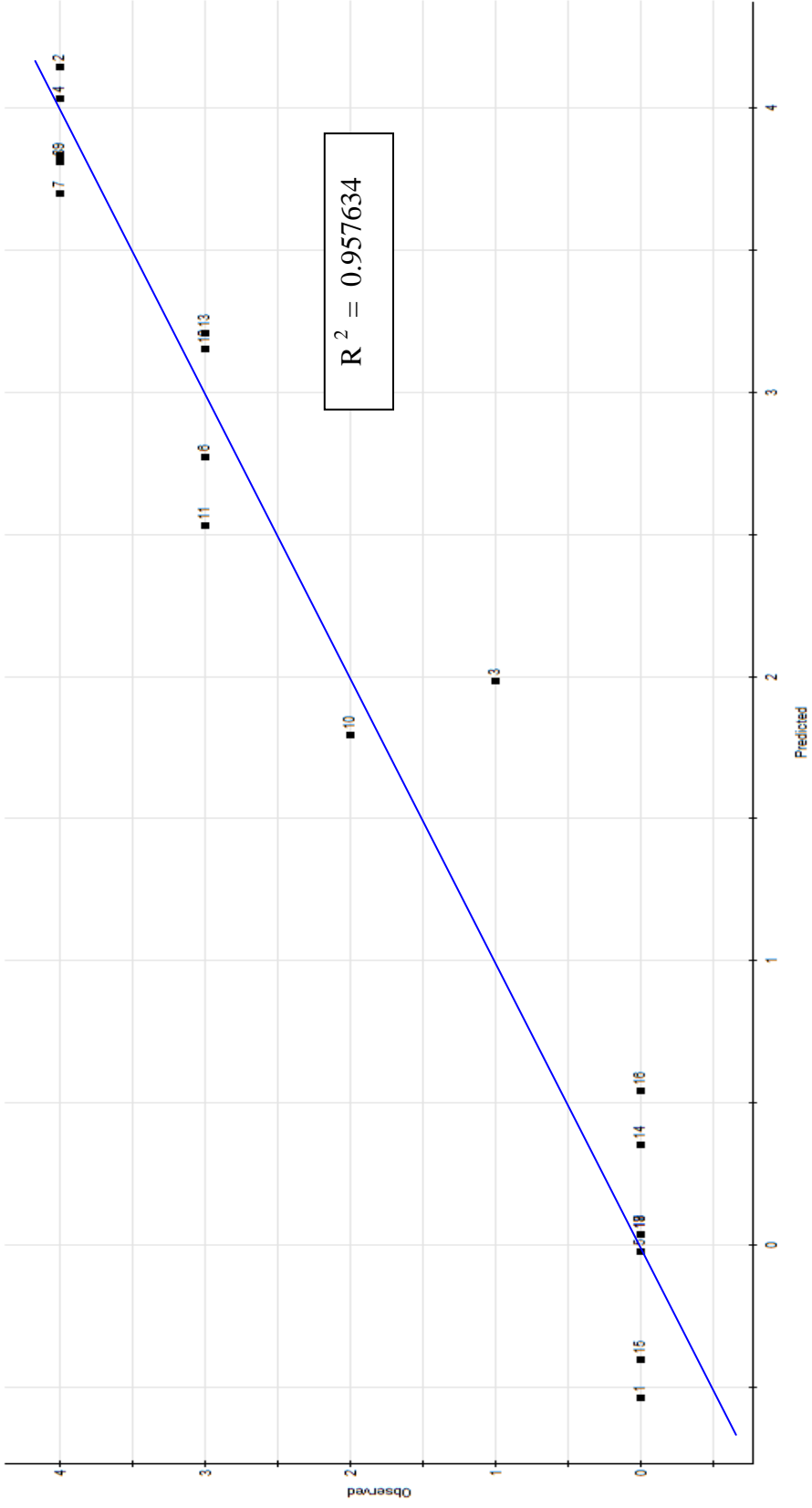


Fig.6.22. Dispersion des résultats de mesure par rapport au modèle postulé concernant la granulosité

Investigation: deuxième plan bis (PLS, comp.=5)
Onciteux

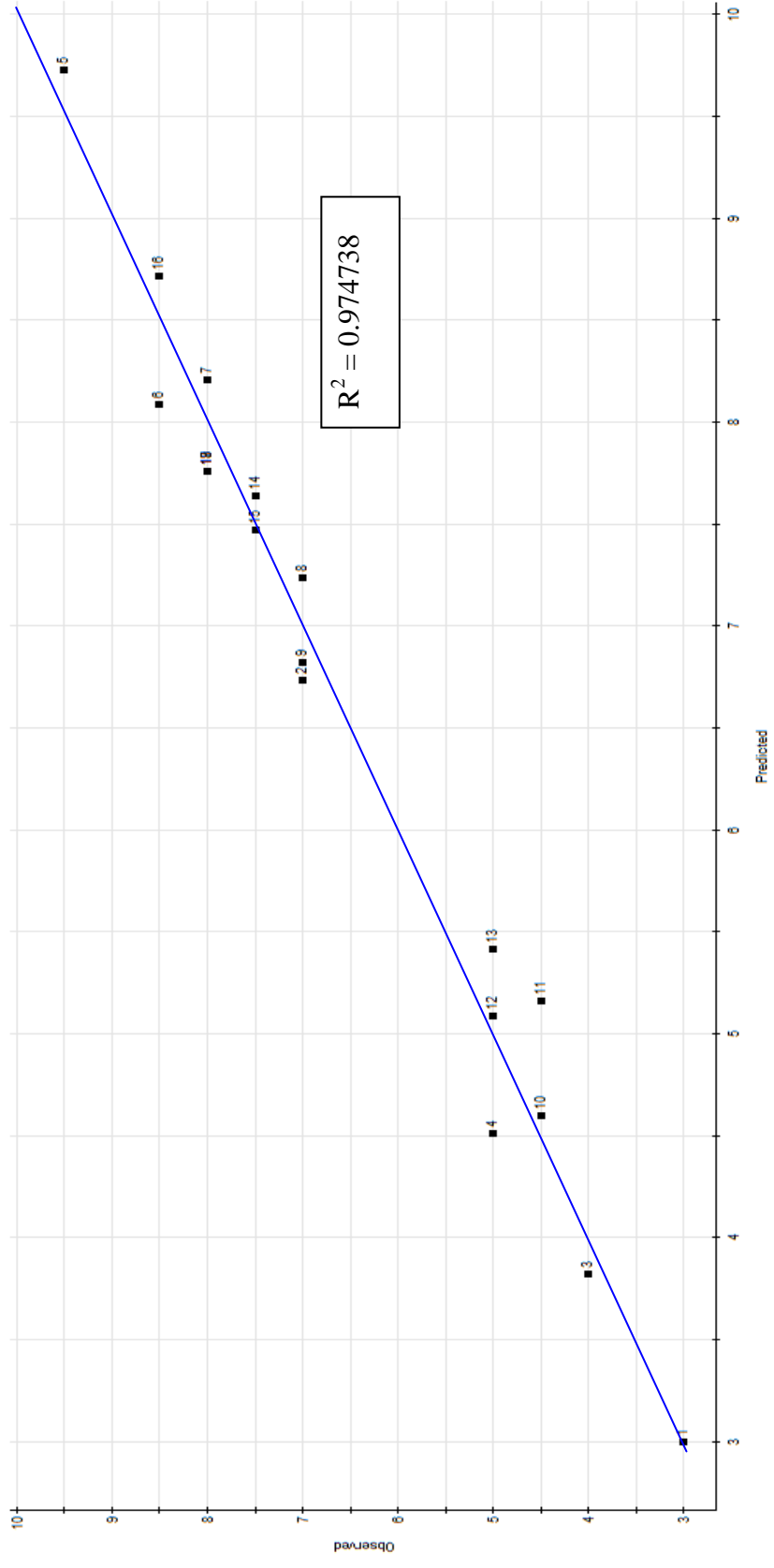


Fig.6.23. Dispersion des résultats de mesure par rapport au modèle postulé concernant l'onctuosité

Investigation: deuxième plan bis (PLS, comp.=5)
consistance

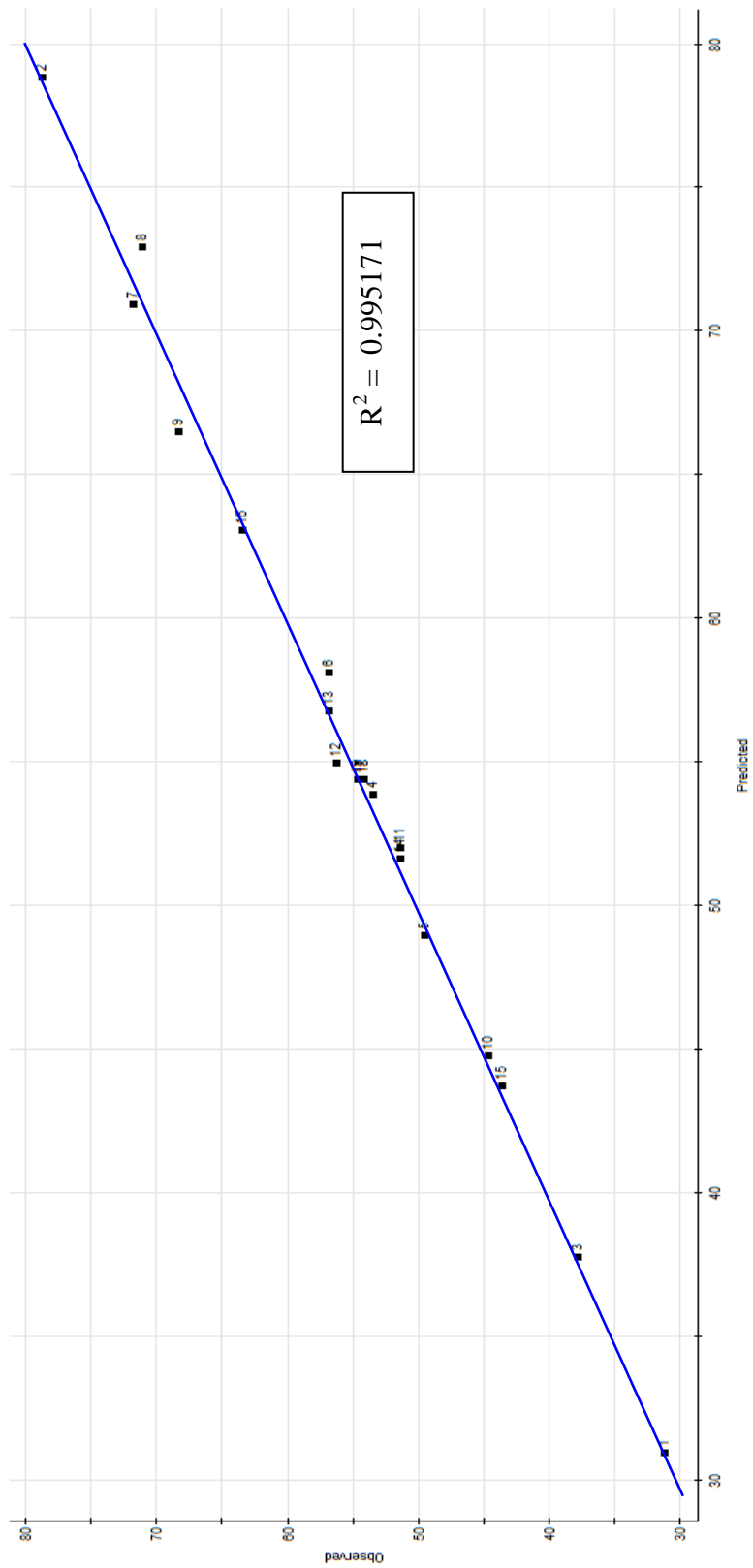


Fig.6.24.Dispersion des résultats de mesure par rapport au modèle postulé

Concernant la consistance

Une fois validés, ces modèles mathématiques sont ensuite représentés graphiquement par des courbes dites courbes d'iso-réponses. Le rôle de ces graphiques étant de représenter les différentes relations entre les facteurs composants un modèle mathématique prédictif dans les limites du domaine d'étude. Ils nous permettent ainsi de comparer plus efficacement les effets des facteurs et leurs impacts sur la réponse et de déceler ainsi le comportement du système étudié.

6.10. Influence des concentrations des facteurs sur les réponses :

La représentation du plan est faite par logiciel sous forme de simplexe à trois facteurs. Etant donné qu'on possède 4 facteurs dans notre étude, la représentation se fait de telle sorte à varier trois facteurs et fixer ainsi le dernier. On ne peut cependant représenter le facteur pectine au sein du simplexe en raison des trop faibles amplitudes de variation dans le domaine d'étude (entre 0 et 0.002). Il est toute fois utile d'utiliser un autre type de graphique simple faisant varier les réponses en fonction des différentes concentrations des facteurs et cela en vue de prédire leurs comportements au sein du mélange. Les différentes courbes établies sont illustrées dans la figure 6.25

Selon les graphiques obtenues, on peut noter que les caséinates de sodium accentuent de façon significative l'onctuosité ainsi que la consistance. En ce qui concerne l'amidon et la pectine, il semblerait qu'ils agissent pratiquement de la même manière. En effet, on remarque un accroissement de la granulométrie ainsi que de la consistance pour des concentrations élevées de l'un ou de l'autre (amidon ou pectine). Concernant l'eau par contre, on peut noter que ce facteur a un effet négatif global pour les trois réponses. Ces résultats prélevés sont confirmés par les courbes d'iso réponses illustrées dans les figures: 6.26,6.27 et 6.28.

Les axes tracés sur les simplexes montrent en fait la direction pour laquelle la concentration du facteur évolue. Lors de la comparaison on tient compte de la perpendicularité de ces axes sur le réseau des courbes d'iso réponses. Ces courbes représentent en fait les niveaux que peut atteindre la réponse dans le domaine d'étude. On peut noter que l'augmentation graduelle de la concentration en caséinates de sodium accroît de façon spectaculaire l'onctuosité jusqu'à atteindre des valeurs maximales. Par contre lorsque le volume en eau est maximal, l'onctuosité décroît considérablement. (Fig.6.26). Selon la figure 6.27, on peut confirmer l'influence positive qu'exerce l'amidon sur la réponse "consistance". En effet, on peut remarquer l'évolution et l'augmentation

graduelle des niveaux des courbes au fur et à mesure que les concentrations en amidon augmentent. Par contre, on peut prélever clairement la décroissance de ces niveaux avec l'augmentation progressive du volume d'eau. Concernant l'attribut granuleux, on peut réaffirmer la grande influence que peut exercer l'amidon sur la réponse. Le facteur eau semble avoir l'effet contraire sur la réponse.

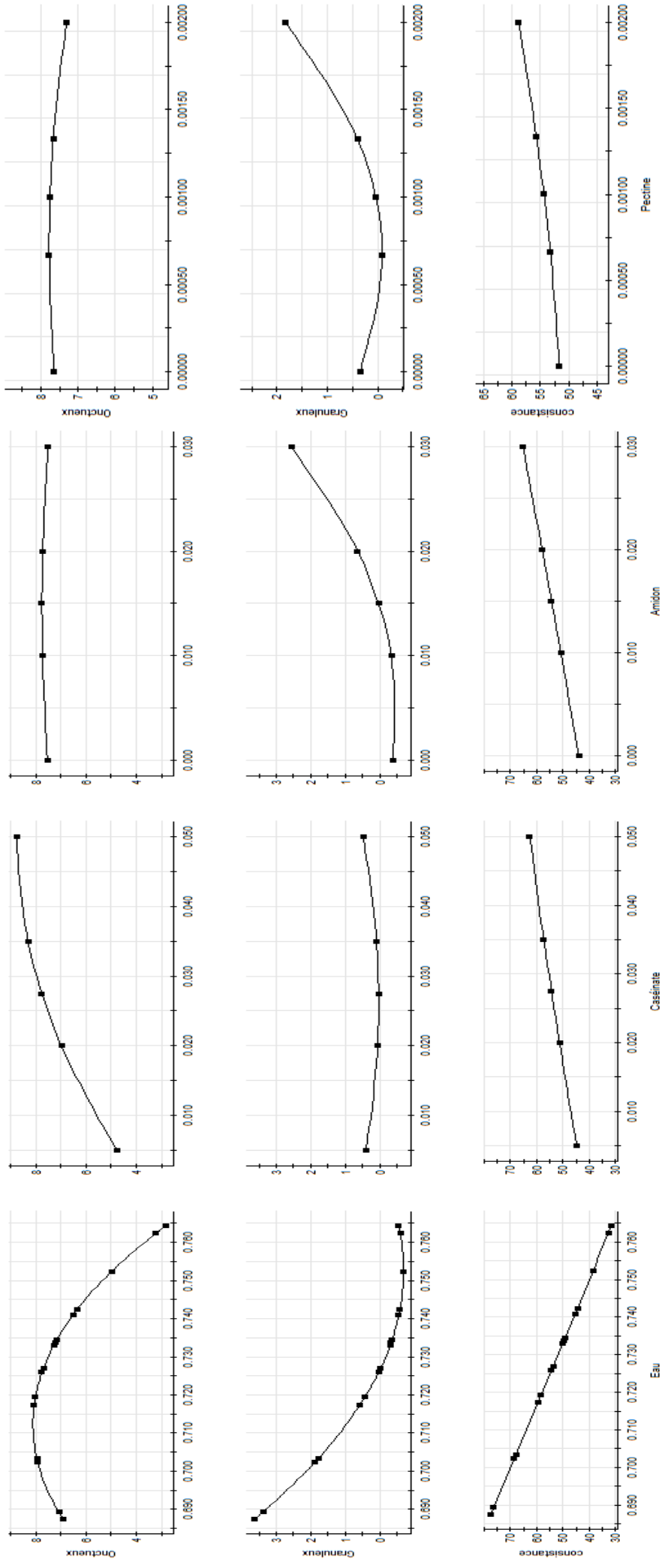


Fig. 6.25. Effet des différents facteurs sur les réponses étudiées

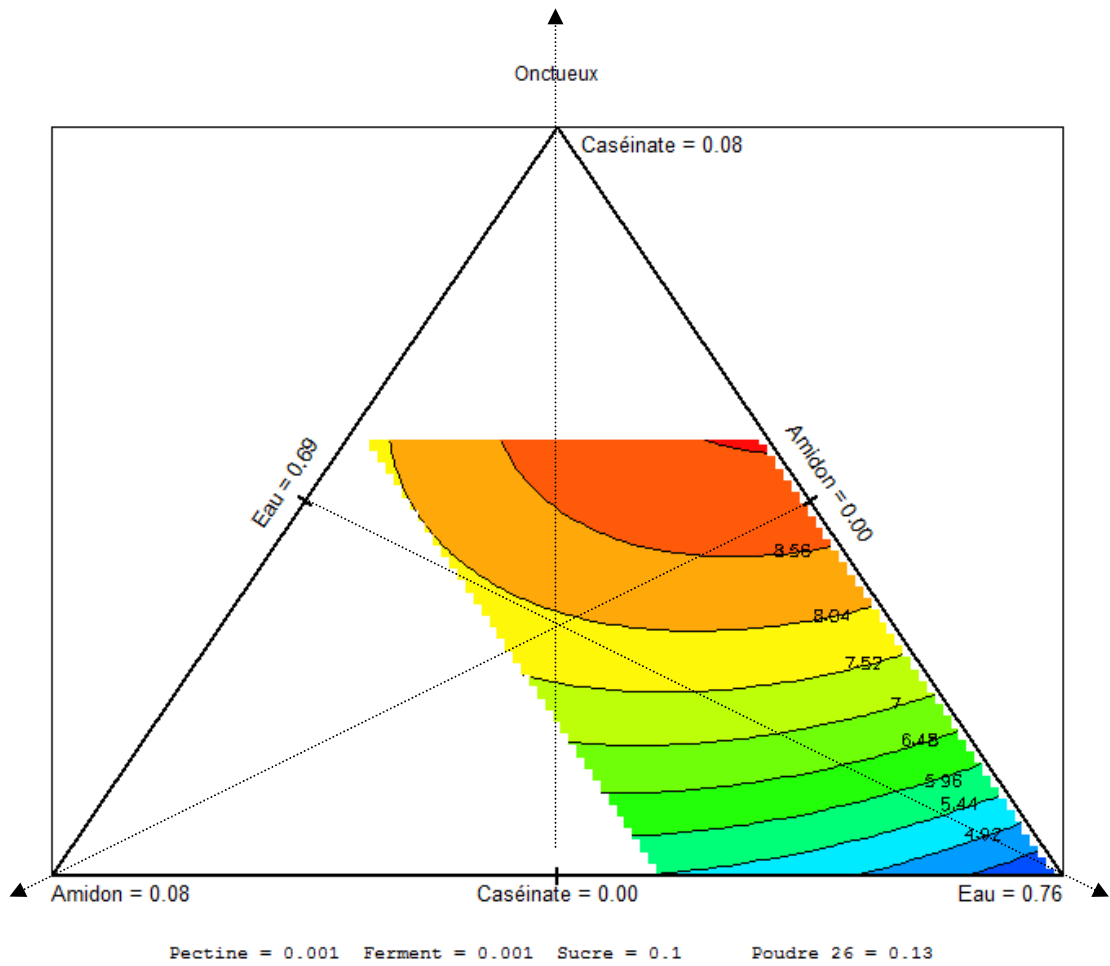


Fig.6.26. Représentation graphique des courbes isoréponses au sein du domaine d'étude de la réponse onctuosité

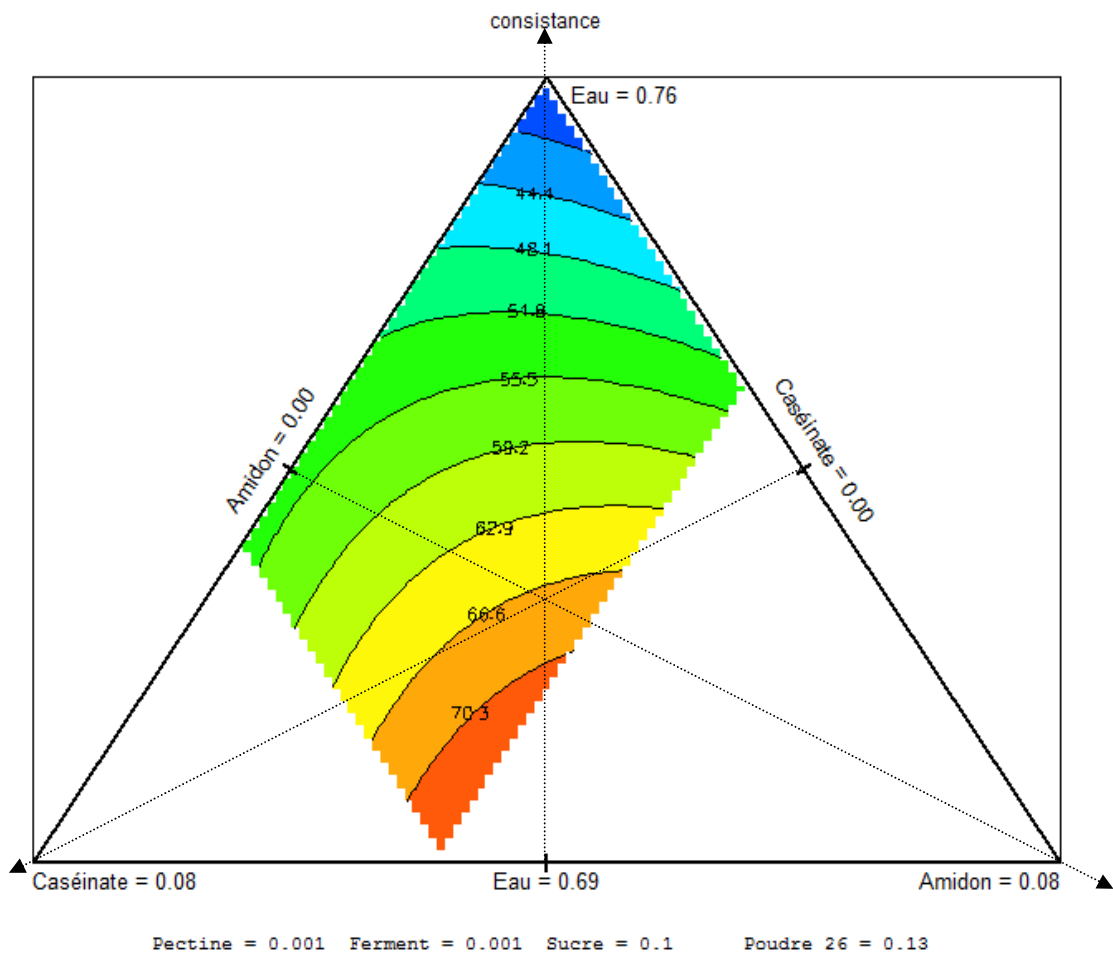


Fig.6.27. Représentation graphique des courbes iso réponses au sein du domaine d'étude de la réponse consistance

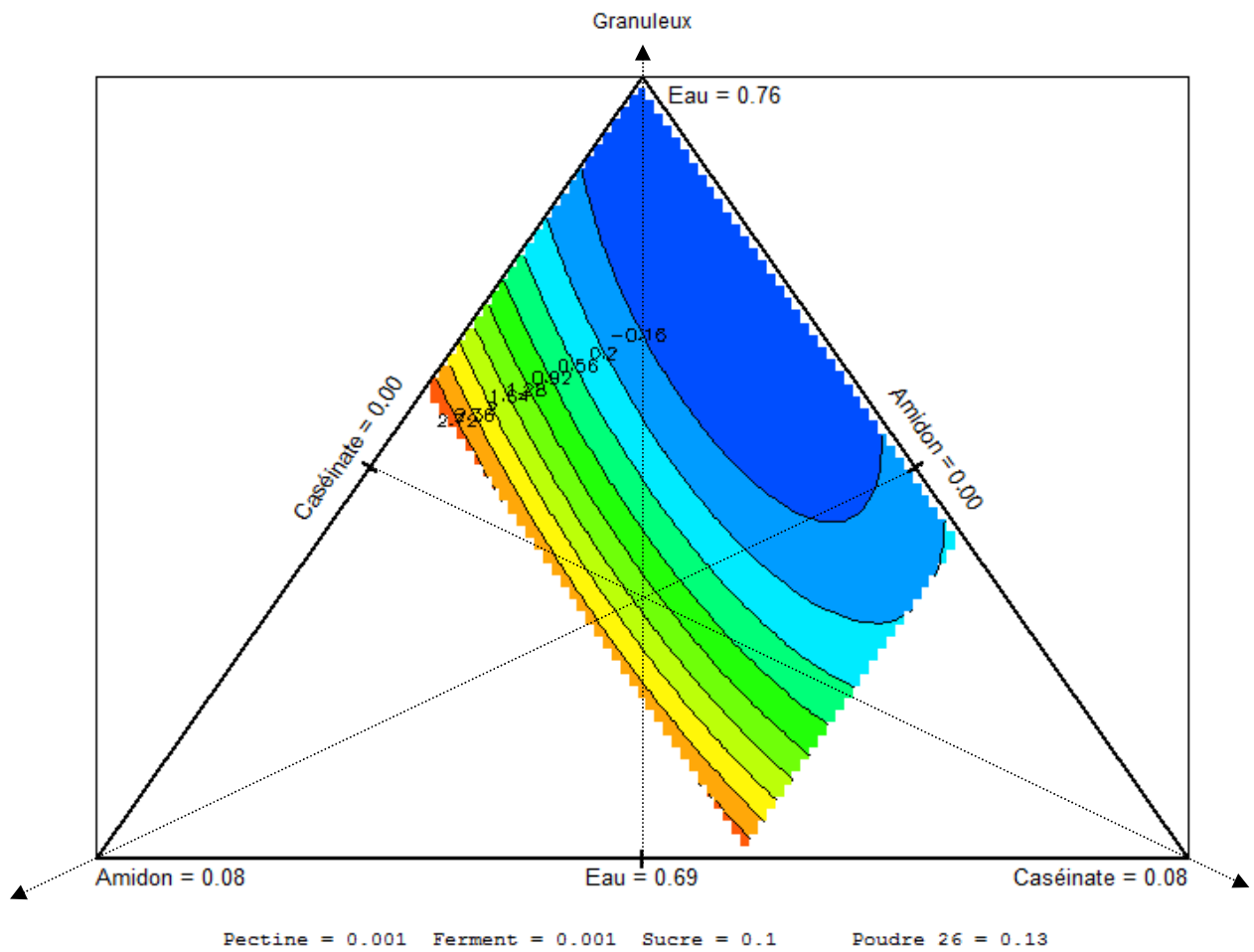


Fig.6.28. Représentation graphique des courbes iso réponses au sein du domaine d'étude de la réponse granulosité

6.11. Optimisation de la formule :

Suivant les résultats prélevés, on peut déduire notre formule optimale. Pour trouver cette formule: il faut préciser ce qu'on désire maximiser ou alors minimiser comme réponse. Selon notre objectif, on cherche en fait à obtenir un produit **onctueux, consistant et lisse**. On choisit de ce fait : de maximiser la consistance et l'onctuosité et d'éliminer la granulosité. L'optimum se déduira par dérivation de l'équation du modèle pour trouver les valeurs x des niveaux des facteurs conduisant à l'extremum. Ainsi les résultats d'optimisation ont donné la formule suivante :

Tableau.6.9: Représentant la formule optimale

Facteurs	Teneurs
Eau	0.7358
Ferment	0.0006
Sucre	0.1
Pectine	0.0009
Amidon	0.009
Caséinates de sodium	0.0236
Poudre 26 % MG	0.13

Cette formule présente ainsi une consistance de 54.368 ainsi qu'une onctuosité de 7.316 (par 10) avec 0% de granulosité.

6.12. Etude technico- économique:

Une étude technico-économique a été réalisé en vu d'évaluer le coût de revient de la formule optimale. Les résultats prélevés sont représentés au niveau du tableau 6.10. On constate qu'une préparation de 100 g (équivalent à un pot de yaourt) a un coût de revient d'environ 13 dinar (Tableau 6.11); ce qui est plus ou moins abordable.

Tableau 6.10. Représentant le coût de revient de la matière première de 100g de produit

100g				
RECETTE	Quantité	Unité	Prix U	Prix par pot
Lait 26 %	0.0130	Kg	240.00	3.12
Sucre	0.009800	Kg	70.00	0.69
PECTINE	0.000090	kg	1,200.00	0.11
Amidon	0.000900	Kg	100.00	0.09
Caséinates	0.00236	kg	1,400.00	3.30
Ferment	0.0600	Unité	4.75	0.29
Coût matières				7.59

Tableau.6.11. Coût de revient de 100 g de produit final

Charges	Coût de revient
Matière première	7.59
Autres Charges	1.5
Emballage	2.5
Marge bénéficiaire	1.5
Total	13.093 Da

Ainsi on a pu obtenir un produit doté à la fois de toutes les vertus nutritionnelles que peut apporter un yaourt ordinaire, de plus sa richesse en protéines ainsi qu'en polysaccharides font de lui un aliment nutritionnel de choix. La supplémentation étant réalisée principalement avec des caséinates de sodium rend le produit idéal pour les régimes (perte de poids) mais aussi en tant que complément destinés aux sportifs. Cette formule optimale dont l'aspect et le goût sont très appréciables présente un coût plus ou moins abordable lui permettant ainsi d'atteindre un large public.

CONCLUSION GENERALE

Dans ce travail, il a été question de formuler un yaourt diététique riche en caséinates de sodium et en polysaccharides.

Dans un premier temps, nous avons étudié l'effet de certains polysaccharides sur la formule. Pour ce faire on a réalisé une série de préparations selon la méthodologie d'expériences. Les points importants qui ressortent de cette première partie sont:

- Il a été observé que le carraghénane et le xanthane donnent de mauvais résultats que ça soit sur le plan aspect visuel et textural ou sur le goût du produit.
- Ceci semblerait se traduire par une mauvaise synergie qui s'est produite entre ces deux composants et les autres constituants du yaourt. Le pH acide du produit est probablement la cause principale de cette mauvaise synergie.
- De plus, on a constaté que la poudre de lait à 26 % MG jouait un rôle important sur l'onctuosité du produit au même titre, que les caséinates de sodium. Ceci peut s'expliquer par le taux important de matière grasse présent dans la poudre de lait, élément très utilisé pour ses propriétés lubrifiantes dans la fabrication des crèmes.
- Enfin, on a prélevé que l'utilisation de l'amidon et/ou de la pectine ont des effets plus ou moins appréciables sur la formule. Leur utilisation à des concentrations adéquates donne lieu à des formules homogènes traduisant la bonne synergie avec les composants du mélange. Il s'agit bien d'agents épaississants de choix pour le yaourt.

Dans un deuxième temps nous nous sommes concentrés, sur l'optimisation de la formule en employant les agents de texture retenus qui sont la pectine et l'amidon modifiées et en éliminant ainsi les deux autres à savoir : le xanthane et le carraghénane. On s'est contenté également d'utiliser la poudre de lait à 26% de

matière grasse seulement. La poudre de lait à 0% de matière grasse n'ayant presque pas d'effet sur les réponses étudiées est éliminée de notre formule.

A cet effet, nous avons réalisé une deuxième série de préparations suivant la méthodologie d'expériences. Les points importants qui ressortent de cette deuxième partie sont:

- Une formule optimale a pu être obtenue, possédant de bonnes propriétés texturales et gustatives. Elle est réalisée avec un mélange des deux agents texturants "amidon" et pectine" à des concentrations respectives de 9g/L et 0.9g/L. quant à La supplémentation de la formule en caséinates de sodium, elle est établie avec une concentration de 23.6 g/L.
- L'étude technico-économique a montré que le coût de revient de la formule est relativement modéré.

De ce fait, on peut conclure qu'on a pu formuler un produit à la fois riche en caséinates de sodium et en polysaccharides et dont le coût de revient est plus ou moins abordable. On peut suggérer donc comme perspective d'avenir la réalisation d'autres types de formulations de yaourt hyperprotéinique à savoir le yaourt allégé en matière grasse ainsi que le yaourt light.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Fredot, É., Connaissance des aliments, bases alimentaires et nutritionnelles de la diététique, Lavoisier, (2005), 31-70.
2. Cayot, P., Lorient, D., Structures et technofonctions des protéines du lait. Tec and Doc Lavoisier, Paris, (1998), 53-87.
3. Algérie, Ministère du commerce., Arrêté interministériel relatifs aux spécifications techniques des yaourts et aux modalités de leur mise à la consommation,(Octobre 1998), 22-23.
4. Rasic, J.L., Kurmann, J.A., Fermented fresh milk products. Yoghurt. Scientific grounds, technology, manufacture and preparation, Technical Dairy Publishing House, Copenhagen, Denmark. Vol .1. (1978).
5. Helferich, W., Westhoff, D., History of yogurt, In: All About Yogurt, Helferich W et Westhoff D. Prentice-Hall Inc., Englewood Cliffs, New Jersey, (1980), 1-10.
6. Luquet, F.M., Corrieu,G., Bactéries lactiques, de la génétique aux ferments. Lavoisier, (2005), 3-111.
7. Jeantet, R., Les produits laitiers, Tec & Doc Lavoisier, (2002). 23-35.
8. Tamime, J.A., Robinson, R.K., Youghurt : Science and technology. Woodhead Publishing Ltd., Cambridge, (1999).
9. Anonyme., Manuel de transformation du lait. Paris. France, (1996).
10. Béal , C., Sodini, I., Fabrication des yaourts et des laits fermentés. Techniques de l'ingénieur, F-Article F6315, (2003).
11. Alais, C., Physique et physicochimie du lait. Les effets des traitements technologiques. In : Science du lait- Principes des techniques laitières. Edition SEPAIC, Paris, (1984), 247-310.
12. Casalis, J., Facteurs technologiques influençant la consistance, la texture, l'arome et le gout du yaourt. Industries Alimentaires et Agricoles, (1975), 1253-1262.
13. Corrieu, G., Luquet, F.M., Bactéries lactiques de la génétique aux ferments. Lavoisier, (2008), 271- 611.
14. Pette, J., Lolkema, H., Yoghurt, Acid production and aroma formation in yogurt. Netherlands Milk and Dairy Journal, (1950), 261-273.

15. Amoroso, M.J., Manca de Nadra, M.C., Growth and sugars utilization by mixed cultures of *Lactobacillus delbrueckii subsp.bulgaricus* and *Streptococcus salivarius subsp.thermophilus* isolated from Argentina Yogurt. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, (1992). 8 : 50-54.
16. Béal, C., Corrieu, G., On-line indirect measurements of biological variables and their kinetics during pH controlled batch cultures of thermophilic lactic acid bacteria. *Journal of Food Engineering*, (1995), 26: 511-525.
17. Moon, N.J., Reinbold, G.W., Commensalism and competition in mixed cultures of *Lactobacillus bulgaricus* and *Streptococcus thermophilus*. *Journal of Milk Food Technologie*, (1976), 39: 337-341.
18. Rajagopal, S.N, Sandine, W.E., Associative growth and proteolysis of *Streptococcus thermophilus* and *Lactobacillus bulgaricus* in skim milk. *Journal of Dairy Science*, (1990), 73 (4) : 894-899.
19. Sodini, I., Corrieu, G., Latrille, E., Identification of interacting mixed cultures of lactic acid bacteria by their exclusion from a model predicting the acidifying activity of non-interacting mixed cultures. *Journal of Applied Microbioly and Biotechnology*, 54: 715-718, (2000).
20. El-Abbassy, M.Z., Sitohy, M., Métabolic interaction between *Streptococcus thermophilus* and *Lactobacillus bulgaricus* in single and mixed starter yoghurts. *Die Nahrung*, (1993), 37 : 53-58.
21. Hamdan, I.Y., Kunsmann, J.E., Deane, D.P., Acetaldehyde production by combined yogurt cultures. *Journal of Dairy Science*, (1971), 54 :1080-1082.
22. Marshall, V.M., Cole, W.M., Mabbitt, L.A., Yoghurt made from single starter organisms using heat-or enzyme-treated milk or milk to which casein hydrolysate or sodium formate is added. *Journal of Dairy Research*, (1982), 49 : 147-152.
23. Ezzat, N., El Soda, M., Desmazeaud, M.J., Ismail, A., Peptide hydrolases from the Thermobacterium group of lactobacilli, II.-Physiological factors and enzyme production. *Milchwiss*, (1982), 37 : 666-668.
24. Koroleva, N.S., Kondratenko, M.S., Symbiotic starters *Streptococcus thermophilus* and *Lactobacillus bulgaricus*, In: XXI International Dairy Congress: Moscou, (1982), p. 146.
25. Bouzar, F., Cerning, J., Desmazeaud, M., Exopolysaccharide production and texture-promoting abilities of mixed strain stater cultures in yourt production. *Journal of Dairy Science* , (1997), 80: 2310-2317.

26. Cerning, J., Bouillanne, C., Landon, M., Desmazeaud, M.J., Comparison of exocellular polysaccharide production by thermophilic lactic acid bacteria. *Sciences des aliments*, (1990), 10: 443-451,
27. Martin, J.F., Frederickson, A.G., Switzer, R.L., Harold, F.M., Strobel, G.A., Medoff, G., Silverman, M., Simon, M.I., Ingraham, J.L., Balows, A., Biosynthesis of Polyene Macrolide Antibiotics., *Annual Review of Microbiology*, (1977), 31: 63.
28. Driessen, F.M., Protocooperation of yogurt bacteria in continuous cultures. *Special Publications of the Society for General Microbiology*, (1981) 5: 99-120.
29. Loones, A., Laites fermentés par les bactéries lactiques. In : De Roissard H et Luquet FM, *Bactéries Lactiques*. Lorica, Uriage, (1994), 135-154.
30. Abu-tarboush, H.M., Comparison of associative growth and proteolytic activity of yogurt starters in whole milk from camels and cows. *Journal of Dairy Science*, (1996). 79 : 366-371.
31. Radke-Mitchell, L.C., Sandine, W.E., Associative growth and differential enumeration of *Streptococcus thermophilus* and *Lactobacillus bulgaricus*: a review. *Journal of Food Protection*, (1984). 47: 245-248.
32. Courtin, P., Monnet, V., Rul, F., Cell-wall proteinases PrtS and PrtB have a different role in *Streptococcus thermophilus/Lactobacillus bulgaricus* mixed cultures in milk. *Microbiology*, (2002a), 148: 3413-3421.
33. Bottazzi, V., Battistotti, B., Vescovo, M., Continuous production of yoghurt cultures and stimulation of *Lactobacillus bulgaricus* by formic acid. *Milchwiss*, (1971), 26: 214-219.
34. Perez, P.F., De Antoni, G.L., Anon, C., Formate production by *Streptococcus thermophilus* cultures. *Journal of Dairy Science*, (1991), 74: 2850-2854.
35. Veringa, H.A., Galesloot, T.H.E., Davelaar, H., Symbiosis in yoghurt (II). Isolation and identification of a growth factor for *Lactobacillus bulgaricus* produced by *Streptococcus thermophilus*. *Netherland Milk Dairy Journal*, (1968), 22: 114-120.
36. Letord, C., Relation entre croissance azotée de deux bactéries lactiques thermophiles : *Streptococcus thermophilus* et *Lactobacillus delbrueckii subsp. bulgaricus*. In : *Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées*. Université de Poitiers, (2001). p. 148 pages.
37. Suzuki, I., Kato, S., Jitada, T., Yano, N., Morichi, T., Growth of *Lactobacillus bulgaricus* in milk, Cell elongation and the role of formic acid in boiled milk. *Journal of Dairy Science*, (1986). 69: 311-320.

38. Galesloot, T.H.E., Hassing, F., Veringa, H.A., Symbiosis in yoghurt (I). Stimulation of *Lactobacillus bulgaricus* by a factor produced by *Streptococcus thermophilus*, Netherland Milk Dairy Journal, (1968), 22 : 50-63.
39. Moreira, M.R., Abraham, A.G., De Antoni, G.L., Sodium formate stimulation of the proteolytic activity of lactobacilli grown at low temperature. *Milchwiss*, (1997), 52: 607-610.
40. Ascon-Reyes, D.B., Ascon- Cabrera, M.A., Cochet, N., Lebeault, J.M., Indirect conductance for measurements of carbon dioxide produced by *Streptococcus salivarius* spp. *thermophilus* TJ 160 in pure and mixed cultures. *Journal of Dairy Science*, (1995). 78: 8-16.
41. Drissen, F.M., Kingma, F., Stadhouders, J., Evidence that *Lactobacillus bulgaricus* in yogurt is stimulated by *Streptococcus thermophilus*. *Netherlands Milk and Dairy Journal*, (1982). 36: 135-144.
42. Juillard, V., Desmazeaud, M., Spinnler, H.E., Mise en évidence d'une activité uréasique chez *Streptococcus thermophilus*, *Journal of Microbiology* , (1988), 34 : 818-822.
43. Higashio, K., Yoshioka, Y., Kikuchi, T., Isolation and identification of growth factor of *Streptococcus thermophilus* by *Lactobacillus bulgaricus*. *Journal of Agricultural chemical Society of Japan*, (1977), 51: 203-208.
44. Rao, D.R., Reddy, A.V., OPulusani, S.R., Cornwell, P.E., Biosynthesis and utilization of folic acid and vitamine B12 by lactic acid cultures in skim milk. *Journal of Dairy Science*, (1984). 67: 1169-1174.
45. Benthin, S., Villadsen, J., Different inhibition of *Lactobacillus delbrueckii subsp. bulgaricus* by D-and L-lactic acid: effects on lag phase, growth rate and cell yield. *Journal of Applied Bacteriology* , (1995), 78: 647-654.
46. Tamime, A.Y., Robinson, R.K., *Yoghurt science and technology*, 2nd edition, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, (1999).
47. Algérie, Arrêté interministériel relatif aux températures et procédés de conservation par réfrigération, congélation ou surgélation des denrées alimentaires, (Novembre 1999) p.15.
48. Van marle, M.E., *Structure and rheological properties of yoghurt gels and stirred yoghurts*, Thèse de doctorat University of Twente, 1998.
49. Debry, G; *Lait, Nutrition et Santé*, Technique & Documentation, (2001), 47-83.
50. Cayot, P., Lorient, D., *Traitements mécaniques. Structures et technofonctions des protéines du lait*. Paris, Technique et Documentation, Lavoisier, (1998), p.149- 157.

51. Ono, T., Obata, T., A model for the assembly of bovine casein micelles from F2 and F3 subunits. *Journal of Dairy Research*, (1989), 56: 453-461.
52. Gaucheron, F., *Minéraux et Produits Laitiers*. Lavoisier,(2004). 301- 467.
53. Heertje, I., Visser, J., Smits, P., Structure formation in acid milk gels. *Food microstructure*, (1985), 4, 267-277.
54. Visser, J., Minihan, A., Smits, P., Tjian, S.B., Heertje, I., Effects of pH and temperature on the milk salt system. *Netherlands Milk Dairy Journal*, (1986), 40, 351-368.
55. Saint-Eve, A., Juteau, A., Atlan, S., Martin.,N., Souchon, I., Complex viscosity induced by protein composition variation influences the aroma release of flavored. Stirred yogurt. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, (2006), 54: 3997-4004
56. Tamime, A.Y., Kalab, M., Davies, G., Microstructure of set-style yogurt manufactured from cow's milk fortified by various methods. *Food Microstructure*, (1984), 3, 83-92.
57. Puvanenthiran, A., Williams, R.P.W., Augustin, M.A., "Structure and visco-elastic properties of set yoghurt with altered casein to whey ratios". *International dairy journal*, (2002), 12 (4): 383-391.
58. Remeuf, F., Mohamed, S., Sodium, I. and Tissier, J.P., "Preliminary observations on the effects of milk fortification and heating on microstructure and physical properties of stirred yogurt". *International dairy journal*, (2003), 13 (9): 773-782.
59. Morr, C.V., *Functional properties of milk protein and their use as food ingredient*, Applied science publishers, London, (1982). 375.
60. Kessler, H.G., The structure of fermented milk products as influenced by technology and composition. In *texture of fermented milk products on dairy dessert*. Proceedings of the IDF symposium. Vincenzo. Italy. (May 1997), 93-105.
61. Doublier, J.L., Thibault, J.F., Axelos, M.A.N., *Agents épaississants et gélifiants de nature glucidique. Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agro-alimentaires*. Deuxième édition. Multon, J.L.(Eds). Technique et documentation. Lavoisier. Paris. (1992), 373-414.
62. Pérez, S., Mazeau, K., Hervé Du Penhoat, C., The three dimensional structures of the pectine polysaccharides. *Plant physiology and Biochemistry*, (2000), 38, 37-55.
63. Moll, M., Moll, M., *Additifs alimentaires et auxiliaires technologiques*. 2^{ème} édition. Dunod, (1998), 218 p.
64. Rizzotti., *Les agents de texture, épaississants, gélifiants, stabilisants*. Industries Agro Alimentaires, (1994), 563-573.

65. Degussa., Texturant systems, (2003) , Site internet http://www.texturant-systems.com/skw_texturant/html/skw_texturant/html.
66. Multon, J.L ., Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agro-alimentaires, (2002).
67. Roudot, A.C., Rhéologie et analyse de la texture, Technique & documentation (2002), 31-71
68. Le Neindre, B., Viscosité. Définitions et dispositifs de mesure, Techniques de l'ingénieur, Base documentaire (K 478) « Constantes physico-chimiques ». (2004).
69. Wolff, C., Viscosité. Techniques de l'ingénieur, Base documentaire (R2350) « Mesures physiques », (1994).
70. Scher, J., Rhéologie, texture et texturation des produits alimentaires (F3300) , Techniques de l'ingénieur, (Décembre, 2006).
71. Couarraze, G., Grossiord, J.L., Initiation à la rhéologie (3e édition), Éditions Tec et Doc, collection Sciences et Techniques, (2000).
72. Midoux,N., Mécanique et rhéologie des fluids en genie chimique, Technique et documentation (Lavoisier), 2ème édition,(1988), 513p
73. De Lorenzi, L., Pricl, S., Torriano, G., Rheologie behaviour of low-fat and full-fat stirred yoghurt. International Dairy Journal, (1995), 5, 661-671.
74. Rohm, H., Kovac, A., Effects of starters cultures on small deformation rheology of stirred yoghurt, *Lebensm-wwiss u.-Technology*, (1995), 28,19-322.
75. Hirano, R., Hirano, M., Oooka, M., Hatanaka, K. ,Effects of lactoperoxidase on gelation properties of yogurt. Food Research International, Volume, 31, (1998), N° 1, 1-9.
76. Lucey, J.A., Tamehana, M., Munro, P.A., A comparison of the formation Formation, rheological properties and microstructure of acid skim milk gels made with a bacterial culture or glucono- δ -lactone. Food Research International , (1998), Volume, 31, N° 2, 145-155.
77. Deeth, H.C, Tamime, A.Y., Yogurt : Nutritive and therapeutic aspects. Journal of Food Protection, (1981), 44: 78-86.
78. Larreta-Garde.V., Enzymes en agroalimentaires, Technique et documentation, (1997), 63-70.
79. Kalagridou-Vassiliadou, D., Lipolytic activity and heat resistance of extracelular lipase of some Gram- bacteria. *Milchwiss*, (1984), 84: 601-603.

80. Crow, V.L., Holland, R., Pritchard, G.G., Coolbear, T., The diversity of potential cheese ripening characteristics of lactic acid bacteria. 2. the levels and subcellular distributions of peptidase and esterase activities. *International Dairy Journal*, (1994), 4: 723-742.
81. Formisano, M., Coppola, S., Percuoco, G., Percuoco, S., Zoina, A., Lipolytic activity of *Streptococcus thermophilus* and of *Lactobacillus bulgaricus*. *Nuovi Ann Ig Microbiology*, (1974), 25:223-227.
82. Gobbetti, M., Lanciotti, R., De Angelis, M., Corbo, M.R., Massini, R., Fox, P., Study of the effects of temperature, pH, NaCl, and a_w on the proteolytic and lipolytic activities of cheese-related lactic acid bacteria by quadratic response surface methodology. *Enzyme Microbiology Technology*, 25: 795-809.
83. Dacosta, Y., *La bio-protection des aliments, Technique et documentation*, (2000). 1-30.
84. Beaufre B. - Proteins alimentaire aussi une question de temps. *Chloe-Doc. CERIN*, n° 72, (2002).
85. Boss C., Gaudichon C., Tome D. - Nutritional and physiological criteria in the assessment of milk protein quality for human. *J A M college of nutrition*; 2000, 19- 2: 191S-205S.
86. Kashyap S., Heird W.C. - Protein requirements of low birthweight, very low birthweight and small for gestational age infants. In: *Protein metabolism during infancy*. Raiha NCR. Nestec. Ltd. Vevey. Raven press. New York; 1994, Workshop, series 33.
87. Boss C., Benamouzig R., Bruthat A. - Short-term protein and energy supplementation activates nitrogen kinetics and accretion in poorly nourished elderly subjects. *Am. J. Clin. Nutr*; 2000, 71, 5: 1129-37.
88. Stamler J., Caggiula A., Grandits G. - A relationship to blood pressure of combination of dietary macronutrients. Finding of the multic risk factor intervention trial (MRFIT). (*Circulation*; 1996, 94: 2417-2423.
89. Baba N.H., Sawaya S., Torbay N., Habbal Z., Azar S., Hashim S.A. - High protein diet vs high carbohydrate hypoenergetic diet for the treatment of obese hyperinsulinemic subjects. *Int.J.Obes. Relat.Metab. Disord*; 1999, volume 23; 11: 1202-1206.
90. Jean C., Rome C., Mathe V., Huneau J.F., Aattouri N., Fromentin G., Larue- Achagiotis C., Tome D. - Metabolic evidence for adaptation to high protein diet in rat. *J.Nutr*; 2001 volume 131: 91-98.
91. Apfelbaum M. - Metabolic effects of low and very low calorie diet. *int. j.Obes.*, 1993, 17:13-16.

92. Chow W. H., Gridley G., Mclaughlin J.K., Mandel J.S., Wacholder S., Blot W.J., Niwa S., Fraumeri J.F. - Protein intake and risk of renal cell cancer. *J. Natl. Cancer. Inst.*, 1994, 86: 1131-1139.
93. Petzke K.J., Elsner A., Proll J., Thielecke F., Metges C.C., - Long term high protein intake does not increase oxidative stress in rats. *J. Nutr*; (2000), volume 130: 2889-2896.
94. Rudman D. - Kidney senescence: a model for aging. *Nutr. Rev*; (1988), volume 46: 209-214.
95. Food and Agriculture Organization / World Health Organization / United Nations University. - Protein quality evaluation. Food and Agricultural organization of the United Nations, FAO Food and Nutrition. Rome; (1990), Paper 51.
96. Rigaud D., Giachetti I., Deheeger M., Bory J.M., Volatier J.L., Lemoine A., Cassuto D.A. - Enquete française de consommation alimentaire I. Energie et macronutriments. *Cah Nutr Diet.*, (1997), 32: 379-389.
97. Food and Agriculture Organization / World Health Organization / United Nations University. - Energy and protein requirements. WHO Tech Rep Ser, WHO; (1985), n°724 Geneve.
98. Reirat, A., Nutritional supply of proteins and absorption of their hydrolysis products – consequences on metabolism. *Proceedings of the nutrition society*, (1993), 52 (2): 335-344.
99. Mahe, S., Messing, B., Digestion of bovine milk proteins in patients with a high jejunostomy. *American Journal of Clinical Nutrition*, (1991), 54: 534-538.
100. Mahe, S., Roos, N., Gastrojejunal kinetics and the digestion of [N-15] betalactoglobulin and casein in humans: The influence of the nature and quantity of the protein, *American Journal of Clinical Nutrition*, (1996), 63(4): 546-552.
101. Boirie, Y., Dangin, M., Slow and fast dietary proteins differently modulate postprandial protein accretion, *Proceeding of the National Academy of Sciences of the USA*, (1997), 94 (26) : 14930-14935.
102. Roberfroid, M.B., Coxam, V., Delzenne, N., *Aliments fonctionnels*, Collection Sciences et techniques agroalimentaires, 2^e Edition. (2008)
103. Baufrière, B., Apports protéiques alimentaires et renouvellements protéiques, Colloque de l'institut Français de la nutrition (Février, 1997), Paris.
104. Schimmerling, P., Sisson, J.C., Zaidi, A., *Pratique des plans d'expériences*, Technique et documentation, (1998).

105. Fisher, R.A., Statistical methods for research Workers Oliver and Boyd,(1925).
106. Fisher, R.A., The design of experiments Oliver and Boyde,(1935).
107. Benoist, D., Relations entre plans d'expériences, I.S.U.P. Thèse, (1970).
108. Goupy,J., Plans d'expériences : les mélanges, DUNOD, (1999).
109. Goupy,J., Plans d'expériences pour surface de réponse, DUNOD, (1999).
110. Cornell, J.A., «Experiment with Mixtures» , John Wiley and Sons, New-York. (1981).
111. Chauvel, A.M., Résoudre un problème-Méthodes et outils pour une meilleur qualité,DUNOD, (1992).
112. Goupy, J., "Pratiquer les Plans d'Expériences", Dunod, Paris. 560 pages. (2005).
113. Tenenhaus, M., "La régression PLS. Théorie et pratique" , 254 pages (1998.)Paris. ISBN 2-7108-0735.
114. Inconnu., Manuel suisse du contrôle de la qualité et la répression des fraudes, (1977)
115. Couarraze,G., Grossiord.J.L ., Initiation à la rhéologie, technique et documentation, Lavoisier, (1983).
116. ISO 5492., Norme international ISO 5492, Analyse sensorielle,Vocabulaire, In Contrôle de la qualité des produits alimentaires, (1995), AFNOR,Paris.
117. Jimoh, K.O., Kolapo, A.L., Effect of different stabilizers on acceptability and shelfstability of soy-yogurt. *African Journal of Biotechnology*, Vol. 6(8), (2007), 1000-1003.
118. Nongonierma, A.B., Springett, M., Le Quéré, J.L., Cayot, P., Voilley, A., Flavour release at gas/matrix interfaces of stirred yoghurt models. *International Dairy Journal*,16, (2006), 102-110.
119. ISO 13580, Norme internationale ISO 13580, Yogurt-Determination of total solids content (Refrence method), (2005).
120. ISO 11869., Norme internationale ISO 11869, Yaourt- Détermination de l'acidité titrable, (1997).
121. ISO 1736., Norme internationale ISO 1736, Détermination de la teneur en matière grasse-lait sec, (1994).
122. ISO 8968-1 ., Norme internationale ISO 8968-1, Détermination de la teneur en azote-lait , Méthode de kjeldahl, (2001).
123. NA 2683- FIL/IDF-29., Norme Algérienne NA2683., Détermination de la teneur en caséines- lait, (1993).
124. NA 5903- ISO 7889., Norme Algérienne NA 5903., Yaourt- Dénombrement de la flore caractéristique, (1993).

125. Algérie, Ministère du commerce., Arrêté rendant obligatoire une méthode de dénombrement des micro-organismes caractéristiques par une technique de comptage des colonies à 37°C dans le yaourt, Journal officiel N°43, (Juillet, 2004).
126. ISO 7218 ., Norme internationale., Microbiologie des aliments, règles générales pour les examens microbiologiques, (2001).
127. De Man, J.C., Rogosa, M., Sharpe, M.E., The enrichment, cultivation and isolation of *Lactobacillus* species from all types of materials. *Applied . Bacteriology* 23. 130-135 (1960).
128. Algérie, Ministère du commerce., Arrêté rendant obligatoire la méthode de dénombrement des organismes microbiens pour le lait fermenté, Journal officiel N°32, (2004).
129. ISO 4832, Norme internationale ISO 4832., Microbiologie des aliments- Méthode horizontale pour le dénombrement des coliformes- Méthode par comptage des colonies, (2006).
130. ISO 5541/1, Norme internationale ISO 5541/1., Lait et produits laitiers- dénombrement des coliformes – partie1: Technique par comptage des colonies obtenues à 30°C, (1986).
131. ISO 8261., Norme internationale ISO 8261., Lait et produits laitiers- Préparation des échantillons pour essai et des dilutions en vue de l'examen microbiologique, (1989).
132. NF V 08-017., Norme Française., Microbiologie alimentaire- Directives générales pour le énombrement des coliformes fécaux et d'*Escherichia coli*, (1980), AFNOR.
133. ISO 6888-1., Norme internationale ISO 6888-1., Méthode horizontale pour le dénombrement des Staphylocoques à Coagulase positive (*Staphylococcus aureus* et autres espèces), (1999).
134. ISO 6579., Norme internationale ISO 6579., Méthode horizontale pour la recherche des Salmonelles, (2002).
135. Algérie, Ministère du commerce, Arrêté rendant obligatoire une méthode de recherche des salmonelles dans le lait et les produits laitiers, (Janvier, 2005).
136. ISO 7954., Norme internationale ISO 7954, Microbiologie- directives générales pour le dénombrement des levures et moisissures- Technique par comptage des colonies à 25°C, (Aout, 1988).

LISTE D'ABREVIATIONS

- ✚ **FAO:** Food and Agriculture Organization of the United Nations.
- ✚ **FIL:** Fédération Internationale de Laiterie.
- ✚ **MEB:** Microscope Électronique à Balayage.
- ✚ **MG:** Matière grasse.
- ✚ **MSR:** Méthodologie des Surfaces de Réponses.
- ✚ **NEP:** Programme de Nettoyage En Place.
- ✚ **OMS:** Organisation Mondiale de Santé.
- ✚ **ONS :** Office National des Statistique.
- ✚ **pH:** Potentiel Hydrogène.
- ✚ **P_i :** Point isoélectrique.
- ✚ **PLS:** Partial Least Squares.

LISTE DES SYMBOLES

- ✚ τ : Contrainte tangentielle.
- ✚ $\vec{\gamma}$: Gradient de vitesse.
- ✚ η : Viscosité dynamique.
- ✚ K : Indice de consistance.
- ✚ n : Indice d'écoulement.
- ✚ x_i : La teneur en constituant i .
- ✚ a : Coefficients du modèle mathématique.
- ✚ R^2 : Coefficient d'ajustement du modèle.
- ✚ Q^2 : Coefficient de prédiction.
- ✚ y_i : Réponse (caractéristique) mesurée au point i ;
- ✚ \bar{y} : Moyenne de l'ensemble des réponses y_i mesurées;
- ✚ e_i : Résidu au point i ;
- ✚ \hat{y}_i : Réponse prédite par le modèle au point i ;
- ✚ h_i : La variance de prédiction au point i .