

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE SAAD DAHLAB – BLIDA 1



Faculté des Sciences et Technologie
Département de Génie des Procédés

Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de Master dans le domaine
Filière : Sciences et Technologie

Option : Génie des polymères

Thème

Mise en valeur d'un dérivé de l'industrie laitière pour
la formulation d'un produit cosmétique

Présenté par :

- **KENNOUDI CHAIMA**

Encadré par :

- **M_r MOULOIUD Kkir eiddine**
- **M_r FETTAKA Mouhammed**

2022_2023

Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens à exprimer ma profonde gratitude à notre cher professeur et encadreur Mr FETTAKA MOHAMED pour son suivi et pour son énorme soutien, qu'il n'a cessé de nous prodiguer tout au long de la période du projet.

Je tiens à remercier également mon encadreur Mr MOULOUD KHEIREDDINE pour le temps qu'il a consacré et pour les précieuses informations qu'il m'a prodigué avec intérêt et compréhension.

J'adresse aussi mes vifs remerciements aux membres du jury pour avoir bien voulu examiner et juger ce travail. Mes remerciements vont à tout le personnel que j'ai contacté durant mon stage.

Je ne laisserai pas cette occasion passer, sans remercier tous les enseignants et le personnel de la Faculté de Technologie et particulièrement ceux du Département de Génie des Procédés pour leur aide et leurs précieux conseils et pour l'intérêt qu'ils portent à ma formation.

Enfin, mes remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de ce projet.

Je dédie ce travail

A mes chers parents

Pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études

A mes chères sœurs

YASMINA et AMINA pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral,

A mes chers frères pour leur appui et leur encouragement,

A mon bras droit

MANEL

A mes amis

Hiba, Fadwa

A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire,

Merci d'être toujours là pour moi.

ملخص :

يبحث هذا المشروع عن طرق لإضافة قيمة إلى منتجنا الرئيسي، مصل اللبن، الذي يأتي من صناعة الجبن. كانت المرحلة الأولى من العمل تتمثل في البحث عن عمليات مختلفة لفصل مكونات مصل اللبن واستخداماتها المحتملة في مستحضرات التجميل العضوية. تضمنت المرحلة الثانية تركيب هلام لتطبيقه على الجلد ولقد أظهرت الاختبارات الريولوجية المختلفة التي تم إجراؤها أن المنتج كان مستقرًا.

Résumé :

Dans le cadre de ce projet on envisage une forme de valorisation de notre produit principal qui est le lactosérum, issu de l'industrie fromagère

La première étape du travail a consisté à rechercher différents procédés permettant la séparation des constituants du lactosérum ainsi que leurs possibles voies de valorisation pour produit cosmétique bio. Dans un second temps une formulation a été réalisé il s'agit d'un gel pour application cutanée. Les différents tests rhéologique réalisés montrent une stabilité du produit réalisé.

Abstract :

As part of this project, we are considering a form of valorization of our main product, whey from the cheese industry.

The first stage of the work consisted in researching different processes allowing the separation of the whey constituents as well as their possible recovery routes for organic cosmetic products. In a second time a formulation has been made it is a gel for cutaneous application. The various rheological tests performed show a stability of the product performed.

Table des Matières

Table des Matières

Introduction Général	1
Chapitre 1 : Généralités sur le lactosérum	
1.1 Historique :	2
1.2 Le lactosérum	2
1.2.1 Les Différents Types de lactosérum :	3
1.2.2 La composition du lactosérum.....	4
1.3 Séparations des principaux constituants du lactosérum	10
1.3.1 Extraction des protéines :.....	10
1.3.2 Extraction du lactose :.....	11
1.4 Valorisations du lactosérum et de ses composés	11
1.4.1 Valorisation pharmaceutique et cosmétique	11
Chapitre 2 : Domaine cosmétique	
2.1 Introduction	15
2.2 Les propriétés émulsifiantes des protéines :	16
2.3 Concept de biocompatibilité.....	17
2.4 Emulgel.....	19
2.5 Les types d'émugels	19
2.6 Avantage des émugels :	19
2.6.1 La formulation des émugels :	20
2.6.2 Les dérivés cellulosiques	21
2.7 Paramètres d'évaluation	22
Chapitre 3 : Matériel et méthodes	
3.1 Partie expérimentale	24
3.2 Présentation de l'étude.....	24

3.2.1	Période de l'étude	24
3.2.2	Lieu de l'étude	24
3.2.3	Echantillonnage	24
3.2.4	Présentation des produits (Annexe1)	24
3.2.5	Matériel	25
3.2.6	Matières premières	25
3.3	Méthodes d'étude	26
3.3.1	Obtention la matière première (lactosérum) :	26
3.3.2	Préparation de l'émulgel :	26
3.3.3	Réalisation de l'émulgel :	27
3.4	Analyses physiques des Emulgels formulées :	28

Chapitre 04 : Résultats et interprétation

4.1	Résultats et interprétation des analyses physico-chimique des matières premières	33
4.1.1	Analyse physico-chimique du lactosérum brut :	33
4.2	Résultats et interprétation des analyses rhéologiques des émulseles	35
4.2.1	Test des Températures :	35
	Conclusion Général	51
	Références bibliographique	53

Liste des Figures

Liste des Figures

Figure 1.1 : Lactosérum	3
Figure 1.2 : Production des différents types de lactosérum	4
Figure 1.3 : Lactose	6
Figure 1.4 : Propriétés idéales des excipients.....	12
Figure 1.5 : Prix FOB (Free on board = sans frais à bord) en Europe de l'ouest et aux USA de	14
Figure 1.6 : Volumes des exportations mondiales de la PL	14
Figure 2.1 : Méthode de préparation de Emulgel	21
Figure 3.1 : L'émulgel après l'agitation par (Ultraturrax)	27
Figure 3.2 : Procédé de préparation de l'émulgel.....	28
Figure 3.3 : Rhéomètre	29
Figure 3.4 : PH mètre	31
Figure 3.5 : Centrifugeuse	32
Figure 4.1 : Courbes rhéologiques de cisaillement élastique G' et de cisaillement visqueux G'' d'émulgel (référence).....	37
Figure 4.2 : Courbes rhéologiques de cisaillement élastique G' et de cisaillement visqueux G'' de émulgel (HEC).....	39
Figure 4.3 : !!!!!!!!!!!	41
Figure 4.4 : !!!!!!!!!!!.....	43
Figure 4.5 : !!!!!!!!!!!.....	45
Figure 4.6 : !!!!!!!!!!!.....	46
Figure 4.7 : !!!!!!!	48
Figure 4.8 : !!!!!!!	49
Figure 4.9 : !!!!!!!.....	51

Liste des Tableaux

Liste des Tableaux

Tableau 1-1 : La composition moyenne du lactosérum doux et acide	5
Tableau 1-2 : Caractéristiques physicochimiques des protéines du lactosérum	8
Tableau 1-3 : Quantités des principales vitamines présentes dans le lactosérum	10
Tableau 4-1 : Analyse Physique-Chimiques du lactosérum.....	33
Tableau 4-2 : Graphe des courbes rhéologiques de cisaillement élastique G' et de cisaillement visqueux G'' d'émulgel (HPMC)	35

Liste des Abréviations

Symboles et Abréviation

HEC : Hydroxyéthyl cellulose

HPMC : Hydroxypropyl Methyl Cellulose

L : litre

g : gramme

T C° : température en degré Celsius

ml : millilitre

m : masse

mg : milligramme

DCO : Demande Chimique en Oxygène

v : volume

MG : matières grasses

Pd : poudre de lactosérum

(s.d) : Dossier technique

H/E : huile dans l'eau

-G' : cisaillement élastique

- G'' : cisaillement visqueux

- η : viscosité

- γ : déformation

- τ : contrainte seul

- ω : fréquence

Introduction Général

Le lactosérum, coproduit de l'industrie fromagère, est composé principalement de lactose, protéines et sels minéraux. Malgré sa composition intéressante, celui-ci présente des inconvénients puisque c'est un polluant qui ne peut être rejeté dans la nature et dont le transport est coûteux.

Autrefois considéré comme déchet de la fabrication fromagère et donc comme sous-produit, le lactosérum est désormais considéré comme un produit principal. Représentant au moins 85% du lait transformé en fromage, sa valorisation est un enjeu à la fois économique et écologique puisqu'il possède une Demande Chimique en Oxygène (DCO) de 50 à 70g/L, ce qui en fait donc un polluant majeur, ne pouvant plus être rejeté dans la nature. L'intérêt relativement nouveau pour ce produit résulte essentiellement de sa composition riche en protéines, en lactose et en vitamines hydrosolubles.

Le lactosérum frais, sous forme liquide, n'est pas facilement valorisable pour la consommation humaine et n'est donc quasiment pas utilisé sous cette forme. Néanmoins, plusieurs produits à haute valeur ajoutée ont vu le jour depuis 1970, sous une forme concentrée et fractionnée de ce lactosérum. C'est notamment le cas des protéines, grâce à leurs propriétés technico-fonctionnelles et nutritionnelles particulièrement intéressantes en Industrie Alimentaire.

Notre mémoire sera présenté comme suit :

Des généralités sur le lactosérum seront données au chapitre 1.

Le second chapitre portera sur les produits cosmétiques.

Le chapitre III est consacré au matériel et méthode utilisés au cours de ce travail.

Les différents résultats et interprétation sont mentionnés au chapitre IV.

En fin on terminera par une conclusion générale.

Chapitre 1 : Généralités sur le lactosérum

1.1 Historique :

Le petit-lait a été découvert il y a environ 3000 ans, lorsque les estomacs des veaux étaient utilisés pour stocker et transporter le lait. Grâce à l'action de l'enzyme naturelle chymosine (présure) présente dans celles-ci, le lait coagulait pendant le stockage et le transport, ce qui donnait du caillé et du lactosérum (1).

Le lactosérum est la partie aqueuse du lait obtenue par coagulation acide, thermique ou enzymatique sous l'action de la présure. C'est un liquide opaque ayant une couleur jaune-verdâtre comme le montre la figure 01, avec une teneur en solide généralement de 6 à 6.5% (Poids/Volume) soit en mg/L . (2).

La fabrication des fromages nécessite une étape de coagulation de la caséine par une acidification du lait obtenu par ajout de ferments lactiques ou par actions de la présure. Traditionnellement, l'opération qui suit l'étape de coagulations consiste à séparer la phase coagulée du reste du lait au cours d'une opération d'égouttage ; la fraction liquide ainsi recueillie s'appelle le lactosérum (3).

1.2 Le lactosérum

Le lactosérum, également appelé (petit lait), est un sous-produit liquide de couleur jaune verdâtre, contenant une quantité importante de protéine de lait environ 20% et riche en éléments nutritifs (4). La production de 10 L de lait permet d'obtenir 1 kg de fromage et 9 L de lactosérum soit 600 g de poudre de lactosérum (5) (**Figure 1.1**).



Figure 1.1 : Lactosérum (6)

1.2.1 Les Différents Types de lactosérum :

Le lactosérum doit être considéré comme un produit dérivé plutôt qu'un sous-produit de la fabrication des fromages, ou de la caséine. On distingue trois types :

- Lactosérum acide
- Lactosérum doux
- Lactosérum de protéine

a Lactosérum des protéines

Certaines fromageries réalisent une opération de dépoétisation partielle de leur sérum doux ou acide en vue de réincorporer des protéines sériques dans le lait ce qui assure un meilleur rendement en fromage.

En plus de ces trois types de lactosérum, on peut rencontrer d'autres types :

- Le lactosérum de CHEDDAR qui est un sérum doux analogue au sérum d'Emmental.
- Le lactosérum de protéine doux d'ultrafiltration. Le sérum doux et le sérum acide sont les plus réponsus, cependant la composition diffère suivant l'origine du lactosérum qu'il soit de type acide ou type doux.

En effet, le lactosérum acide renferme une plus grande quantité d'acide lactique, de calcium et de phosphore que le lactosérum doux. (7).

L'organigramme suivant (**Figure 1.2**) résume les différentes voies d'obtention des lactosérums :

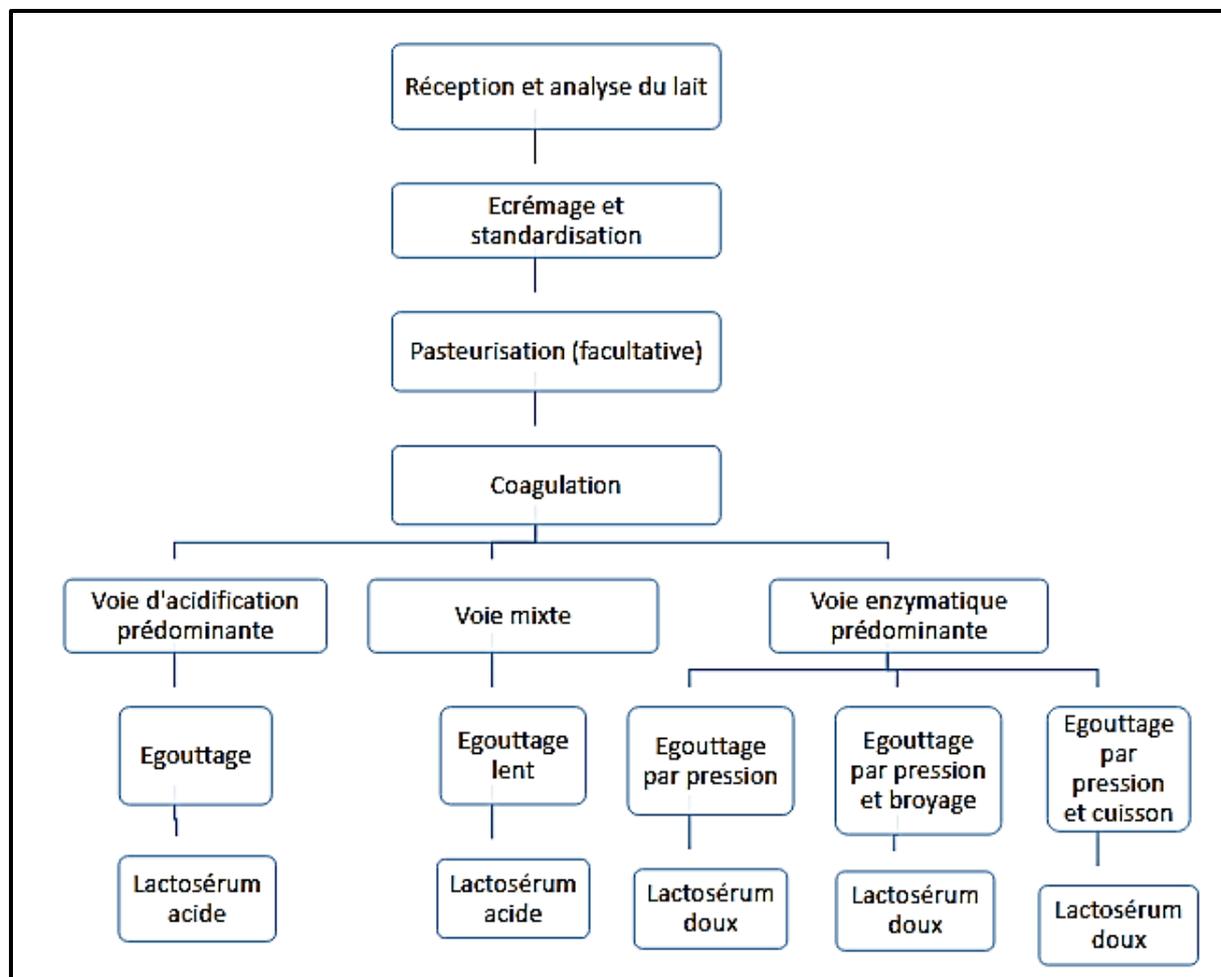


Figure 1.2 : Production des différents types de lactosérum (42)

1.2.2 La composition du lactosérum

Selon le procédé de coagulation et la composition initiale du lait (la saison, la race des animaux, le type d'alimentation, etc..) la composition du lactosérum peut varier sensiblement (**Tableau 1.1**).

	Lactosérum doux (%)	Lactosérum acide (%)
pH	6,3	4,6
Eau	93	93,5
Lactose	4,77	4,71
Protéines	0,82	0,75
Matière Grasse (MG)	0,07	0,03
Acides lactiques	0,15	0,55
Cendres	0,53	0,69
Calcium	0,05	0,13
Sodium	0,07	0,06
Potassium	0,13	0,15
Phosphore	0,06	0,09

Tableau 1-1 : La composition moyenne du lactosérum doux et acide (8)

D'après le tableau ci-dessus on constate que les lactosérums sont riches en lactose et potassium. Dans le lactosérum acide une partie du lactose a été transformé en acide lactique, les lactosérums doux sont pauvres en calcium (reste dans le cahier pour participer à la coagulation des protéines), alors que les lactosérums acides sont riches en calcium (9).

a Lactose :

Le lactose est le constituant majeur de la matière sèche du lait et du lactosérum dont il représente 80% de la matière sèche. C'est un glucide réducteur appartenant au groupe des diholosides (10).

Le disaccharide que l'on trouve dans le lait est le lactose ou sucre de lait. Il est synthétisé dans les glandes mammaires des animaux à partir du glucose sanguin et utilisé pour l'alimentation des nourrissons et les régimes spéciaux. Lorsqu'il est hydrolysé par l'enzyme lactase ou par un acide, le lactose forme une molécule de glucose et une molécule de galactose (11). Le lactose est formé par l'union d'une molécule de α et β glucose et d'une molécule de β galactose par une liaison osidique (**Figure 1.3**).

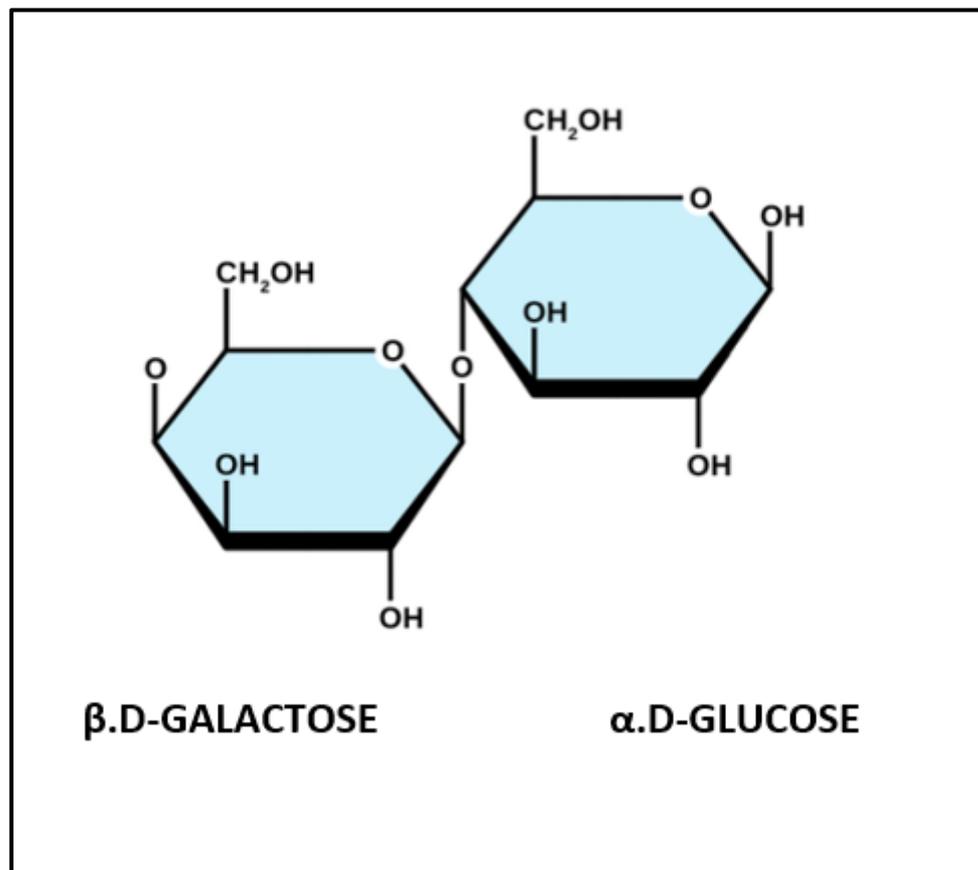


Figure 1.3 : Lactose

- Le lactose peut se cristalliser sous forme α anhydre, α monohydrate et β amorphe.

- Il se caractérise par un bas point de fusion 202C° pour la forme nom hydratée et 252C°.

Pour la forme amorphe avec pouvoir sucrant faible (**Figure 1.1**). À titre de comparaison :

- Le fructose à l'indice : 120.
- Le saccharose : 100.
- Le glucose : 75 et le lactose seulement 17.

b Les minéraux :

Bien que selon certaine pratique fromagère il y a ajout de sel, ce dernier avec toutes les matières minérales en solution dans le lait se retrouve dans le lactosérum. Les 8% à 10% des matières salines de l'extrait sec de sérum sont constitués pour plus de 50% de chlorures de sodium et de potassium et pour le reste, différents sels de calcium, principalement sous forme de phosphate de calcium.

D'après, ces sels minéraux constituent en quelques sortes les éléments indésirables du sérum. En effet, il semblerait qu'une quantité relativement élevée constitue un obstacle à l'utilisation du lactosérum dans l'alimentation humaine et infantile. Elle est également un écueil pour les traitements technologiques, notamment en vue de préparation de lactose pur et des protéines. Il est donc avantageux de déminéraliser le sérum partiellement grâce à des techniques physico-chimiques, telle que l'électrodialyse.

c Les protéines du lactosérum :

Bien que le lactosérum soit source d'une variété de nutriments, ce sont les protéines qui constituent son principal intérêt. Cela est expliqué par leurs multiples propriétés biologiques et fonctionnelles. Au niveau biologique, les protéines de lactosérum connues comme étant une excellente source d'acides aminés branchés, d'acides aminés essentiels, elles ont une valeur biologique qui dépasse celle de l'œuf, souvent utilisé comme protéine de référence. On accorderait également des propriétés anticancéreuses, antimicrobiennes, antivirales et modulatrices du système immunitaire humain à des fractions et hydrolysats spécifiques de protéines de lactosérum (12).

Par contre, si ces utilisations nutritives et nutraceutiques sont prometteuses, ce sont surtout les propriétés fonctionnelles des protéines du lactosérum qui retiennent l'attention. C'est

le cas des autres propriétés se rapportant à la formation des gels, à la stabilisation des émulsions et des mousses ou à la stabilisation ou l'interaction avec d'autres protéines. Un résumé de quelques propriétés des différentes protéines sériques est présenté au **Tableau 1.2**.

Protéines	% de protéines	Concentration (g /L)	Poids moléculaire (KDa)	Point isoélectrique
β -Lg	50-55	3.3	18.4	5.13
α -La	20-25	0.7	14.2	4.2-4.5
Ig	10-15	0.7	161-1000	5.5-8.3
GMP	10-15	1	7	3.08-3.58
BSA	5-10	0.3	66.4	4.7-4.9
LF	1-2	0.1	76.1	8.81
LP	0.50	0.03	78	7.7-9.6

Tableau 1-2 : Caractéristiques physicochimiques des protéines du lactosérum (16)

Les valeurs présentées pour ces propriétés sont approximatives puisqu'elles dépendent de la composition et l'origine du lactosérum. Les protéines du lactosérum présentent une source riche en acides aminés, La β -lactoglobuline, absente dans le lait humain, possède tous les acides aminés naturels et comporte 58% d'acides aminés indispensables. Elle présente un dipeptide (Glu-Cys) qui peut servir à la synthèse du glutathion, très impliqué dans les réactions d'oxydo-réduction cellulaires, et elle peut aussi servir de transporteur pour la vitamine A et la vitamine D.

Du fait de sa forte concentration et de sa composition, elle est la protéine du lactosérum ayant la plus forte valeur nutritive. L' α -lactalbumine contient également tous les acides aminés naturels et 57% d'acides aminés indispensables. Une stimulation des défenses immunitaire, des

dites « anti-cancéreuses » et antivirales ainsi qu'un peptide bactéricide sont caractéristiques de cette protéine.

La lactoferrine, quant à elle, est une métalloprotéine qui peut se lier à deux atomes de fer ferrique et permet donc son transport et son absorption. En jouant sur le taux de fer, la lactoferrine bovine peut avoir un rôle antibactérien.

La matière grasse

Le lactosérum contient très peu de matières grasses (MG) : 0.3 g pour 100 g de lactosérum liquide. Cette quantité est en principe négligeable ; dans la pratique, le lactosérum est considéré comme étant sans graisse. Cela en fait, entre autres, un aliment idéal pour les personnes qui suivent un régime amaigrissant (13).

Les vitamines

Les vitamines du lactosérum sont hydrosolubles, parmi lesquelles, on note des quantités importantes de riboflavine (B2) (c'est ce qui donne la couleur jaune verdâtre au lactosérum), d'acide pantothénique (B5), d'acide nicotinique (B3), de thiamine (B1), de pyridoxine (B6) et d'acide ascorbique (C) (14).

Les quantités des vitamines les plus importantes, sont présentées dans le **Tableau 1.3**.

Vitamines	Quantités (mg /l)
Thiamine (B1)	0.83
Riboflavine (B2)	1.24
Acide nicotinique (B3)	0.85
Acide pantothénique (B5)	3.34

Pyridoxine (B6)	0.85
Cobalamine (B12)	0.03
Acide ascorbique (C)	2.2

Tableau 1-3 : Quantités des principales vitamines présentes dans le lactosérum (15)

1.3 Séparations des principaux constituants du lactosérum

1.3.1 Extraction des protéines :

L'apport alimentaire en protéines est indispensable car il existe des acides aminés essentiels qui ne peuvent pas être synthétisés par l'organisme. De plus, elles possèdent des activités biologiques très variées (enzymatiques, hormonales, structurales et motrices). C'est pourquoi leurs extractions et purifications, visant à obtenir des concentrés, se révèlent utiles.

1.1. Thermo coagulation : Il s'agit du procédé le plus ancien. Il s'agit de porter à ébullition du lactosérum acidifié à pH 4,6-4,7 pour que les protéines précipitent.

1.2. Ultrafiltration : L'ultrafiltration permet de récupérer les protéines du lactosérum tout en éliminant le lactose et sels minéraux. Ces opérations assurent la rétention des protéines en amont de la membrane filtrante (retentât) et laissent apparaître un perméat constitué essentiellement d'eau, de lactose et sels minéraux.

1.3. Précipitation : La précipitation au sulfate d'ammonium permet la séparation des protéines.

Cette Technique fait appel à leur solubilité différentielle.

1.4. Chromatographie : La chromatographie est une méthode de séparation et d'analyse des constituants d'un mélange consistant à faire migrer sur une phase stationnaire (solide ou liquide fixé) une phase mobile (soluté).

1.3.2 Extraction du lactose :

2.1. L'ultrafiltration : L'ultrafiltration, dont le principe est expliqué précédemment, permet de séparer les protéines du perméat de lactosérum. On obtient alors d'un côté le perméat contenant le lactose et les sels minéraux, et de l'autre le retentât où se trouvent les protéines.

2.2. La cristallisation : cristallisation est une opération qui a pour but d'isoler un produit, ici le lactose, sous forme de cristaux.

1.4 Valorisations du lactosérum et de ses composés

L'intérêt de l'utilisation du lactosérum à des fins de nutrition dans le domaine animal permet de valoriser un sous-produit de bonne valeur énergétique mais aussi de réduire la pollution organique.

1.4.1 Valorisation pharmaceutique et cosmétique

a À partir du lactose

Le lactose peut être utilisé directement, sans transformation, en tant qu'excipient dans le domaine pharmaceutique et plus particulièrement dans celui de la pharmacie galénique (mise en forme médicamenteuse). Un excipient est un élément inerte qui donne une plus grande stabilité aux substances actives. Il a également des propriétés physiques qui confèrent leur forme, leur solubilité, leur dissolution correcte et ciblée aux comprimés. On retrouve ces caractéristiques propres à un bon excipient sur la (**Figure 1.4**).

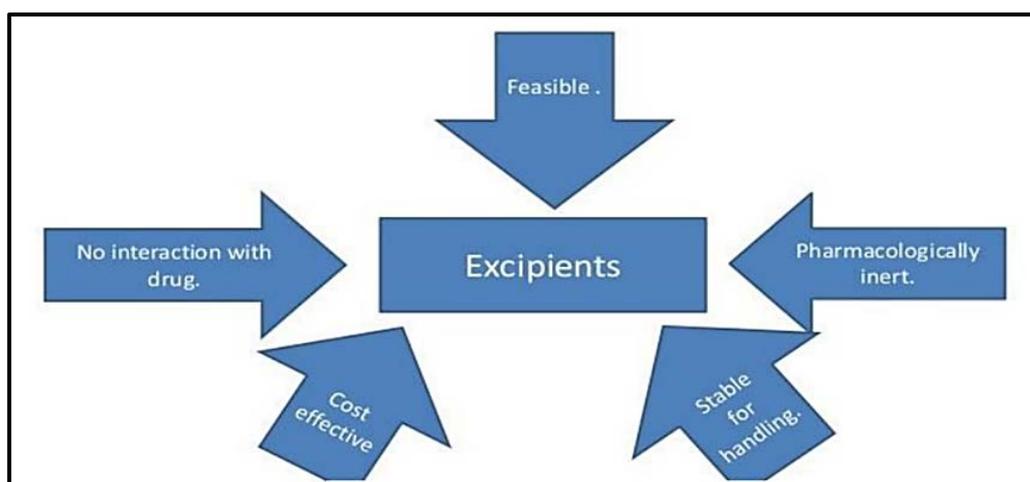


Figure 1.4 : Propriétés idéales des excipients

À partir des protéines

Elles sont principalement constituées de lactoglobuline et d'alpha-lactalbumine. On a préconisé leur utilisation en solution relativement concentrée pour leur effet tenseur filmogène, effaçant temporairement les rides : action coup d'éclat (16).

On les utilise également comme agents hydratants soit purs, soit sous forme de lactosérum enrichi en fractions protéiques.

A partir des sels minéraux

Dans le domaine pharmaceutique, ils interviennent notamment dans les contrôles du pH, de l'équilibre hydrique et participent à la catalyse de réactions lors du métabolisme de l'organisme. On les retrouve aussi comme constituants des os, dents. Enfin, ils sont des composants majeurs des enzymes et des hormones. Le domaine pharmacologique les intègre donc dans des compléments alimentaires ou des traitements.

Il y a également un intérêt à les incorporer dans la préparation de dentifrices.

Actuellement, le calcium utilisé dans le dentifrice est issu d'os d'animaux ou de chaux. Il serait donc intéressant de pouvoir réutiliser un déchet des transformations laitières pour permettre une valorisation au niveau de sa teneur en calcium.

Marché mondial

L'industrie du lactosérum s'est considérablement développée depuis l'an 2000 et a vu la progression de marchés se chiffrant en milliards d'euros : poudre de lactosérum (PL), protéines de lactosérum, sans parler du marché du lactose, du lactose pharmaceutique et des dérivés du lactose ([Dossier technique], s. d.).

Les volumes des exportations mondiales de la PL sont représentés dans la figure 04. Au niveau mondial, cette valorisation attire le marché, dynamisé par une demande de plus en plus importante. Alors que le prix moyen de la PL était relativement stable (400-600€/tonne) entre 2000 et 2006, il se situe en 2013 à environ 1000 €/tonne, après de fortes fluctuations, comme le montre la **Figure 1.5**.

Comme l'ensemble des produits laitiers industriels, il a connu une flambée des prix en 2007 jusqu'à un niveau historique de 1400€/tonne avec une hausse de presque 40% entre 2006 et 2007. Il a ensuite chuté de 30% entre 2007 et 2008, puis de 15% l'année suivante, retrouvant ainsi les niveaux observés entre 2000 et 2006. Ces mouvements s'expliquent par une hausse de la demande mondiale en produits laitiers plus forte que celle de la collecte mondiale de lait, puis après 2007 et jusqu'en 2009 par un excédent d'offre vis-à-vis de la demande. Depuis 2009, les prix sont de nouveau portés par une demande croissante sur le marché international. Les cours semblent se stabiliser depuis 2011 autour de 1 000 €/tonne (17) (**Figure 1.6**).



Figure 1.5 : Prix FOB (Free on board = sans frais à bord) en Europe de l'ouest et aux USA de

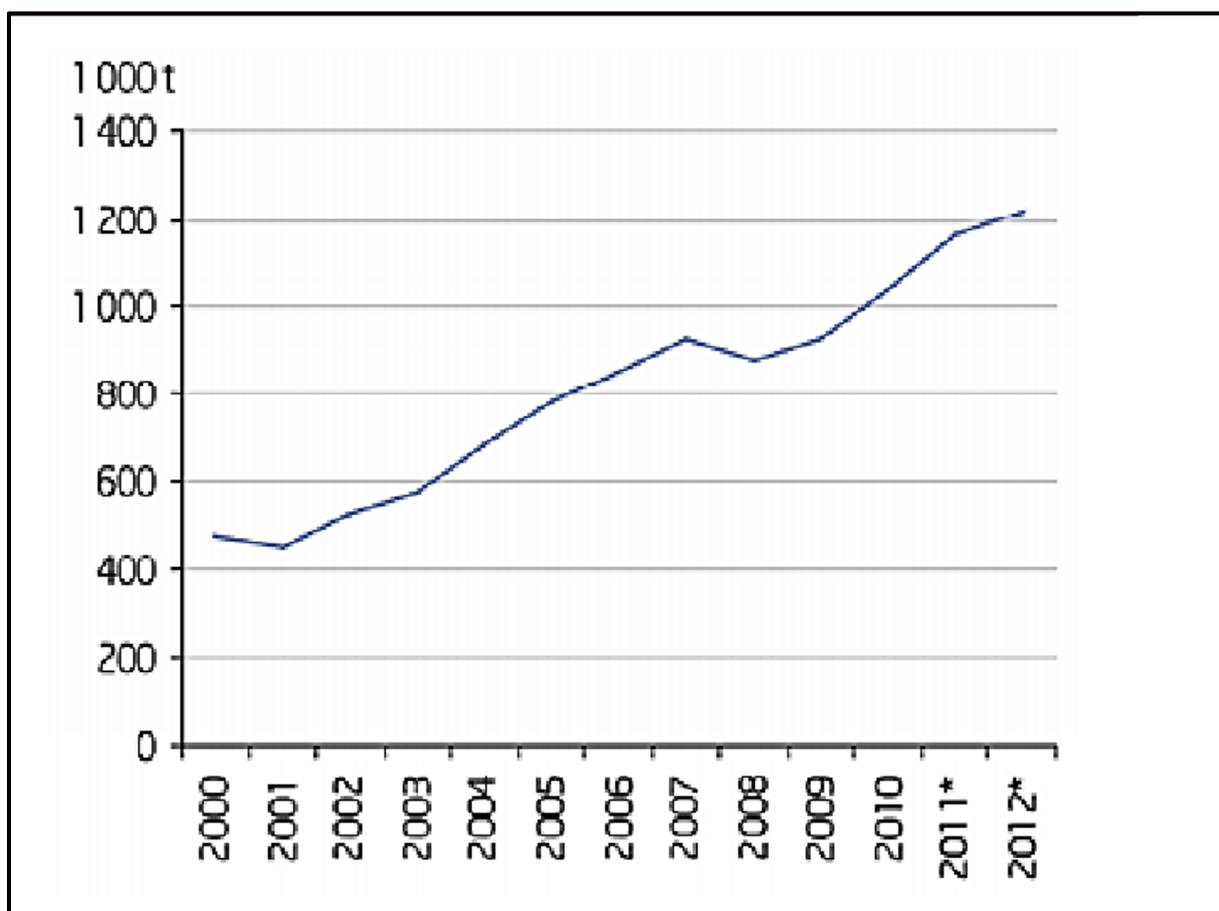


Figure 1.6 : Volumes des exportations mondiales de la PL (18)

Chapitre 2 : Domaine cosmétique

2.1 Introduction

La formulation cosmétique fait intervenir de nombreux composants. Ceci pose alors le problème de leur compatibilité, ce qui explique la tendance qui se développe actuellement de proposer des matières premières « pré formulées ». Ce marché est demandeur et plus spécifiquement en cosmétologie - non pas de produits chimiques banalisés présentés pour tous usages, mais de la réponse à un besoin technico-biologique précis.

Il apparaît ainsi un créneau commercial nouveau tout à fait prometteur, qui consiste à partir d'une matière première déterminée à en décliner plusieurs types, chacun étant destiné à une application particulière.

Les protéines par exemple ont une forte capacité d'absorption et de rétention d'eau. Cette propriété peut être mise à profit comme adjuvant technologique dans de nombreuses préparations émulsionnées, crèmes ou laits, comme stabilisant de la formulation. Cette mouillabilité leur confère un effet de substantive, c'est-à-dire de meilleure adhésivité avec la structure cutanée. Mais surtout, elles peuvent et doivent constituer des actifs hydratants parfaitement physiologiques.

En effet, les préparations cosmétiques hydratantes sont, pour la plupart, des produits anti déshydratants dans la mesure où leur formule fait appel à des substances retenant fortement l'eau et assurant ainsi à la surface de la peau un degré d'hydratation maximale. Ce microclimat humide permanent stoppe la perte en eau du stratum réalisant ainsi une véritable protection active.

La peau retrouve alors un état normal et un aspect esthétique « rajeuni », les ridules étant estompées. L'aptitude à la gélification qui est une propriété fonctionnelle de la plupart des protéines dont peuvent bénéficier de nombreuses textures cosmétiques. Les protéines du lactosérum manifestent de bonnes propriétés gélifiantes très proches de celles du blanc d'œuf. Elles peuvent alors être utilisées comme adjuvant de liaison et de viscosité.

2.2 Les propriétés émulsifiantes des protéines :

Les agents de surface sont des constituants prédominants des cosmétiques. On est tenté de voir une similitude entre les tensio-actifs synthétiques à longue chaîne, comprenant des radicaux alkyls, aminés et carboxyliques et les protéines (19).

Les protéines sont adsorbées à l'interface, entre les gouttelettes d'huile dispersées et la phase aqueuse continue, mais ce sont gé-filmogène, effaçant temporairement les rides, On les utilise également comme agents hydratants soit purs, soit sous forme de lactosérum enrichi en fractions protéiques, à savoir les caséines. Outre leur utilisation pour leurs propriétés émulsifiantes et moussantes, les caséines sont une matière première pouvant donner naissance à des constituants du plus grand intérêt cosmétique.

- **L 'hydrolysate de caséine**

Il contient les acides aminés en proportions physiologiques et cette composition est relativement proche de celle que l'on trouve dans le NMF (naturel moisturising factor). Le NMF, comme son nom l'indique est le facteur naturel d'humidification maintenant l'hydratation normale de la peau. Ce facteur fixe à son optimum la teneur en eau de la couche cornée. Il provient de la dégradation d'une protéine épidermique, la filigrane. Cette dégradation a lieu lorsque l'humidité relative est basse. Elle conduit à un mélange de certains constituants qui sont à l'origine du NMF (19).

Parmi ces composants, on trouve des acides aminés libres qui jouent un rôle dans la régulation de l'hydratation cutanée. L'hydrolysate de caséine représente un contretype des acides aminés du NMF et à ce titre renforce l'hydratation épidermique.

Ces complexes d'acides aminés jouent également un rôle important par leur pouvoir tampon dans le maintien du pH cutané, épongeant tout excès d'acide ou d'alcali et protégeant ainsi la peau de l'action des associations à activités hydratantes optimisées.

- **Les phospholipides**

Cela nous permet de faire la transition avec les phospholipides dont la teneur dans le lait de vache n'est pas négligeable. Il serait théoriquement possible d'extraire 150 g phospholipides par 1 000 L de lactosérum. Ce pourrait être une matière première précieuse pour la cosmétologie (19).

- **Le lactosérum**

Parmi les sous-produits divers utilisés en cosmétologie, on trouve le lactosérum qui a été préconisé comme agent d'hydratation. Il en est de même pour un produit enrichi en protéines et dénommé fraction azotoglucidique (19).

- **Le colostrum**

Il fait actuellement l'objet d'études dans des directions variées. Il est généralement proposé comme hydratant biologique permettant la rétention et la fixation de l'eau par les cellules épidermiques. Le colostrum est particulièrement riche en lactoferrine (19).

2.3 Concept de biocompatibilité

Cette notion devient maintenant primordiale dans le choix des différents composants d'une formule cosmétique.

Par biocompatibilité il ne faut pas seulement entendre tolérance parfaite mais plutôt affinité étroite avec les constituants cutanés. Cette affinité est due à l'origine biologique des différents composés utilisés, et on cherche même à donner la préférence à ceux présentant une ressemblance ou une analogie avec les constituants cutanés.

On parle de substances épidermomimétiques. D'où la vogue des extraits biologiques ou de molécules définies telles le collagène, l'élastine etc, mais il existe dans ce domaine un handicap sérieux depuis les prises de position agressives des défenseurs des animaux. Dans ce contexte, l'origine animale des extraits biologiques est souvent dénoncée violemment par des groupes de pression.

Il existe une réelle contradiction entre de telles manifestations et l'exigence du « naturel » revendiqué par les mêmes associations au nom du respect de l'environnement. Les utilisateurs doivent tenir compte de ce courant qui n'est plus une mode, d'autant que les « extraits naturels » bénéficient d'un agrément réglementaire quasi automatique, ce qui n'est pas le cas des nouvelles molécules synthétiques. On se tourne alors vers le réservoir végétal mais solution rapide au problème posé par le marketing (19).

QUELQUES EXEMPLES D'APPLICATIONS COSMÉTIQUES, POSSIBLES DE DÉRIVÉS DU LAIT

Nous nous limiterons à quelques produits qui ne sont peut-être pas les plus significatifs, mais qui sont déjà proposés aux formateurs cosmétiques ou qui sont susceptibles de développements nouveaux.

Ces produits peuvent être utilisés, soit comme adjuvants technologiques, soit comme actifs conférant aux formules dans lesquelles ils sont incorporés, des propriétés cosmétiques spécifiques.

Leur intérêt est lié à leur origine naturelle. Ils peuvent venir se substituer à d'autres composants doués des mêmes propriétés, mais ne bénéficiant pas du même label. En outre, la meilleure.

Connaissance de leurs possibilités peut conduire à la définition de nouveaux concepts d'efficacité cosmétique.

Nous prendrons quelques exemples dans les grandes familles chimiques et nous terminerons par quelques réflexions sur certaines voies de recherches possibles (19).

- **Les lipides**

Il ne semble pas que les lipides du lait aient donné lieu jusqu'à maintenant à des applications cosmétologiques précises, et pourtant, le problème lipides et cosmétologie est à l'ordre du jour ; La mise en œuvre des formulations en cosmétique peut donner naissance à des textures variées Citons :

Les gels qu'ils soient lipogels ou hydrogels hydrogels.

Les émulsions qu'elles soient macro- micro ou nano émulsions.

Et comme intermédiaires une nouvelle classe de préparations nommées les émulgels. Celui-ci est composé de deux éléments fondamentaux : l'émulsion et le gel (19).

2.4 Emulgel

Les émulsions (20) sont des formes de dosage liquides bi-phasiques instables composées de deux liquides non miscibles dont l'un est dispersé sous forme de globules dans l'autre et peut être stabilisé par l'ajout d'un troisième agent appelé agent émulsifiant.

Les émulsions peuvent être de type H/E ou H/E. Elles sont utilisées comme véhicules pour faire passer les médicaments (20) est un état physique dont les propriétés se situent entre celles des solides et des liquides. Les gels impliquent un polymère qui gonfle à proximité d'un fluide.

Les gels sont fragiles et humides et ressemblent à des matériaux solides et présentent une large flexion de l'état solide à l'état liquide.

2.5 Les types d'émugels

Gel de macro-émulsion : La taille des globules dans ces émugels est supérieure à 400 nm. Ils sont apparemment obscurs. Elles peuvent être compensées par des agents de surface (20).

Nono-émulgel : Ils sont confinés par l'assemblage de nano-émulsions en gel. Les nano-émulsions sont des dispersions claires d'huile et d'eau thermodynamiquement durables, compensées par la proximité de tensioactifs et de Co-tensioactifs. Ces émugels ont une taille de globule inférieure à 100 nm (20) **Emulgel à base de microémulsion :** Ces émugels réunissent les propriétés d'une microémulsion et d'un gel, ce qui permet une biodisponibilité élevée de la prescription. La taille des globules varie de 10 à 100 nm (24).

2.6 Avantage des émugels :

Les émugels présentent quelques points d'intérêt en tant que nouveau système de transport topique (20).

1. Les émugels permettent de réunir facilement des solutions hydrophobes dans la phase huileuse et, peu de temps après, des globules sont dispersés dans phase liquide pour obtenir une émulsion H/E.

2. Une meilleure sécurité ; ils sont plus confiants que les autres plans transdermiques

3. Meilleure limite d'empilement en raison de leur structure gigantesque, les émugels ont une meilleur -tendance à l'empilement que d'autres systèmes telles que les liposomes.

4. Leur préparation se réalise en des étapes simples et limitées, ce qui réduit les coûts de production.

5. Il n'est pas nécessaire de procéder à une escalade de la syndication, ce qui permet d'éviter l'avalissement des articles.

6. En libération contrôlée (20), les émugels peuvent être utilisés pour retarder l'effet des médicaments ayant une courte demi-vie

7. Augmente le temps de contact et la durée moyenne d'action du médicament.

8. Les émugels peuvent être utilisés à des fins utiles. Ils sont moins glissants et faciles à appliquer en augmentant la consistance du patient.

2.6.1 La formulation des émugels :

1. Les véhicules (20) Le véhicule est une association fondamentale entre la puissance du médicament et la capacité d'accueil. Deux éléments sont d'une importance capitale dans le choix du véhicule dermatologique Il s'agit de La solubilisation de médicament dans le véhicule et la stimulation de la progression du produit pharmaceutique du véhicule à la couche cornée Les véhicules sont de deux types (20) :

a. Solvants aqueux : Ils structurent la période aqueuse de l'émulsion. L'eau et les alcools sont généralement utilisés.

b. Les huiles : Elles structurent la période de glissement de l'émulsion : Les huiles les plus utilisées sont les huiles minérales et de ricin non biodégradables.

2. Emulsifiants : Les agents émulsifiants sont utilisés pour augmenter l'émulsification et compenser l'arrangement, Certains d'entre eux sont le polyéthylène, le stéarate de glycol 40, le navigante 80, le tween 80, l'acide stéarique l'acide stéarique (20).

3. Gélifiants [34] : Il s'agit de l'un des pouvoirs épaississants utilisés pour fabriquer la consistance de la formulation. Les gélifiants rencontrent un état normal d'interférence ou

d'alliance lorsqu'ils sont hydratés et dispersés dans le milieu de diffusion, ou lorsqu'ils sont séparés dans le milieu de brouillage.

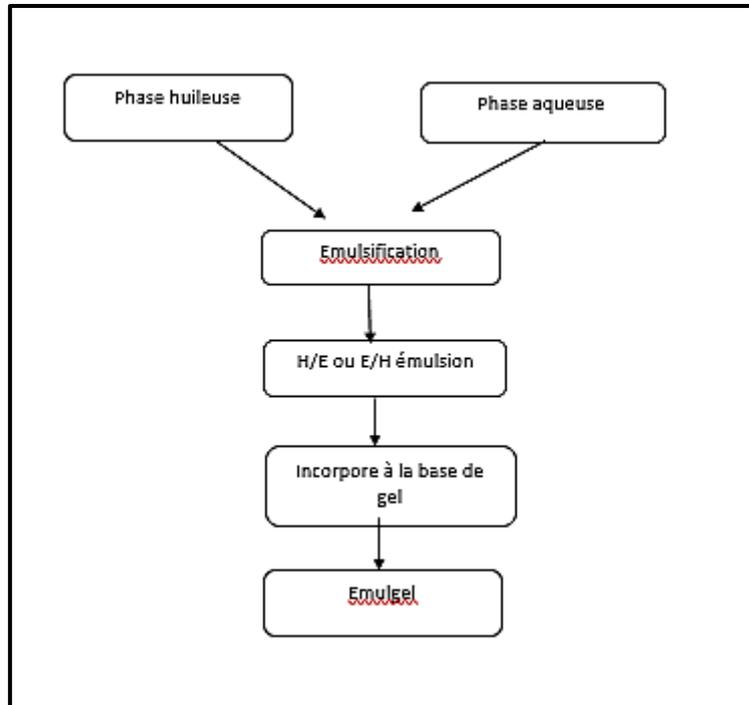


Figure 2.1 : Méthode de préparation de Emulgel

2.6.2 Les dérivés cellulosiques

Les polymères hydrosolubles sont très utilisés pour la préparation des émulgels. Les plus disponibles sont les dérivés cellulosiques tels que la méthylcellulose ou l'hydroxyethylcellulose.

La Méthylcellulose (MC) : Elle produit des gels plus fins, mais très résistants aux médicaments. Elle est excellente avec l'eau, l'alcool (70%) et le propylène glycol (maitie). Elle est exacerbée avec 1/3 d'eau chauffée bouillonnante, puis lorsque l'eau restante dispersée est incorporée sous forme d'eau froide ou de morceaux de glace.

L'hydroxypropylcellulose (HEC) : C'est un gélifiant pas trop mauvais si l'on compte sur 15% ou plus d'un dissolvant caractéristique pour séparer la solution dynamique

L'hydroxypropylmethylcellulose (HPMC) : C'est un gélifiant supérieur à la moyenne pour les définitions à libération prolongée.

La carboxyméthylcellulose (CMC) : Elle est utilisée comme élément de centralisation de 4 à 6% d'épaisseur moyenne pour véhiculer le gel. Elle est en conflit avec l'alcool. De la glycérine peut être ajoutée de temps en temps pour éviter le dessèchement.

a La préparation des émulsifs :

La méthodologie d'élaboration des émulsifs comprend trois étapes (20) :

Étape 1 : Formulation d'une émulsion de type H/E ou E/H: La phase huileuse de l'émulsion a été préparée en dissolvant l'émulsifiant, par exemple cross 20, dans un véhicule huileux comme la paraffine liquide, tandis que la phase aqueuse a été préparée en dissolvant l'émulsifiant hydrophile, comme le tween 20, dans de l'eau raf finée.

Les substances ajoutées comme le parabène de méthyle et le parabène de propyle sont séparées dans un humectant comme le propylène glycol. Le médicament a été séparé dans un dissolvant aqueux comme l'éthanol. Les deux plans de solution et les substances ajoutées sont mélangés à l'étape aqueuse avec un mélange cohérent. Les deux phases, lisse et liquide, ont été chauffées librement à 70°C, puis la phase lisse a été ajoutée à la phase aqueuse avec un mélange constant. Ce mélange a été refroidi à température ambiante pour former une émulsion

Étape 2 : Formulation du gel L'étape du gel est préparée en dissolvant le polymère dans l'eau séparée en mélangeant constamment à un rythme modéré à l'aide d'un agitateur mécanique et le pH a été ajusté à 6-6,5 l'aide de la triéthanolamine.

Étape 3 : Incorporation de l'émulsion dans le gel de base par un mélange régulier le gel est mélangé à l'émulsion dans une proportion de 1:1 pour obtenir l'émulsif.

2.7 Paramètres d'évaluation

Les paramètres suivants sont généralement évalués pour les formulations d'émulsif (20) :

1. **L'apparence physique** Pour choisir l'apparence physique, les émulsifs organisés doivent être examinés pour leur teinte, leur homogénéité, leur consistance et leur pH. Les cours

d'action liquides à 1% des émulsions organisées sont habituellement prélevés pour mesurer le pH à l'aide d'un mètre. PH-mètre.

2. **Études rhéologiques** : La consistance des émulsions organisées est généralement déterminée à l'aide d'un viscosimètre à cône et à plaque avec un arbre 52 ou 7 qui est relié à une douche d'eau thermostatique maintenue à 25°C. La préparation dont l'épaisseur doit être déterminée est placée dans un support fixé par un manteau thermostatique.

3. **L'étalement (20)** : L'étalement est contrôlé par le gadget prescrit par Mutimer et al. Cette technique permet de mesurer le coefficient d'étalement en fonction des caractéristiques de "glissement et de "traînée" des émulsions. Le gadget consiste en un carré de bois, dont l'un des côtés est muni d'une poulie. Un excès d'émulsion (environ 2 gm) à l'étude doit être déterminé sur le toboggan de sol qui est maintenant changé à la pièce de bois. L'émulsion est alors prise en sandwich entre cette lame de fond et une autre lame de verre ayant les mêmes estimations que celle de la lame de fond modifiée. La seconde lame de verre est généralement munie d'un loquet.

4. **Étude d'extrudabilité (20)**: Il s'agit d'un test d'observation standard réalisé pour évaluer la force nécessaire pour retirer le gel du tube. La méthode consiste à choisir le cisaillement associé dans la zone du rhéogramme contrastant avec un taux de cisaillement dépassant la limite d'élasticité et démontrant le flux de connexion qui s'ensuit.

Dans les travaux d'examen, le système utilisé pour évaluer l'extrudabilité de l'émulsion est basé sur la somme du taux d'émulsion, c'est-à-dire sur le poids en grammes nécessaire pour retirer un morceau d'émulsion de 0,5 cm en 10 secondes du tube pliable en aluminium) laqué.

Plus La quantité d'émulsion retiré du tube est plus importante que la quantité d'émulsion extrudée L'estimation de l'extrudabilité de la définition de l'émulsion doit être faite en trois exemplaires et les qualités typiques doivent être présentées.

Chapitre 3 : Matériel et méthodes

3.1 Partie expérimentale

3.2 Présentation de l'étude

Cette étude s'inscrivant dans le cadre de la réalisation d'un mémoire de fin d'étude, a pour objet.

L'évaluation du lactosérum de certains produits cosmétiques corporels commercialisés en Algérie.

La première partie de ce travail portera sur la description du protocole expérimental, ainsi que des conditions de réalisation de celui-ci. Puis, les résultats des tests effectués et leurs interprétations seront présentés dans un second temps.

3.2.1 Période de l'étude

L'étude est réalisée sur une période allant du 9 mai 2023 au 13 juin 2023.

3.2.2 Lieu de l'étude

L'étude est menée au niveau du laboratoire d'organique du département de Génie des procédés.

3.2.3 Echantillonnage

Le choix des produits cosmétiques inclus dans notre étude s'est porté sur deux catégories :

La première série comprend deux produits fabriqués localement, il s'agit d'un lactosérum et d'un emulgel.

La deuxième série aura pour objet d'attester de l'innocuité de certains produits déjà mis sur le marché.

3.2.4 Présentation des produits (Annexe1)

- La présure : est un coagulant naturel constitué d'enzymes et utilisé dans la fabrication du fromage. Elle permet au lait de coaguler sans devenir aigre. On distingue la présure d'origine animale et la présure d'origine microbienne pour obtenir lactosérum.

▪ L'émulgel : lactosérum, l'eau distillé, huile de citron, additif (tween20), (tween80), Hydroxyéthyl cellulose (HEC), polymère Hydroxypropyl Methyl Cellulose (HPMC).

3.2.5 Matériel

- Spatule.
- Plaque chauffante.
- Balance.
- Eprouvette.
- Fiole jaugée.
- Ph mètre.
- Centrifugeuse.
- Ultraturax.
- Agitateur.
- Thermomètre.
- Pipette pasteur.
- Rhéomètre.
- Béchers.

3.2.6 Matières premières

Toutes les matières utilisées dans cet Emulgel sont achetées localement :

-Huile citron : Provenant du marché local de Blida.

-Lactosérum : produit d'une unité de produits laitiers.

- Hydroxyéthyl cellulose (HEC) : il est extrait avec l'eau dessillées et tween 20 à partir de laboratoire d'organique.

La formulation de Emulgel est faite dans le laboratoire d'organique du Département Génie des procédés.

3.3 Méthodes d'étude

3.3.1 Obtention la matière première (lactosérum) :

Pour fabriquer le lactosérum, il est nécessaire de solidifier le lait de vache, On y ajoute un ingrédient appelé présure qui lui permet de coaguler, le lait est divisé en deux matières : lune liquide appelée petit lait (lactosérum) l'autre solide le caillé.

3.3.2 Préparation de l'émulgel :

Pour réaliser une émulsion huile dans l'eau j'ai choisi deux types d'émulsion, il faut suivre certaines précautions en particulier :

- Introduction de la phase dispersée par fraction en attendant que l'émulsion le fasse.
- Respect des conditions de température et d'agitation, et homogénéisation par (Ultraturax)

En premier lieu, on effectue les pesées nécessaires :

- Le premier type d'émulsion par (HEC) (Annexe2) :

Phase huileuse : elle est composée essentiellement l'huile citron, et de lactosérum.

Phase aqueuse : elle est composée de l'eau distillée en premier lieu, et ensuite, de (Tween 20) et de la HEC comme émulsifiant.

- Le deuxième type d'émulsion par (HPMC) :

Phase huileuse : elle est composée essentiellement l'huile citron, et de lactosérum.

Phase aqueuse : composée de l'eau distillée en premier lieu, et ensuite, la HPMC comme émulsifiant de (Tween 20).



Figure 3.1 : L'émulgel après l'agitation par (Ultraturrax)

3.3.3 Réalisation de l'émulgel :

L'émulgel est préparée selon le diagramme suivant (**Figure 3.2**) :

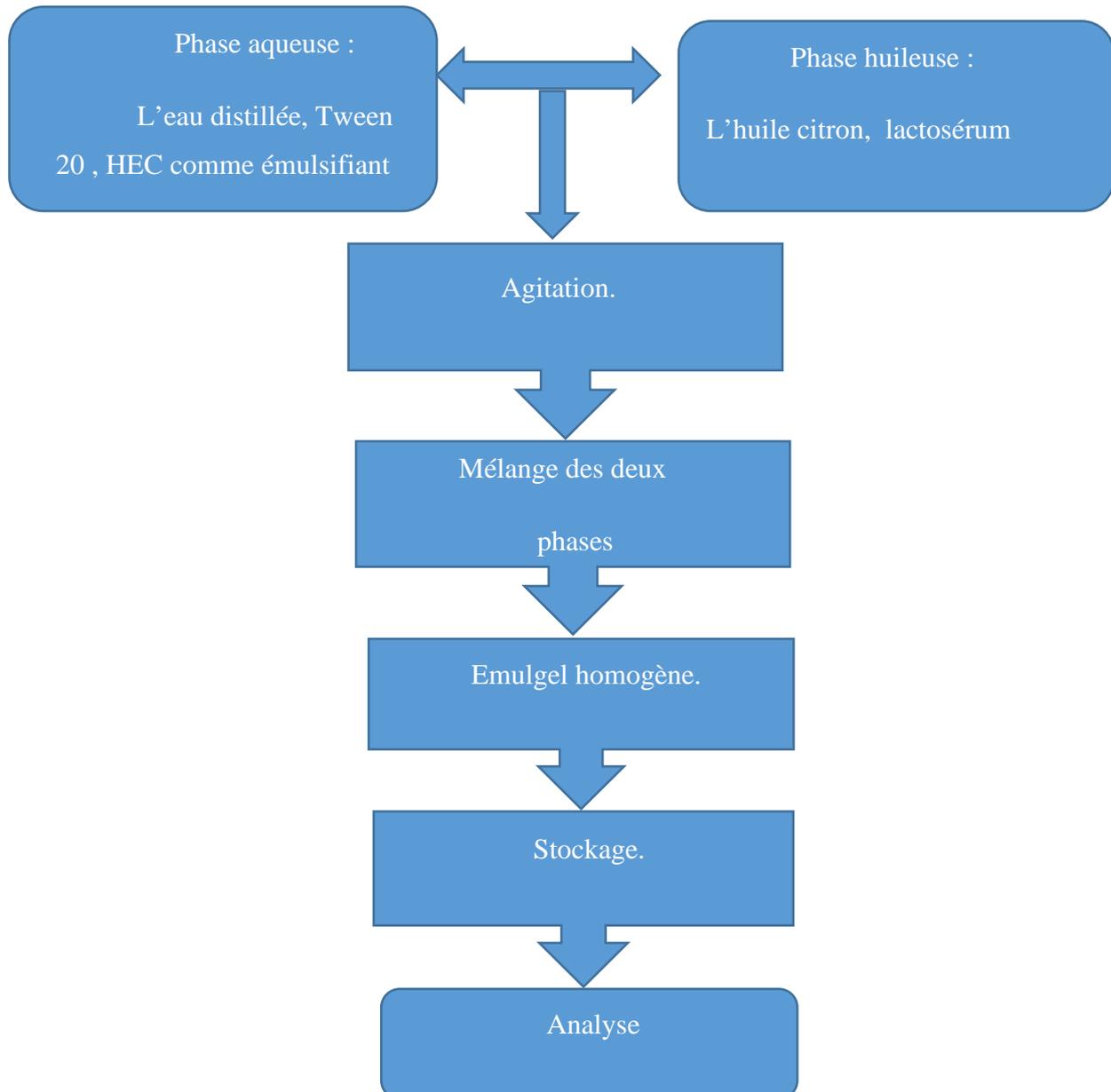


Figure 3.2 : Procédé de préparation de l'émulgel

3.4 Analyses physiques des Emulgels formulées :

Les Emulgels formulées doivent subir un certain nombre de contrôles :

Les contrôles physico-chimiques comme :

➤ Le contrôle rhéologique :

- La rhéologie (viscosité).

➤ Les contrôles de stabilité :

- Centrifugation.

- Le PH.

➤ D'autres contrôles sensoriels comme :

- L'aspect.

- L'odeur.

- La couleur.

a Test rhéologique :



Figure 3.3 : Rhéomètre

➤ Principe :

Un rhéomètre est un appareil permettant de mesurer les propriétés rhéologiques des matériaux.

➤ Mode opératoire :

La caractérisation rhéologique a été effectuées sur un rhéomètre à contrainte et déformation imposées de marque MCR 302 Anton Paar Physica (Anton Paar, GmbH, Germany). La géométrie utilisée est de type cône-plan avec $\phi = 25 \text{ mm}$ Les résultats expérimentaux sont traités par un logiciel Rheoplus US200.

Le protocole opératoire adopté est le suivant : on met quelques ml de la suspension dans le système de mesure cône-plan du rhéomètre à 20°C, on impose alors une rampe croissante en vitesse de cisaillement de 0,001s⁻¹ à 1000s⁻¹.

Les courbes d'écoulements pour les émulseles sont données en termes de viscosité de cisaillement apparente, η_{app} (Pa. s) en fonction de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ (s⁻¹).

Les courbes seront systématiquement ajustées par le modèle rhéologique le plus adéquat pour faire ressortir des paramètres caractéristiques intrinsèques.

b Détermination du PH :



Figure 3.4 : PH mètre

➤ **Principe :**

La mesure du pH se fait directement sur le pH mètre.

➤ **Mode opératoire :**

Régler le correcteur de température à celle du produit.

Étalonner le pH mètre en prolongeant électrode en verre dans une solution tampon.

Introduire l'électrode directement dans le produit.

➤ **Lecture :**

Lire directement le résultat sur le cadran du pH mètre.

c Test de stabilité :



Figure 3.5 : Centrifugeuse

➤ **Principe** : séparer en différentes phases les éléments d'une solution grâce à leur différence de densité.

➤ **Mode opératoire** :

Cet essai a été effectué sur l'échantillon après une centrifugation à 3000 tours/min, pendant 5 min et à température ambiante. Le degré de séparation des deux phases est à un exprimé par le pourcentage total de stabilité, c'est-à-dire (100 = stable, 0 = instable).

Chapitre 04 : Résultats et interprétation

4.1 Résultats et interprétation des analyses physico-chimique des matières premières

4.1.1 Analyse physico-chimique du lactosérum brut :

Les Résultats de différentes analyses physico-chimiques sont regroupés dans le **Tableau 4.1** (35).

	ECH1	ECH2	ECH3	La Moyenne
Matières sèche (g /l)	56.3	52.3	55.6	54.7
Cendres (g/l)	7.54	7.1	7.5	7.38
Matières Grasses (g/l)	0.03	0	0	0.01
pH	4.18	4.48	4.53	4.39
Acidité Titrable (°D)	54	52	53	53
Densité (g /l)	1013.27	1012	1013.10	1012.79
Protéines (g/l)	8.21	7.52	7.86	7.86
Lactose (g /l)	36.02	34.22	36.00	35.41
Acide Ascorbique mg/100g	0.050	0.070	0.065	0.061

Tableau 4-1 : Analyse Physique-Chimiques du lactosérum

Interprétation :

Nous remarquons :

- La teneur en matière sèche obtenue au cours de notre analyse est de 54,7 g/l. Cette valeur est en accord avec celles données par les différents auteurs, et généralement cette teneur peut varier de 50 à 70 g/l, selon le procédé d'obtention.

- Nous avons obtenu une valeur moyenne en lactose de 35,41 g/l, donc une forte teneur, sachant que le lait frais renferme 48-50 g/l de lactose hydraté. Ce résultat pourrait s'expliquer par le fait qu'une grande partie du lactose passe dans le sérum.

- Nous remarquons d'après les résultats trouvés que le lactosérum acide renferme une teneur en protéines légèrement élevée de l'ordre de 7,86 g/l, qui peut s'expliquer par une perte des protéines dans le sérum après séparation du caillé, aussi certains auteurs s'accordent à admettre une teneur en protéines comprise entre 6 et 10 g/l par conséquent, la valeur obtenue concorde avec cette donnée de la littérature.

Le résultat de la teneur en matière grasse est sous forme de traces de l'ordre 0,01 g/l, alors que les normes admises pour ce type de lactosérum sont de 0,5 g/l.

- Nous pouvons expliquer ceci par soit la composition initiale du lait utilisé, soit le type de fromage fabriqué ou bien le procédé de séparation (caillé, sérum).

- La valeur du pH du lactosérum au moment du prélèvement est de 4,39, celui-ci paraît normal pour un lactosérum acide issu de la fabrication de fromage type pâte fraîche.

- L'acidité titrable correspond à 53° dornic.

- Nous remarquons enfin une présence à l'état de traces de l'acide ascorbique de l'ordre 0,06 mg/100 g d'échantillon .

4.2 Résultats et interprétation des analyses rhéologiques des émulseles

4.2.1 Test de Température :

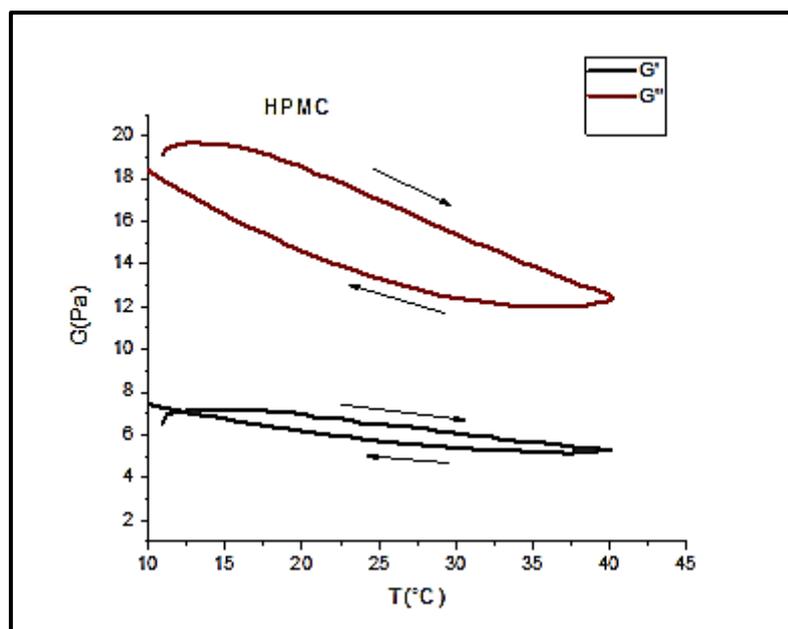


Tableau 4-2 : Graphe des courbes rhéologiques de cisaillement élastique G' et de cisaillement visqueux G'' d'émulgel (HPMC) en fonction température.

Pour la courbe de cisaillement élastique (G') :

Au point de départ à une température de 11°C, le module de cisaillement élastique (G') est de 6,5 Pa.

En augmentant la température jusqu'à 40°C, le module de cisaillement élastique diminue jusqu'à atteindre 6 Pa.

Ensuite, à une température de 10°C, le module de cisaillement élastique augmente légèrement à 7,5 Pa.

Pour la courbe de cisaillement visqueux (G'') :

Au point de départ à une température de 11°C, le module de cisaillement visqueux (G'') est de 19 Pa.

En augmentant la température jusqu'à 40°C, le module de cisaillement visqueux diminue jusqu'à atteindre 13 Pa.

Ensuite, à une température de 10°C, le module de cisaillement visqueux augmente légèrement à 18,5 Pa.

À partir de ces données, voici les conclusions :

Transition vitreuse : La diminution des modules de cisaillement élastique (G') et visqueux (G'') à une température plus élevée (40°C) suggère une possible transition vitreuse. Cette transition peut être associée à une diminution de la rigidité du matériau et à une augmentation de la mobilité des segments moléculaires.

Comportement viscoélastique : Comme précédemment mentionné, la présence des modules de cisaillement élastique (G') et visqueux (G'') indique un comportement viscoélastique du matériau. Le fait que G' soit généralement inférieur à G'' suggère que le matériau a une composante visqueuse dominante, ce qui signifie qu'il a tendance à s'écouler davantage qu'à récupérer sa forme après une déformation.

Effet de la température : Les variations observées dans les modules de cisaillement avec la température indiquent que le matériau est sensible à la température. Les changements de structure ou d'interactions moléculaires peuvent être responsables de ces variations.

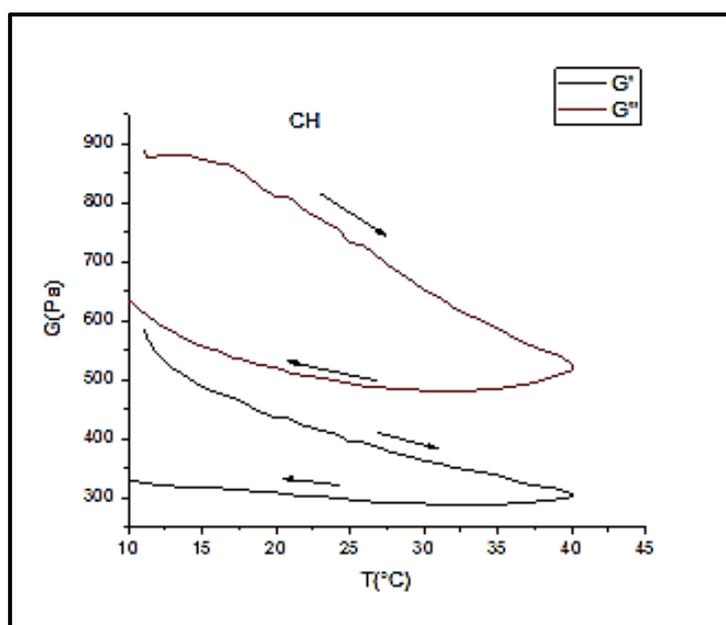


Figure 4.1 : Courbes rhéologiques de cisaillement élastique G' et de cisaillement visqueux G'' d'émulgel (référence) en fonction température.

Cisaillement élastique (G') :

Au point de départ à une température de 11°C, le module de cisaillement élastique (G') est de 590 Pa.

En augmentant la température jusqu'à 40°C, le module de cisaillement élastique diminue jusqu'à atteindre 340 Pa.

Ensuite, à une température de 10°C, le module de cisaillement élastique augmente légèrement à 350 Pa.

Cisaillement visqueux (G'') :

Au point de départ à une température de 11°C, le module de cisaillement visqueux (G'') est de 870 Pa.

En augmentant la température jusqu'à 40°C, le module de cisaillement visqueux diminue jusqu'à atteindre 600 Pa.

Ensuite, à une température de 10°C, le module de cisaillement visqueux augmente légèrement à 640 Pa.

Interprétation des courbes :

À une température initiale de 11°C, les modules de cisaillement élastique (G') et visqueux (G'') montrent des valeurs spécifiques (590 Pa pour G' et 870 Pa pour G''). Cela suggère que le matériau possède à la fois des propriétés élastiques et visqueuses à cette température.

En augmentant la température jusqu'à 40°C, on observe une diminution des modules de cisaillement élastique et visqueux, ce qui peut indiquer une diminution de la rigidité et de la viscosité du matériau.

À une température de 10°C, les modules de cisaillement élastique et visqueux augmentent légèrement, suggérant une légère augmentation de la rigidité et de la viscosité du matériau à cette température plus basse.

Conclusion :

Les variations des modules de cisaillement élastique (G') et visqueux (G'') en fonction de la température indiquent que le matériau présente des propriétés viscoélastiques et est sensible à la température.

La diminution des modules de cisaillement à une température plus élevée peut être due à une réorganisation structurale du matériau ou à une diminution de la viscosité à mesure que la température augmente.

L'augmentation des modules de cisaillement à une température plus basse peut être attribuée à une diminution de la mobilité moléculaire et à une augmentation de la viscosité à cette température.

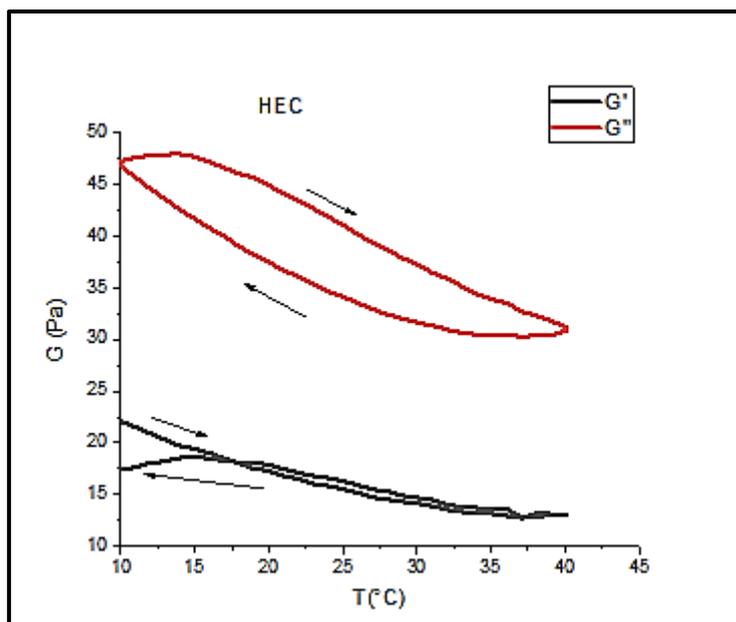


Figure 4.2 : Courbes rhéologiques de cisaillement élastique G' et de cisaillement visqueux G'' de émulsion (HEC) en fonction température.

Cisaillement élastique (G') :

Au point de départ à une température de 10°C , le module de cisaillement élastique (G') est de 27 Pa.

En augmentant la température jusqu'à 40°C , le module de cisaillement élastique diminue jusqu'à atteindre 15 Pa.

Ensuite, à une température de 10°C , le module de cisaillement élastique augmente légèrement à 17 Pa.

Cisaillement visqueux (G'') :

Au point de départ à une température de 10°C , le module de cisaillement visqueux (G'') est de 47 Pa.

En augmentant la température jusqu'à 40°C , le module de cisaillement visqueux diminue jusqu'à atteindre 35 Pa.

Ensuite, à une température de 10°C , le module de cisaillement visqueux augmente légèrement à 46 Pa.

Interprétation des courbes :

À une température initiale de 10°C, les modules de cisaillement élastique (G') et visqueux (G'') montrent des valeurs spécifiques (27 Pa pour G' et 47 Pa pour G''). Cela suggère que le matériau possède à la fois des propriétés élastiques et visqueuses à cette température.

En augmentant la température jusqu'à 40°C, on observe une diminution des modules de cisaillement élastique et visqueux, ce qui peut indiquer une diminution de la rigidité et de la viscosité du matériau.

À une température de 10°C, les modules de cisaillement élastique et visqueux augmentent légèrement, suggérant une légère augmentation de la rigidité et de la viscosité du matériau à cette température plus basse.

Les courbes de G' et G'' se croisent au point où le module de cisaillement élastique (G') atteint environ 18 Pa. Ce point de croisement peut indiquer une transition entre le comportement dominé par l'élasticité (G') et celui dominé par la viscosité (G'').

Conclusion :

Les variations des modules de cisaillement élastique (G') et visqueux (G'') en fonction de la température indiquent que le matériau présente des propriétés viscoélastiques et est sensible à la température.

La diminution des modules de cisaillement à une température plus élevée peut-être due à une réorganisation structurale du matériau ou à une diminution de la viscosité à mesure que la température augmente.

L'augmentation des modules de cisaillement à une température plus basse peut être attribuée à une diminution de la mobilité moléculaire et à une augmentation de la viscosité à cette température.

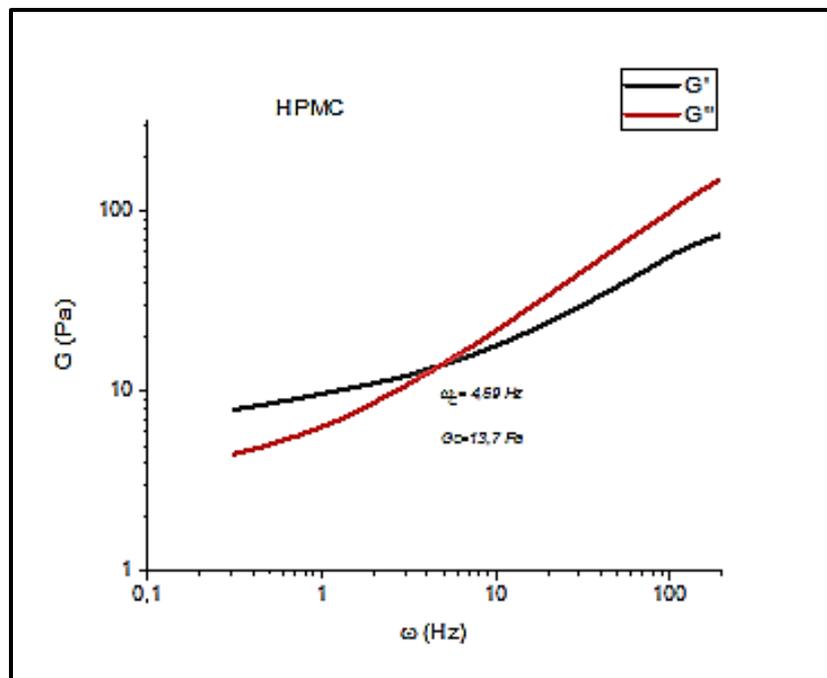
Test de la Fréquence :

Figure 4.3 : Courbes rhéologiques de cisaillement élastique G' et de cisaillement visqueux G'' d'émulgel (HPMC) en fonction de fréquence.

Cisaillement élastique (G') :

Au départ, à une fréquence de 0,3 Hz, le module de cisaillement élastique (G') est de 0,9 Pa. Cela indique que le matériau a une certaine capacité à stocker l'énergie de déformation élastique, mais cette capacité est relativement faible.

À mesure que la fréquence augmente, le module de cisaillement élastique (G') augmente progressivement jusqu'à atteindre une valeur de 11 Pa à une fréquence de 9 Hz. Cela signifie que le matériau devient plus rigide et a une plus grande capacité à résister aux déformations élastiques à des fréquences plus élevées.

Il est important de noter que la valeur de G' ne continue pas à augmenter au-delà de la fréquence de 9 Hz, car elle est dépassée par le module de cisaillement visqueux (G'') à des fréquences plus élevées.

Cisaillement visqueux (G'') :

Au départ, à une fréquence de 0,3 Hz, le module de cisaillement visqueux (G'') est de 4 Pa. Cela indique que le matériau présente une certaine viscosité apparente et une résistance au flux à cette fréquence.

À mesure que la fréquence augmente, le module de cisaillement visqueux (G'') augmente considérablement pour atteindre une valeur de 80 Pa à une fréquence supérieure à 100 Hz. Cela signifie que le matériau devient plus visqueux et offre une plus grande résistance au flux à des fréquences plus élevées.

Il est également important de noter que la valeur de G'' dépasse celle de G' à des fréquences supérieures à 9 Hz, indiquant que le comportement visqueux prédomine sur le comportement élastique à ces fréquences.

Interprétation globale :

L'observation du point de croisement entre les courbes G' et G'' à une fréquence de 9 Hz et une valeur de 11 Pa indique un équilibre entre les comportements élastique et visqueux du matériau à cette fréquence spécifique.

Au-dessous de cette fréquence, le matériau présente un comportement plus élastique, tandis qu'au-dessus de cette fréquence, le comportement visqueux prédomine.

La variation des courbes G' et G'' en fonction de la fréquence indique une dépendance du comportement rhéologique du matériau à la fréquence de sollicitation.

Il convient de noter que cette interprétation est basée sur les données fournies et que des informations supplémentaires sur le matériau et les conditions expérimentales peuvent être nécessaires pour une interprétation plus complète.

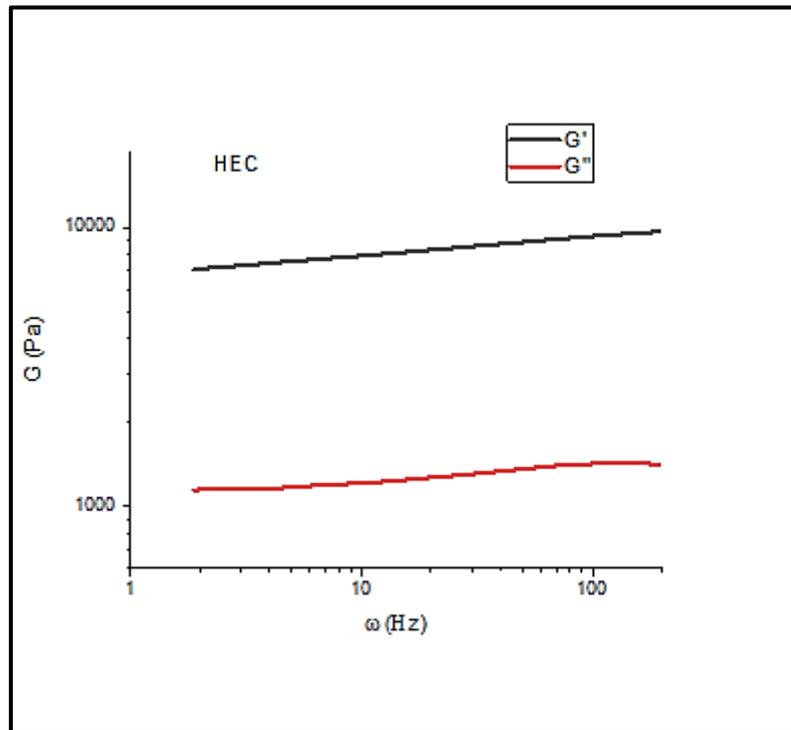


Figure 4.4 : Courbes rhéologiques de cisaillement élastique G' et de cisaillement visqueux G'' d'émulsionnel (HEC) en fonction de fréquence.

Cisaillement élastique (G') :

Au départ, à une fréquence de 3 Hz, le module de cisaillement élastique (G') est de 8000 Pa. Cela indique que le matériau présente une forte capacité à stocker l'énergie de déformation élastique, ce qui se traduit par une rigidité élevée à cette fréquence.

À mesure que la fréquence augmente, le module de cisaillement élastique (G') continue d'augmenter pour atteindre une valeur de 10000 Pa à une fréquence supérieure à 100 Hz. Cela suggère que la rigidité du matériau augmente encore à des fréquences plus élevées.

Cisaillement visqueux (G'') :

Au départ, à une fréquence de 3 Hz, le module de cisaillement visqueux (G'') est de 1010 Pa. Cela indique que le matériau présente une viscosité apparente et une résistance au flux à cette fréquence.

À mesure que la fréquence augmente, le module de cisaillement visqueux (G'') reste relativement constant, atteignant une valeur de 1020 Pa à une fréquence supérieure à 100 Hz. Cela suggère que la viscosité du matériau reste stable à des fréquences plus élevées.

Interprétation globale :

Les deux courbes G' et G'' sont parallèles et horizontales, ce qui indique un comportement de type solide élastique. Cela signifie que le matériau présente une capacité élastique importante et une résistance minimale à l'écoulement à toutes les fréquences mesurées.

Le point de départ élevé des courbes G' et G'' (8000 Pa et 1010 Pa respectivement) indique une rigidité initiale élevée du matériau.

Les courbes restent parallèles et quasi-horizontales, ce qui suggère que la viscosité et la rigidité du matériau ne varient pas significativement avec la fréquence dans la plage mesurée.

Conclusion :

Le matériau présente un comportement solide élastique, avec une forte capacité à stocker l'énergie de déformation élastique et une résistance minimale à l'écoulement, indépendamment de la fréquence.

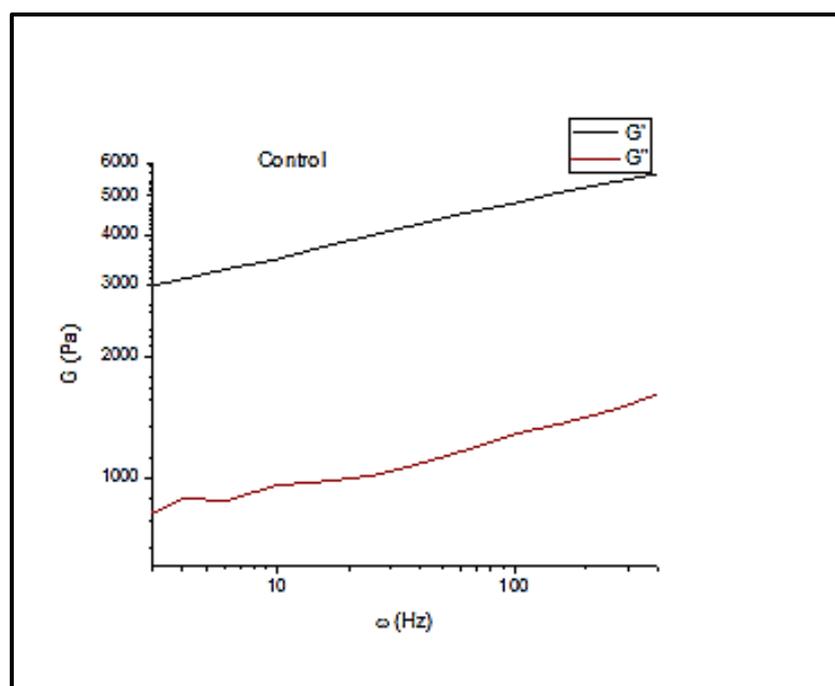


Figure 4.4 : Courbes rhéologiques de cisaillement élastique G' et de cisaillement visqueux G'' d'émulgel (référence) en fonction de fréquence.

Cisaillement élastique (G') :

La courbe de G' démarre à un point de départ de 3000 Pa à une fréquence de 0 Hz, ce qui indique une certaine rigidité initiale du matériau même à des fréquences très basses.

À mesure que la fréquence augmente, le module de cisaillement élastique (G') augmente linéairement pour atteindre une valeur de 6000 Pa à une fréquence supérieure à 100 Hz. Cela suggère que la rigidité du matériau reste constante et ne varie pas avec la fréquence.

Cisaillement visqueux (G'') :

La courbe de G'' présente un comportement parallèle à celle de G' . Cela indique que la viscosité du matériau reste constante et ne dépend pas de la fréquence.

Au point de départ, à une fréquence de 0 Hz, le module de cisaillement visqueux (G'') est de 600 Pa. Cela suggère une certaine viscosité initiale du matériau.

À mesure que la fréquence augmente, le module de cisaillement visqueux (G'') augmente linéairement pour atteindre une valeur de 1500 Pa à une fréquence supérieure à 100 Hz. Cela indique que la viscosité du matériau reste constante et ne varie pas avec la fréquence.

Interprétation globale :

Les courbes parallèles de G' et G'' indiquent un comportement viscoélastique linéaire du matériau.

Le matériau présente une rigidité et une viscosité initiales relativement élevées, qui restent constantes indépendamment de la fréquence.

Il n'y a pas de décalage ou de déphasage significatif entre les courbes G' et G'' , ce qui suggère que le matériau réagit de manière équilibrée aux contraintes de cisaillement élastique et visqueux.

La conclusion générale :

Le matériau présente un comportement viscoélastique linéaire, avec une rigidité et une viscosité constantes indépendamment de la fréquence.

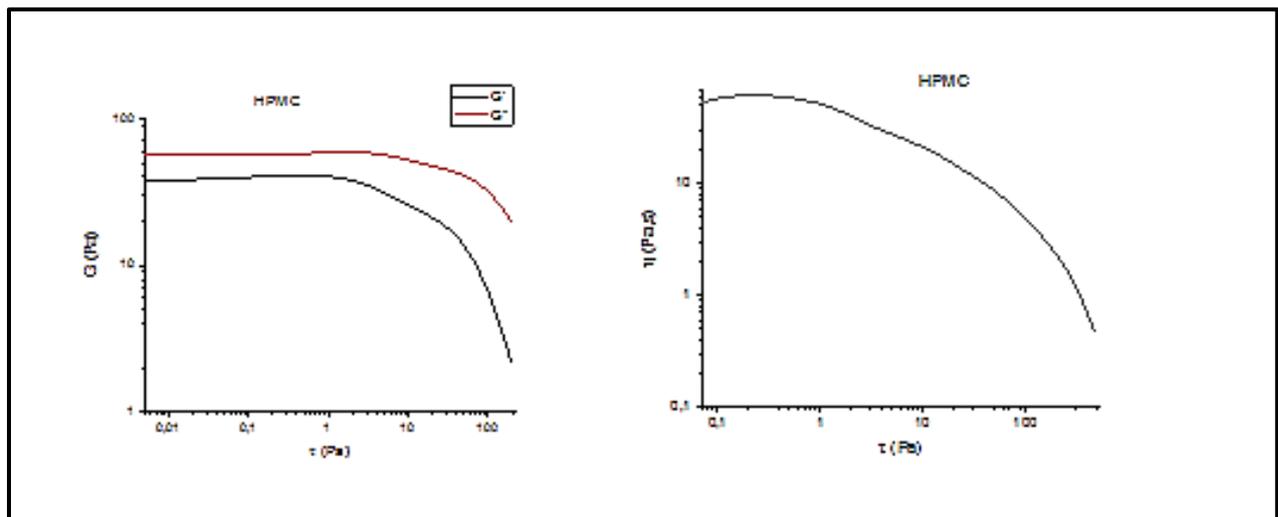
Test de contrainte seul :

Figure 4.5 : les courbes de HPMC

Interprétation :1. Courbe de G' (cisaillement élastique) :

- Au point de départ, avec une contrainte de 0 Pa, le module de cisaillement élastique (G') est de 45 Pa.
- À mesure que la contrainte augmente, le module de cisaillement élastique diminue jusqu'à atteindre une valeur de 2 Pa à une contrainte supérieure à 100 Pa.

2. Courbe de G'' (cisaillement visqueux) :

- Au point de départ, avec une contrainte de 0 Pa, le module de cisaillement visqueux (G'') est de 69 Pa.
- À mesure que la contrainte augmente, le module de cisaillement visqueux diminue jusqu'à atteindre une valeur de 30 Pa à une contrainte supérieure à 100 Pa.

3. Courbe d'écoulement et de viscosité :

- Au point de départ, avec une contrainte de 0 Pa, la viscosité est de 30 (Pa.s).
- À mesure que la contrainte augmente, la viscosité diminue jusqu'à atteindre une valeur de 0.8 (Pa.s) à une contrainte supérieure à 100 Pa.

Dans l'ensemble, les courbes de G' et G'' montrent une diminution des modules de cisaillement élastique et visqueux respectivement à mesure que la contrainte augmente. Cela peut indiquer une tendance à une plus grande déformation du matériau à des contraintes plus élevées, ce qui suggère une réponse plus visqueuse et moins élastique.

La courbe d'écoulement et de viscosité montre une diminution de la viscosité à mesure que la contrainte augmente, indiquant une plus grande facilité d'écoulement du matériau sous des contraintes plus élevées.

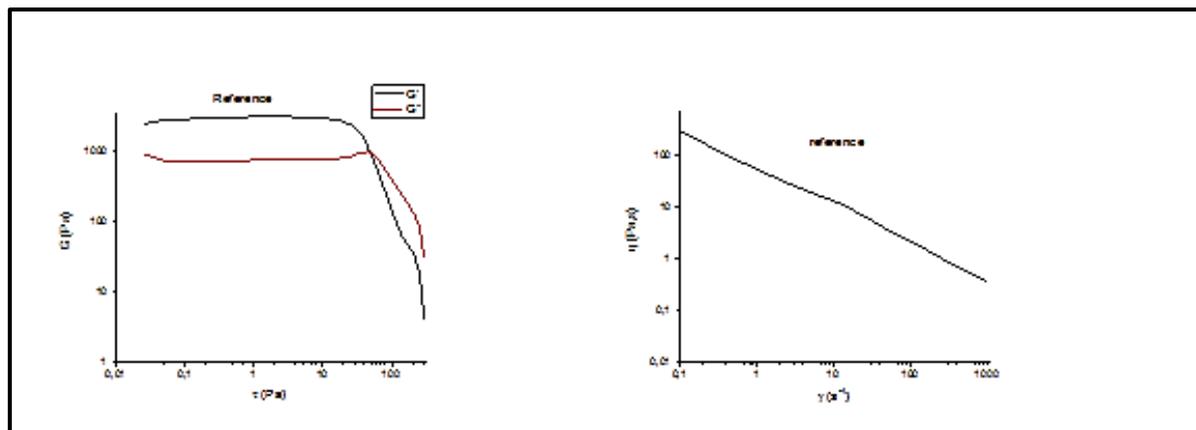


Figure 4.6 : les courbes de référence

Interprétation :

1. Module de cisaillement élastique (G') :

- Au point de départ, avec une contrainte de 0.003 Pa, le module de cisaillement élastique est de 1200 Pa.
- À mesure que la contrainte de cisaillement augmente, le module de cisaillement élastique diminue progressivement.
- À une contrainte supérieure à 100 Pa, le module de cisaillement élastique atteint une valeur de 7 Pa.

2. Module de cisaillement visqueux (G'') :

- Au point de départ, avec une contrainte de 0.03 Pa, le module de cisaillement visqueux est de 1000 Pa.
- À mesure que la contrainte de cisaillement augmente, le module de cisaillement visqueux diminue progressivement.
- À une contrainte supérieure à 100 Pa, le module de cisaillement visqueux atteint une valeur de 40 Pa.

En ce qui concerne le graphe de déformation et de viscosité, nous avons les valeurs suivantes :

- Au départ de la courbe, à une déformation de 0 (S⁻¹), la viscosité est de 300 (Pa.s).
- À mesure que la déformation augmente, la viscosité diminue progressivement.
- À une déformation de 1000 (S⁻¹), la viscosité atteint une valeur de 0.8 (Pa.s)

Il est important de noter que la viscosité est une mesure de la résistance d'un matériau à l'écoulement, tandis que la déformation est une mesure de la quantité de déformation subie par le matériau. Les courbes de viscosité et de déformation nous permettent de comprendre comment la viscosité d'un matériau varie en fonction de la contrainte de cisaillement ou de la déformation appliquée.

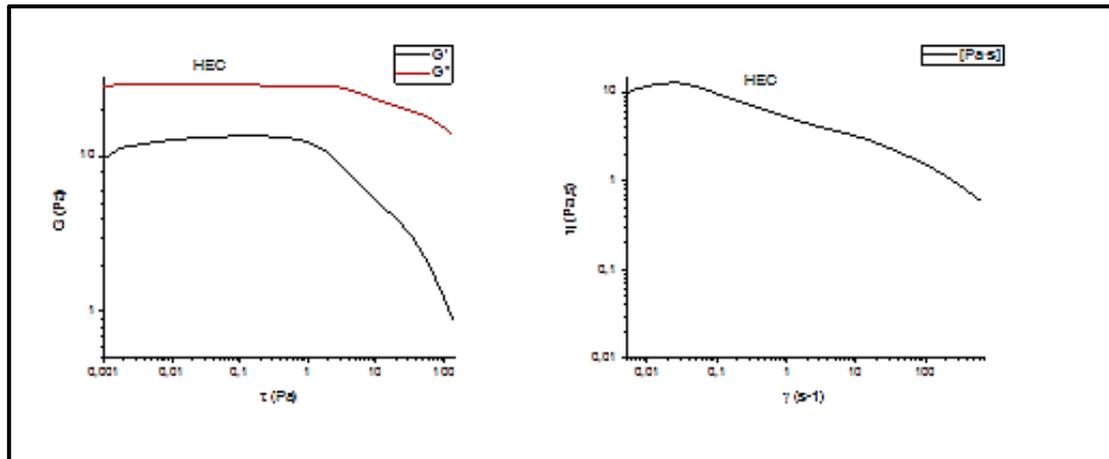


Figure 4.7 : les courbes de HEC

Interprétation :

1. Module de cisaillement élastique (G') :
 - Au point de départ, avec une contrainte de 0.001 Pa, le module de cisaillement élastique est de 10 Pa.
 - À mesure que la contrainte de cisaillement augmente, le module de cisaillement élastique diminue progressivement.
 - À une contrainte supérieure à 100 Pa, le module de cisaillement élastique atteint une valeur de 0.006 Pa.
2. Module de cisaillement visqueux (G'') :
 - Au point de départ, avec une contrainte de 0.001 Pa, le module de cisaillement visqueux est de 29 Pa.

- À mesure que la contrainte de cisaillement augmente, le module de cisaillement visqueux diminue progressivement.
- À une contrainte supérieure à 100 Pa, le module de cisaillement visqueux atteint une valeur de 18 Pa.

En ce qui concerne le graphe de déformation et de viscosité, voici les valeurs correspondantes :

- Au départ de la courbe, à une déformation de 0 (S-1), la viscosité est de 10 (Pa.s).
- À mesure que la déformation augmente, la viscosité diminue progressivement.
- À une déformation de 100 (S-1), la viscosité atteint une valeur de 0.8 (Pa.s).

Ces courbes de viscosité et de déformation nous permettent de comprendre comment les propriétés rhéologiques d'un matériau varient en fonction de la contrainte de cisaillement ou de la déformation appliquée. La viscosité représente la résistance à l'écoulement du matériau, tandis que la déformation mesure l'étendue de la déformation subie par le matériau.

En conclusion l'analyse des courbes de viscosité et de déformation pour les modules de cisaillement élastique et visqueux est essentielle pour caractériser le comportement rhéologique d'un matériau.

Comparaison

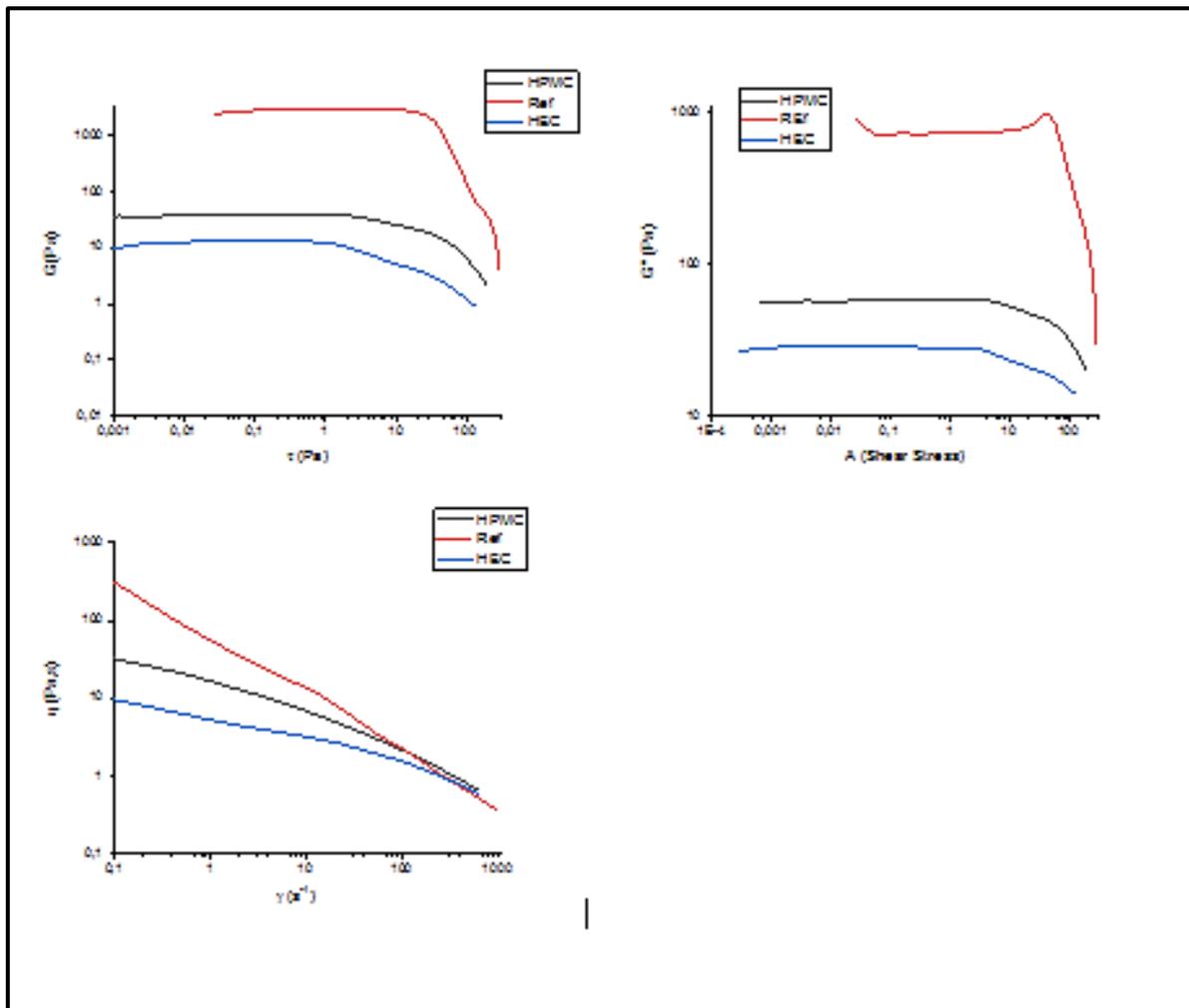


Figure 4.8 : Comparaison entre les graphes G' vs τ et G'' vs τ et η vs $\dot{\gamma}$

Conclusion Général

Conclusion Générale :

Une fois la formulation adéquate réalisé nous avons entamé plusieurs testes rhéologiques, a fin de caractériser notre produit

Références bibliographiques

1. **smithers.**

<https://www.ummtto.dz/dspace/bitstream/handle/ummtto/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. [En ligne] 2008.

2. **Pintado.**

<https://www.ummtto.dz/dspace/bitstream/handle/ummtto/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. [En ligne] 2001.

3. **Bergel.**

<https://www.ummtto.dz/dspace/bitstream/handle/ummtto/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. [En ligne] 2004.

4. **Muller.**

<https://www.ummtto.dz/dspace/bitstream/handle/ummtto/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. [En ligne] 2003.

5. **Boudy.**

<https://www.ummtto.dz/dspace/bitstream/handle/ummtto/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. [En ligne] 2012.

6. **Medinbio.**

<https://www.ummtto.dz/dspace/bitstream/handle/ummtto/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.

<https://www.ummtto.dz/dspace/bitstream/handle/ummtto/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. [En ligne] 2015.

7. **Publication de INRA. INRA. France : Institut national de recherche agricole, 2002.**

8. **Morr et Linden. 1993 ;1994.**

9. **etal, Morr. 1993.**

10. **Lait et produits laitiers;ed. Paris : technique et documentatation_Lavoisier,tome2, 1990.**

11. **Manuel de transformation du lait chapitre 15. *le traitement de sérum de fromagerie.***

12. **eal, Madureira. 2007.**

13. **Vasey. 2006.**

14. **Woo. 2002.**

15. **Mereo. 1971.**

16. **J Cotte. *Le lait, une matière d'avenir pour la cosmétique. Le Lait, 1991, 71 (2), pp.213-224. hal-***

17. **FranceAgriMer. [En ligne] ,(2013).**

18. **—. [En ligne] (2013).**

19. ***Le lait, une matière d'avenir pour la cosmétique. Le Lait, 71 (2), pp.213-224. hal-*. Cotte, J. , 1991.**

20. ***Emulgel Comprises of Two Fundamental Constituents (1) fr.***

21. MOLECULE. JAKSQOM. 2013.
22. H. .JHG.
23. biochimiej.univ-angers.fr . [En ligne]
24. Violleau. 1999.
25. Sottiez. 1990.
26. Moletta. 2002.
27. Bergel et al. 2004.
28. Vrigaud. 1983.
29. Linden. 1994.
30. (Morr et a. 1993.
31. Schuck. 2004.
32. FranceAgriMer. 2013.
33. FranceAgriMer. 2013.
34. Feillet. 2000.
35. Fabrication d'une Boisson Plate Fermenté a Base de Lactosérum Acide .2005 . MOULOUD Kheirddine
36.
<https://www.ummo.dz/dspace/bitstream/handle/ummo/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.
<https://www.ummo.dz/dspace/bitstream/handle/ummo/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. [En ligne]
37. Méreo, 197. Méreo, 1971.
38. pack, Tetra. 2003.
39. le traitement de sérum de fromage. . *Manuel de transformation du lait chapitre 15 : le traitement de sérum de fromage*.
40. *Publication de INRA*. France : institut de recherche agricole, 2002.
41. http://ensaia.univ-lorraine.fr/telechargements/rapport_final_lactoserum2.pdf. [En ligne]
42. http://ensaia.univ-lorraine.fr/telechargements/rapport_final_lactoserum2.pdf. [En ligne]
43. Sottiez.
<https://www.ummo.dz/dspace/bitstream/handle/ummo/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. [En ligne] 1991.

44. Ha, Morret.

<https://www.ummtto.dz/dspace/bitstream/handle/ummtto/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. [En ligne] 1993.

45. Sottiez.

<https://www.ummtto.dz/dspace/bitstream/handle/ummtto/14238/Abdenouri%20Anies%20%26%20Fouchel%20Assia.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. [En ligne] 1990.

46. Kotsaki, Papademas et. [En ligne] 2019.

47. (Laplanche et al.,). [En ligne] 2006.

48. Lapointe-Vignola. [En ligne] 2002.

49. Guthy et Green. ABIDI NABIL. Valorisation du lactose et du lactosérum en acide succinique par fermentation. [En ligne] (1977 ; 1981) .

50. Walstra. file:///C:/Users/samsung/Documents/rapport_final_lactoserum2.pdf. [En ligne] (1990).

51. Schmidt. ABIDI NABIL. Valorisation du lactose et du lactosérum en acide succinique par fermentation. [En ligne] (1973).

52. St-Gelais. ABIDI NABIL. Valorisation du lactose et du lactosérum en acide succinique par fermentation. [En ligne] 2002.

53. Thomet.

https://www.facebook.com/flx/warn/?u=http%3A%2F%2Fwww.alibaba.com%2F&h=AT1dCfxExyDaQS8tSKu3C69r1529mvCgf-7IF-n89auluw8R4Xff6F2bnQ80Vd932bOCh0vz_ERIYkVIWm-CeejZ7l-RnTE8t5lbsJAa5R4PpNcB12OFMw. [En ligne] (2005).

54. al), (Baumy et. Gestin L, Fauquant J, Boyaval E, : *Technologie de purification des phospholipides du lactosérum. Process 1047, 29-33, 1990.*

55. Maubois JL, Léonil J. s.l. : *activité biologique. Lait 69, 245-269, (1989) .*

