

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITE BLIDA 1

FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE

DEPARTEMENT DES SCIENCES AGRONOMIQUE

**Essai de formulation et caractérisation physico- chimique d'une
confiture à base de lait de vache enrichie en pectine d'agrumes**

Mémoire de fin d'Etude en vue de l'obtention du diplôme de Master académique

Option : Science de la nature et de la vie
Spécialité : Nutrition et contrôle des aliments

Présenté par : MOUSSOUS Wahiba

Devant le jury compose de:

| | | | |
|---------------------|-------------------------|-----|------------|
| Mme Acheheb Hakima. | Maitre de conférences B | UB1 | Promotrice |
| Mr Ramdanes .S | Maitre de conférences A | UB1 | Président |
| Mr Megateli.I | Maitre de conférences B | UB1 | Examineur |

ANNEE UNIVERSITAIRE: 2012-2013

Remerciements

Tous d'abord nous voulons remercier Dieu le tout puissant de nous avoir permis de réaliser ce modeste travail.

Notre mémoire s'est déroulée dans des bonnes conditions humaines et scientifiques, au sein du laboratoire de Sicam.

Nous tenons avant tout à remercier Mme Achehab Hakima de m'avoir confiée un sujet intéressant, ainsi que pour leur gentillesse, leurs conseils précieux, leur soutien et leur disponibilité.

Je souhaite également remercier très sincèrement les membres de jury qui nous ont honoré de leur présence :

En fin, nous voulons témoigner notre gratitude à tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin à fin de réaliser ce travail.

DEDICACES

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à dieu, tout puissant pour m'avoir donné le courage et la volonté de mener à bon voie ;

Je dédie ce modeste travail aux plus chères personnes de ma vie :

A ma très chère mère qui s'est tant sacrifiée pour les besoins de nos études,

A mon très cher père pour tous les efforts consentis afin de nous armer du savoir,

A mes frères : Hakim, Hichem, Kamel et son fils Abd Rahim, Ibrahim, chourouk,

et à mes sœurs : Nadia, Hafida, Dalila pour leur affectueux soutien moral,

A ma fille Wissal

A tout le sympathique équipe du Laboratoire,

A Monsieur Remadhane,

A ma promotrice et Mme Domandji

A toutes celles et à tous ceux qui m'aiment,

A tous mes amis et amies.

A tous ceux qui m'ont encouragé de loin ou de près pour la réussite de ce mémoire et de ma vie.

Wahiba

Résumé

Notre travail a porté sur un essai de formulation d'une confiture à base de lait de vache enrichie en pectine d'agrumes au sein de l'unité « Sicam ».

En effet dans une première étape des analyses physico-chimiques et microbiologiques de toutes les matières premières (lait de vache, pectine).

Dans la deuxième étape, une préparation de quatre essais d'une confiture a été effectuée.

Les résultats des analyses physico-chimiques et microbiologiques des matières premières étaient conformes aux normes.

Les jurys de dégustation ont jugé la bonne qualité du produit fini (texture gélifiant, bon consistence, bon goût et bon aspect), les résultats obtenus pour l'ensemble des analyses sensorielles montrent bien que l'apport de la pectine fait ressortir une plus grande appréciation des consommateurs par rapport aux échantillons élaborés sans apport de pectine. Mais elle n'influence nullement les caractéristiques chimiques (degré Brix, sucres totaux, sucres réducteurs, acidité) et microbiologiques :

Une stabilité du degré brix avec l'augmentation du % d'incorporation de la pectine dans le produit fini ;

Pour le paramètre pH, Les moyennes suivies de la même lettre n'ont pas de différence significative ;

Les données relatives au paramètre Humidité sont variées de 28,8 à 31,66 ; On constate qu'il existe une petite différence assez significative entre les moyennes des échantillons de confiture élaborés ;

Tous les échantillons analysés renferment une grande quantité d'acide nécessaire pour une bonne conservation ;

Les moyennes suivies de la même lettre d'un sucre réducteur et sucre totaux ne font pas ressortir de différence significative entre les moyennes des échantillons.

D'après les résultats de l'analyse microbiologique on observe une absence totale des germes pathogènes ; Ce qui implique la bonne qualité microbiologique des matières premières et par les bonnes conditions de stockage avec des précautions et une grande attention portée sur l'hygiène tout au long de la manipulation.

Mots clé :

Confiture, Lait de vache, pectine.

Summary

Our work concerned a test of formulation of a jam containing cow's milk enriched in citrus fruits pectin within the unit "Sicam".

Indeed in a first stage of the physicochemical and microbiological analyzes of all the raw materials (cow's milk, pectin).

In the second phase, a preparation of four samples of a jam at summer carried out.

The results of the physicochemical and microbiological analyzes of the raw materials were in conformity with the standards.

The juries of tasting judged the good quality of the end product (texture gelling, good consistency, good taste and good aspect), the results obtained for the whole of the sensory analyzes show well that the contribution of pectin emphasizes a greater appreciation of the consumers compared to the samples worked out without pectin contribution. But it by no means influences the chemical characteristics (Brix degree, sugars total, reducing sugars, acidity) and microbiological:

A stability of the brix degree with the increase in % of incorporation of pectin in the end product;

For parameter pH, the averages followed by the same letter do not have a significant difference;

The relative data with the Humidité parameter are vary from 28,8 to 31,66; It is noted that there exists a small rather significant difference between the averages of the elaborate samples of jam;

All the analyzed samples contain a great quantity of acid necessary for a good conservation;

The averages followed by the same letter of a reducing sugar and sweetens total does not emphasize from significant difference between the averages of the samples.

According to the results of the microbiological analysis one observes an complete absence of the pathogenic germs; What implies microbiological good quality of the raw materials and by the good conditions of storage with precautions and an great attention related to hygiene throughout handling.

Keywords:

Jam, cow's milk, pectin.

ملخص

ركز عملنا على صناعة مربى بالحليب ممزوج ببكتين الحوامض على مستوى الوحدة الصناعية سيكام. والواقع أننا قمنا في الخطوة الأولى بالمعالجة الفيزيائية الكيميائية والميكروبيولوجية لجميع المواد الأولية (حليب البقر، البكتين).

في الخطوة الثانية ، قمنا بتحضير 4 عينات من مربى الحليب الممزوج ببكتين الحوامض . وكانت نتائج التحاليل الكيميائية الفيزيائية والخصائص الميكروبيولوجية للمواد الأولية متوافق مع نوعية هذه الأخيرة.

كما أن النتائج المتحصلة للجودة الحسية التجريبية تدل أن البكتين مستهلك مقارنة مع المنتج بدون بكتين، لكن البكتين ليس له أية تأثير على الخصائص الكيميائية -الفيزيائية و الميكروبيولوجية (السكر المرجع، السكر الكلي، الحموضة و درجة بريكس) حيث سجلنا: -استقرار الدرجة بريكس، رغم ارتفاع نسبة البكتين.

-وجود فارق صغير لنتائج ال pH

-الرطوبة محصورة بين 28, 8 و 31, 6% دلالة على وجود فارق صغير.

- وجود كمية كبيرة للحموضة للمساعدة على حفظ المنتج.

-وجود فارق صغير بين نتائج السكر المرجع و السكر الكلي.

بعد نتائج التحاليل الميكروبيولوجية سجلنا غياب كلي للجراثيم الملوثة أثناء التخزين مما يدل على النوعية الجيدة للمواد الأولية مع وجود الشروط الضرورية للوقاية و الصيانة أثناء فترة العمل.

الكلمات الجوهرية:

المربى، حليب البقر، البكتين .

Sommaire

| | |
|--|-----------|
| Introduction..... | 1 |
| Partie I : Etude bibliographique | |
| Chapitre I : Le lait de vache..... | 4 |
| I.1.Définition..... | 4 |
| I.2.Propriétés physico-chimiques du lait..... | 4 |
| I.3.Composition chimique du lait..... | 7 |
| I.4.La flore microbienne du lait..... | 13 |
| I.5. Action de la microflore du lait..... | 14 |
| I.6.Valeur nutritionnelle du lait..... | 14 |
| Chapitre II : La pectine..... | 20 |
| II. Les substances pectiques..... | 20 |
| II.1.Généralités..... | 20 |
| II.2.Définition..... | 21 |
| II.3.Les sources des substances pectiques..... | 22 |
| II.4.Nomenclature et classification des substances pectiques..... | 24 |
| III.L'intérêt des pectines..... | 38 |
| Chapitre III : La confiture..... | 44 |
| III.2.Définition | 44 |
| III.3.Les principaux éléments entrant dans la fabrication de la confiture d'agrume.... | 44 |
| III.4.L'addition des différents éléments, leurs rôles et conséquences d'un mauvais. | 46 |
| Partie II : Partie expérimentale | |
| Chapitre I : Matériel et méthodes..... | 64 |
| I. Matériel et méthodes..... | 64 |
| I.1.Matériel..... | 64 |
| I.2.Méthodes | 64 |

| | |
|---|------------|
| Chapitre II : Résultats et discussion..... | 98 |
| II.1.Résultats d'analyses physico-chimiques des matières premières..... | 98 |
| II.2.Résultats d'analyses physico-chimiques du produit fini (confiture) | 102 |
| II.3. Résultats d'analyses microbiologiques du produit fini (confiture) | 108 |
| Conclusion générale..... | 113 |
| Référence bibliographique. | |
| Les annexes. | |

Table de matière

| | |
|---|----------|
| Introduction..... | 1 |
| Partie I : Etude bibliographique | |
| Chapitre I : Le lait de vache..... | 4 |
| I.1.Définition..... | 4 |
| I.2.Propriétés physico-chimiques du lait..... | 4 |
| I.2.1.Masse volumique et densité..... | 5 |
| I.2.2.Point de congélation..... | 6 |
| I.2.3.Point d'ébullition..... | 6 |
| I.2.4.L'acidité du lait..... | 6 |
| I.2.5.Le pH..... | 6 |
| I.2.6.Densité..... | 7 |
| I.3.Composition biochimique du lait..... | 7 |
| I.3.1. L'eau..... | 9 |
| I.3.2. Les glucides..... | 9 |
| I.3.3. La matière grasse..... | 9 |
| I.3.4. Les protéines..... | 10 |
| I.3.5. Les minéraux..... | 10 |
| I.3.6.Les vitamines..... | 11 |
| I.3.7. Les enzymes..... | 12 |
| I.4.La flore microbienne du lait..... | 13 |
| I.4.1.Flore indigène (originelle)..... | 13 |
| I.4.2.Flore contaminante..... | 13 |
| I.5. Action de la microflore du lait..... | 14 |
| I.6.Valeur nutritionnelle du lait..... | 14 |
| I.7. Qualité et hygiène..... | 16 |
| I.7.1. Notion de la qualité..... | 16 |

| | |
|---|----|
| I.7.2. Notion de l'hygiène | 17 |
| Chapitre II : La pectine | 20 |
| II. Les substances pectiques..... | 20 |
| II.1.Généralités..... | 20 |
| II.2.Définition..... | 21 |
| II.3.Les sources des substances pectiques..... | 22 |
| II.3.1.En général..... | 22 |
| II.3.2.Les Agrumes en particuliers..... | 22 |
| II.4.Nomenclature et classification des substances pectiques..... | 24 |
| II.5.Composition chimique..... | 24 |
| II.6.Propriétés chimiques..... | 25 |
| II.7.Structure chimique des substances pectiques..... | 25 |
| II.8.Classification des pectines et leurs particularités..... | 28 |
| II.9.Localisation et biosynthèse des substances pectiques..... | 29 |
| II.10.Dégradation des substances pectiques..... | 31 |
| II.11.Rôle dans la maturation des fruits..... | 33 |
| II.12.Caractéristiques physico-chimiques des substances pectiques..... | 33 |
| II.13.Rôles physiologiques..... | 37 |
| III.L'intérêt des pectines..... | 38 |
| III.1. Généralités..... | 38 |
| III.2.Etude de quelques propriétés physiologiques des pectines..... | 39 |
| III.3.Etude des propriétés technologiques des pectines et leur utilisation..... | 41 |
| Chapitre III : La confiture | 44 |
| III. La confiture d'agrumes..... | 44 |
| III.1.Historique de la confiture..... | 44 |
| III.2.Définition | 44 |
| III.3.Les principaux éléments entrant dans la fabrication de la confiture..... | 44 |

| | |
|--|----|
| III.4.L'addition des différents éléments, leurs rôles et conséquences d'un mauvais..... | 46 |
| III.5. Importance de la mesure du pH en confiterie..... | 51 |
| III.6. Equilibre sucre - acide – pectine..... | 52 |
| III.7. Importance de la gélification de la confiture..... | 52 |
| III.8. Importance du sel dans la désamérisation..... | 52 |
| III.9. Les facteurs qui influencent le temps de trempage..... | 52 |
| III.10.Origine de la bio contamination..... | 53 |
| III.11.Action des micro-organismes..... | 53 |
| III.12.Les conservateurs généralement utilisées dans la conservation de la confiture..... | 55 |
| III.13.Valeur Alimentaire de la confiture..... | 55 |
| III.14.Matériau d'emballage de la confiture..... | 55 |
| III.15.La formulation de confiture..... | 56 |
| III.16. Influence du sel sur la texture du mésocarpe pendant l'opération de désamérisation, sur la couleur et le goût du produit après la cuisson..... | 61 |

Partie II : Partie expérimentale

| | |
|---|-----------|
| Chapitre I : Matériel et méthodes..... | 64 |
| I. Matériel et méthodes..... | 64 |
| I.1.Matériel..... | 64 |
| I.2.Méthodes | 64 |
| I.2.1. Echantonnage et prélèvement des matières premières..... | 64 |
| I.2.2.Analyses organoleptiques et physico-chimiques de la pectine d'agrumes | 65 |
| I.2.3. Analyses physico-chimiques du lait de vache..... | 73 |
| I.2.4.Analyses physico-chimiques de sel, bicarbonate du sodium, la vanille..... | 78 |

| | |
|---|------------|
| I.2.5. Analyses physico-chimiques de la confiture (produit fini)..... | 81 |
| I.2.6. Evaluations sensorielles..... | 83 |
| I.2.7. Analyses microbiologiques..... | 84 |
| I.2.8. Traitement statistique des données..... | 92 |
| I.2.9. Essai de formulation d'une confiture à base de pectine d'agrumes..... | 93 |
| I.2.10. Evaluation organoleptique | 96 |
| Chapitre II : Résultats et discussion..... | 98 |
| II.1. Résultats d'analyses physico-chimiques des matières premières | 98 |
| II.1.1. La pectine..... | 98 |
| II.1.2. Lait de vache..... | 100 |
| II.1.3. Le sel, la vanille et le bicarbonate de sodium..... | 101 |
| II.2. Résultats d'analyses physico-chimiques du produit fini (confiture)..... | 102 |
| II.3. Résultats d'analyses microbiologiques du produit fini (confiture) | 108 |
| II.4. Evaluation organoleptique | 109 |
| II.5. Profil organoleptique..... | 111 |
| Conclusion générale..... | 113 |
| Référence bibliographique. | |
| Les annexes. | |

Liste des tableaux

| | |
|---|-----|
| Tableau n°1 : Les principaux caractères physico-chimiques du lait de vache..... | 5 |
| Tableau n°2 : Compositions d'un litre du lait de vache..... | 8 |
| Tableau n°3 : Composition moyenne et distribution des protéines du lait de Vache..... | 10 |
| Tableau n°4 : Composition vitaminique moyenne du lait cru..... | 12 |
| Tableau n°5 : Flore indigène du lait cru..... | 13 |
| Tableau n°6 : Les besoins alimentaires de l'homme et leur couverture par le Lait..... | 15 |
| Tableau n°7 : Paramètres microbiologiques du lait..... | 16 |
| Tableau n°8 : Teneurs en substances pectiques de quelques végétaux et leurs Tissus..... | 22 |
| Tableau n°9 : Evolution de la production d'agrumes en Algérie (Unité : Tonnes)... | 23 |
| Tableau n°10 : Présentation des zones de développement des microorganismes en fonction du pH de quelques fruits (CTA, 1990)..... | 50 |
| Tableau n°11 : Les conservateurs généralement utilisés ainsi que leur dose maximale (Francois, 1995)..... | 55 |
| Tableau n°12 : Composition des tubes à tester..... | 72 |
| Tableau n°13 : Formule d'une confiture à base de lait de vache enrichie pectine d'agrumes (4 essai)..... | 93 |
| Tableau n°14 : Résultats d'analyses physico-chimiques de la pectine, d'après Açourene (1987) et Mobido (1988)..... | 98 |
| Tableau n°15 : Résultats d'analyses physico-chimiques de lait vache..... | 100 |
| Tableau n°16 : Résultats d'analyses physico-chimiques du sel, la vanille et le bicarbonate de sodium..... | 101 |
| Tableau n°17 : Résultats d'analyses physico-chimiques des essais de formulation | |

| | |
|---|-----|
| De confiture de lait enrichie en pectine d'agrumes..... | 102 |
| Tableau n°18 : Résultats d'analyses microbiologiques du produit fini..... | 108 |
| Tableau n°19 : Résultats de texture des produits finis..... | 109 |
| Tableau n°20 : Résultats de l'évaluation de la qualité organoleptique..... | 110 |

Liste des figures

| | |
|---|-----|
| Figure 1: Schéma de la chaîne principale des substances pectiques (l'acide polygalacturonique)..... | 26 |
| Figure 2 : Schéma de formation d'un coude pectique (Thibault, 1980)..... | 27 |
| Figure 3 : Schéma de la structure générale des pectines (Albagnac et <i>al</i> ; 2002)... | 28 |
| Figure 4 : Schéma de la chaîne pectique (Petit, 1975)..... | 29 |
| Figure 5 : Distribution des constituants de la paroi des cellules végétales : (Localisation des substances pectiques) (Thibault, 1980)..... | 30 |
| Figure 6 : Disposition des polysaccharides de la paroi primaire des cellules Végétales (Vrénat et Vierling, 2001)..... | 31 |
| Figure 7 : Schéma du mécanisme de la gélification de pectines FM (Model de la boîte à œufs) (Thibault, 1980)..... | 36 |
| Figure 8: Mode d'action des pectines sur le métabolisme glucidique (Frénat et Vierling, 2001)..... | 40 |
| Figure 9 Schéma classique de fabrication de la confiture (Gret, 1984)..... | 45 |
| Figure 10 : Mode de fonctionnement d'un réfractomètre..... | 47 |
| Figure11 : Les différentes zones de pH..... | 49 |
| Figure 12 : Fiche synthétique du procédé de fabrication de la confiture d'agrume... | 60 |
| Figure 13: pectine d'agrume..... | 65 |
| Figure (14) : Diagramme de l'essai de fabrication d'une confiture d'agrume (Unité Sicam)..... | 95 |
| Figure15: Variation de degré brix dans les 4 essais de confiture..... | 103 |
| Figure 16: Variation de pH dans les 4 essais de confiture..... | 104 |
| Figure 17: Variation de l'humidité dans les 4 essais de confiture..... | 105 |

| | |
|---|-----|
| Figure 18: Variation de l'acidité dans les 4 essais de confiture..... | 106 |
| Figure 19: Variation de Variation de sure réducteur dans les 4 essais de confiture | 107 |
| Figure 20: Variation de sure totaux dans les 4 essais de confiture..... | 107 |
| Figure 21: profil organoleptique d'un 4 essai de confiture de lait enrichie en pectine d'agrumes..... | 111 |

Annexe :

Figure(22): Recherche et dénombrement des Streptocoques fécaux

Figure(23): Préparation des dilutions décimales

Figure(24): Recherche et dénombrement des germes aérobies mésophile totaux

Figure 25: Recherche et dénombrement des coliformes totaux et fécaux

Figure 26 : Recherche et dénombrement de *Staphylococcus aureus*

Figure 27 : Recherche et dénombrement des levures et moisissures

Figure 28: Recherche et dénombrement de *Clostridium* sulfito-réducteur

Figure 29: recherche et dénombrement des Salmonelles

Figure 30 : Balance à précision

Figure 31 : Plaque chauffante

Figure 32 : réfractomètre

Liste des abréviations

Abs : absence.

ACTA : Association de Coordination Technique et Agricole

AFNOR : Organisation française de normalisation.

AMM : autorisation de mise sur le marché.

ANATRAF : Association Nationale des Ateliers de Transformation de Fruits

ANOVA : Analyse de Variance

AOAC: Association of Official Analytical Chemist

Aw : Activité de l'eau

BCPL : Bouillon Cholate Lactosé au Pourpre de Bromocrésol.

°C : Degré Celsius.

CEE : communauté économique européenne

Cl⁻ : Chlorures.

Cl₂ : Chlore libre.

COCOMS : Collective Commerciale du Sud

comm. Pers : communication personnelle

CIRAD : Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le développement.

D° : Degré Dornic.

D/C : Double Concentration.

DCLA : Désoxy Cholate Lactosé Agar.

DE : degré d'estérification.

DJA : Dose Journalière Admissible.

DLC : Date Limite de Consommation.

DLU : Dose limite d'utilisation

DM : degré de méthylation.

DO : Densité Optique.

EDTA: acide ethylene diamine tetra-acetique.

E.coli : Escherichia coli.

ESD : Extrait Sec Dégraissé.

EST : Extrait Sec Total.

F°: Degré française.

FAO: Food and Agriculture Organization.

FDA: la Food and Drug Administration.

FM : faiblement méthylé.

FTIR : infrarouge à transformée de fourier.

g : gramme.

g/l : gramme par litre.

GRET : Groupe de Recherche et d'échanges technologiques.

H : Heur.

HACCP: Hasard analyses critical control point.

HM : high methoxyl (hautement méthylé).

IAA : Industrie Agro-Alimentaire

INRA : Institut national des recherches agronomiques.

IR: infra rouge.

ISO: Organisation international de normalisation.

J : Jour.

Kg : Kilogramme.

L : Litre.

LW: low methoxyl

MG: Matière Grasse.

MGLA: Matière Grasse Laitière Anhydre.

Min : Minute.

MS: matière sèche.

NPP : Nombre le plus Probable.

nm : nanomètre.

OMS : Organisation Mondiale de la Santé.

O.N.S : Office National des Statistiques (Algérie).

Pa : Pascal.

PCA : Plat Count Agar.

pH : potentiel d'hydrogène.

ppm : Partie Par million.

Ps : Pouvoir sucrant.

η_{re} : viscosité réduit.

η_{re} : viscosité intrinsèque.

S : seconde.

S/C : Simple Concentration.

T : Tour.

TSE : Tryptone Sel Eau.

UFC : Unité Format Colonies.

μm : micromètre.

USDA : Université Saad Dahleb Blida.

UE : Unité européenne

UV : Ultra Violet.

% : pourcentage

Introduction

Beaucoup plus loin dans l'histoire, les confitures étaient aux fastueux banquets d'Athènes et aux festins de Rome. La confiture est devenue industrielle à la fin du 19^{ème} siècle à l'issue d'une très longue période de fabrication en grande quantité de confiture ménagère, dès lors le sucre est accessible à tous (Roux, 1994).

Généralement par confiture on entend, des fruits cuits dans du sirop de sucre ou du sucre (siarc, 1990), Les confitures jouent un rôle significatif dans l'alimentation des adultes et des enfants notamment dans le premier repas du jour, le petit déjeuner.

Le lait est à la base de l'alimentation humaine, il constitue un aliment complet qui couvre une grande partie des besoins alimentaires de l'individu au stade jeune et adulte en assurant la croissance de l'enfant et l'entretien de la personne âgée.

Le lait occupe une place stratégique dans l'alimentation quotidienne de l'homme, de par sa composition équilibrée en nutriments de base (protéines, glucides et lipides) et sa richesse en vitamines et minéraux, notamment en calcium alimentaire.

Le lait qui provient de la vache détient la première classe dans la production, ainsi il peut être consommé cru ou soumis à un traitement thermique (pasteurisation, séchage) qui vise soit à réduire sa charge microbienne et prolonger ainsi sa date limite de consommation(DLC), ou bien mélangé à d'autre produit (chocolat, pectine).

La pectine est utilisée dans de nombreuses préparations alimentaires en tant qu'agent gélifiant dans les confitures et les gelées, comme épaississant et émulsifiant dans les produits lactés. La pectine est aussi utilisée en pharmacie et dans les produits cosmétiques pour ses capacités gélifiantes (Pagan et *al.*, 2001).

L'utilisation de la pectine dans le secteur agroalimentaire présente selon Trilly et Bourgeois(1999) un double intérêt Technologique ou elle est utilisée pour l'obtention de textures souhaitées dans les produits alimentaires (qualité du produit) et un rôle thérapeutique vis-à-vis de certains cas de pathologie d'où son incorporation dans la formulation d'aliments.

Le but de notre travail est de formuler une confiture à base de lait de vache enrichie en pectine d'agrumes au sein de l'unité « sicam » et de contrôler les paramètres physico-chimique et microbiologiques des matières premières et du produit fini (confiture).

Evaluer l'intérêt de pectine dans l'industrie agroalimentaire (confiture, gelés...) et étudier l'influence de la pectine industrielle sur la qualité du produit fini.

I. Le lait

I.1.Définition

Le lait est le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Il doit être recueilli proprement et ne pas contenir de colostrum (**Larpen, 1997**).

Le lait est un liquide sécrété par les glandes mammaires des femelles après la naissance du jeune mammifère (**Pougheon, 2001**). Il correspond à une alimentation parfaitement adaptée aux besoins du nouveau-né (**Cayot et Lorient, 1998**). C'est un fluide aqueux opaque, blanc, légèrement bleuté, d'une saveur douceâtre et d'un pH (6,6 à 6,8) légèrement acide, proche de la neutralité (**Pougheon, 2001 ; Aboutayeb, 2009**).

Le codex alimentaire (Codex STAN 206-1999) le définit comme étant : « la sécrétion mammaire normale d'animaux de traite obtenue à partir d'une ou plusieurs traite sans rien y ajouter ou en soustraite, destinée à la consommation comme le lait liquide ou un traitement ultérieur » (**Aboutayeb, 2009 ; Hanzen, 1999**).

I.2.Propriétés physico-chimiques du lait

Le lait est un fluide aqueux, opaque, blanc, plus ou moins jaunâtre selon la teneur de la matière grasse en Bêta-carotène, d'une saveur douceâtre d'un pH (6,6 à 6,8), légèrement acide proche de la neutralité (**Pougheon et Goursaud, 2001**).

Ainsi le lait dans son état normal conserve ces propriétés physico-chimiques qui sont mentionnés dans le tableau N°1 :

Tableau N°1 : Les principaux caractères physico-chimiques du lait de vache.

| Constante | Moyennes | Valeurs extrêmes |
|---------------------------------------|-----------------|--------------------------|
| Energie (Kcal/litre) (MJ/litre) | 701 2930 | 587 à 876 2454 à 3662 |
| Densité du lait entier à 20°C | 1,031 | 1,033 |
| Densité du lait écrémé | - | 1,033 |
| Densité de la matière grasse | - | 0,94 à 0,96 |
| pH à 20°C | 6,6 | 6,6 à 6,8 |
| Acidité titrable (°D) | 16 | 15-17 |
| Point de congélation (°C) | - | 0,520 à 0,550 |
| Viscosité du lait entier à 20°C | 2,2 | - |
| Viscosité du lait entier à 25°C | 1,8 | 1,6 à 2,1 |
| Viscosité du lait entier à 20°C | 1,9 | - |
| Point d'ébullition (°C) | - | 100,17 à 100,15 |

°D : Degrés Dornic °C : Degrés Celsius

(Anonyme 1,1995)

Les propriétés physico- chimiques utilisés dans l'industrie laitière selon **Amiot et al(2002)** sont :

I.2.1.Masse volumique et densité

La masse volumique est exprimée en g/ml ou en kg/l. La densité du lait à 15C° varie de 1,028 à 1,035 pour une moyenne de 1,032.

Plus un lait ou un produit laitier contient un pourcentage élevé de matière grasse, plus la densité sera basse et plus la teneur en solide non gras est élevé(ESD), plus la densité du produit laitier sera élevée, On peut donc affirmer qu'un écrémage du lait augmentera sa densité et qu'un mouillage ou une addition d'eau la diminuera (**Amiot et al., 2002**).

I.2.2. Point de congélation

Le point de congélation du lait est légèrement inférieur à celui de l'eau puisque la présence de solides solubilisés abaisse le point de congélation. Il peut varier de $0,530^{\circ}\text{C}$ à $-0,575^{\circ}\text{C}$ avec une moyenne à $-0,55^{\circ}\text{C}$.

Un point de congélation supérieur à $-0,530^{\circ}\text{C}$ permet de soupçonner une addition d'eau au lait. On vérifie le point de congélation du lait à l'aide d'un cryoscope (**Amiot et al, 2002**).

I.2.3. Point d'ébullition

Comme pour le point de congélation, le point d'ébullition subit l'influence de la présence des solides solubilisés. Il est légèrement supérieur au point d'ébullition de l'eau, soit $100,5^{\circ}\text{C}$. Cette propriété physique diminue avec la pression (**Amiot et al, 2002**).

I.2.4. L'acidité du lait

Dès sa sortie du pis de la vache, le lait démontre une certaine acidité appelée « acidité apparente » ou « acidité naturelle » du lait. Elle varie entre 0,13 et 0,17% d'équivalent d'acide lactique. A la sortie du pis de la vache, le lait frais ne contient qu'environ 0,002% d'acidité lactique $\text{CH}_3\text{-CHOH-COH}$. Cette nouvelle acidité se nomme « acidité développée ».

Acidité titrable :

$$\text{Acidité titrable} = \text{Acidité naturelle} + \text{Acidité développée}$$

- ❖ L'acidité titrable s'exprime soit en pourcentage(%) d'équivalent d'acide lactique, soit en degrés Dornic (D°).
- ❖ A la réception du lait on mesure l'acidité titrable pour vérifier la qualité du lait.
- ❖ Pour s'assurer de la qualité de lait et pour valider les résultats du titrage, on recommande de mesurer le pH de l'échantillon, et le pH d'un lait frais se situe entre (6,6 et 6,8) (**Amiot et al, 2002**).

I.2.5. Le pH

Le pH représente l'acidité du lait à un moment donné. Le pH d'un lait normal varie entre 6,6 et 6,8 ; considère comme anormal les valeurs de pH inférieur à 6,5 et supérieur à 6,9 ; le lait de la fin de la phase de lactation et celui d'une vache malade ont généralement un pH plus élevé (**Vignola, 2002**). Le pH varie avec la richesse du lait en phosphates, citrates et caséines (**Mathieu, 1998**).

I.2.6.Densité

Elle est définie en tant que le rapport entre la masse volumique du lait et l'eau à 20°C, la densité du lait se situe généralement entre 1,08 et 1,032 : elle augmente sensiblement après écrémage du lait (**Vierling, 2003 ; Mathieu, 1998**).

I.3.Composition biochimique du lait

Le lait est un édifice physico-chimique extrêmement riche qui contient des trésors de richesse nutritionnelle articulés autour de quatre nutriments principaux, qui sont : les protéines, les glucides, les lipides et les sels minéraux ; ainsi que d'autres éléments qui sont : les vitamines (hydrosolubles-liposolubles) et les enzymes (**Luquet, 1990**).

Tableau N° 2 : Compositions d'un litre du lait de vache

| Compositions | Composition (g/l) | Etat physique des composants |
|--|--------------------------|--|
| Eau | 905 | Eau libre (solvant) +eau liée (3,7%) |
| Glucide : Lactose | 49 | solution |
| Lipide : | 35 | Emulsion des globules gras (3 à 5 Microns) |
| -Matière grasse | 34 | |
| -Lécithine (phospholipides) | 0,5 | |
| -Partie insaponifiables (stérois, carotène, tocophérols) | 0,5 | |
| Protéines : | 34 | Suspension micellaire |
| -Caséines | 27 | Phosphocaseinate de calcium |
| -Protéines solubles (globuline, Albumines) | 5,5 | Solution (colloïdale) |
| -Substance azoté non protéique | 1,5 | Solution (varie) |
| Sels : | 9 | Solution ou état colloïdale |
| -D'acide citrique | 2 | |
| -D'acide phosphorique(P ₂ O ₃) | 2,6 | |
| -D'acide chlorhydrique (Na Cl) | 1,7 | |
| -Constituant divers (vitamines, enzymes gaz dissous). | Trace | |
| -Extrait sec total | 127 | |
| -Extrait sec non gras | 92 | |

(Alias et Linden, 1977)

I.3.1. L'eau

L'eau est le constituant le plus important du lait en proportion d'un dipôle et de doublet d'électrons libre lui confère un caractère polaire. Ce caractère polaire est ce qui lui permet de former une solution vraie avec les substances polaires telles glucides, les minéraux et une solution colloïdale avec les protéines hydrophiles du sérum (**Vignola, 2002**).

I.3.2. Les glucides

Ils forment avec les protéines, les lipides et les acides nucléiques l'un des principaux groupes de substances des être vivants (**Mathieu, 1998**).

Le lait contient deux types de glucides (Pougheon, 2001) :

- Les glucides libres et dialysables (oligoholosides).
- Les glucides combinés en glycoprotéines et non dialysables.

On distingue selon un classement basé sur leur polarité électrique :

- Les glucides neutres : Lactose, glucose, galactose.
- Les glucides azotés : Glucosamines N-acetylè et galactosamine N-acetylé.
- Les glucides acides toujours liés aux glucides neutres ou azotés (acide sialique) (**Debry, 2001 ; Pougheon, 2001**).

Presque tout les glucides du lait de vache sont constitués par le lactose : B-D-galactopyranosyl (1-4) D-glycopyranoside α ou β (**Alais et al, 2003**).

I.3.3. La matière grasse

La matière grasse est présente dans le lait sous forme de globule gras de diamètre de 0,1 à 10 μm (Mahaut et al, 2005), elle se compose principalement de triglycérides et de phospholipides et d'une fraction insaponifiable constituée en grande partie de cholestérol et de β carotène (**Vignola, 2002**) ; elle est solide à température ambiante (c'est une graisse), elle est presque entièrement libre et se trouve en fine dispersion dans les globules gras.

- Les lipides polaires sont surtout des phospholipides, ils ne forment que 1% du total ; ils sont principalement sous forme liée dans la membrane globulaire.
- Les lipides insaponifiables, insolubles dans l'eau, mais de nature très différente, constituent les restes, ils rassemblent principalement les carotènes et les stérols, qui comprennent les vitamines A et D (**Alais et al, 2003**).

I.3.4. Les protéines

Les protéines sont des éléments essentiels au bon fonctionnement des cellules vivantes et elles constituent une part importante du lait et des produits laitiers (**Vignola, 2002**). Le lait contient deux sortes de protéines :

- Les caséines, qui coagulent lorsqu'on lui ajoute un acide ou la présure.
- Les protéines, qui dans ces conditions restent en solution dans l'eau du caillé et du sérum ou « petit lait » qui s'en échappe, sont qualifiées de soluble ou de sériques (**Mathieu, 1998**).

Le lait de vache contient en moyenne 35 g/l de matières azotées total dont 98% sont constituées par des protéines. Le reste sont des substances azotées non protéiques (urée, acide aminés libres...) (**Linden et Lorient, 1994**).

La composition moyenne de lait de vache est représentée dans le tableau N° 3.

Tableau N° 3 : Composition moyenne et distribution des protéines du lait de vache

| Protéines | Teneur (g/l) |
|---|--------------|
| Protides totaux ou matières azotées totales | 34 |
| protéines | 32 |
| Protéines non solubles ou caséines entières | 26 |
| Caséine α | 12 |
| Caséines β | 9 |
| Caséines k | 3,5 |
| Caséines y | 15 |
| Protéines solubles | 6 |
| α -Lactoglobuline | 2,7 |
| β -Lactalbumine | 15 |
| Sérum-albumine | 0,3 |
| Globulines immunes | 0,7 |
| Protéines peptones | 0,8 |
| Substances azotées non protéiques | 2 |

(Anonyme 4, 1995)

I.3.5. Les minéraux

Le lait contient un certain nombre de minéraux, leur concentration totale est inférieur à 1% ; les sels les plus importants sont les sels du calcium, sodium, potassium et magnésium (**Alais et Linden, 1997 ; Vignola, 2002**).

Le lait apporte de nombreux minéraux, les plus importants sont (**Mahaut et al, 2000**) :

- ❖ Le calcium : 1,2 g/l
- ❖ Le phosphore : 0,9 g/l
- ❖ Le potassium : 1,5 g/l
- ❖ Le magnésium : 130 g/l
- ❖ Le chlore : 1,2 g/l

Les éléments minéraux du lait sont répartis selon : **Gerard, 2000** en :

- ❖ Macroéléments : Ca, P, Mg, K, Na, et Cl leur répartition est différente entre phase colloïdes et phase soluble du lait.
- ❖ oligoéléments : Les plus importants (zinc, fer, fluor, iode...).

I.3.6. Les vitamines

Ce sont plutôt complexes mais de taille beaucoup plus faible que les protéines, de structures très variées ayant un rapport étroit avec les enzymes car elles jouent un rôle de coenzyme associée à une apoenzyme protéique (**Debry, 2001 ; Pougheon, 2001**).

On classe les vitamines en deux grandes catégories :

- Les vitamines hydrosolubles (vitamines du groupe B et vitamine C) de la phase aqueuse du lait ;
- Les vitamines liposolubles (vitamines A, D, E et K) associées à la matière grasse, certaines au centre du globule gras et d'autres à sa périphérie (**Debry, 2001**).

Le tableau N°3 donne les différentes teneurs en vitamines que l'on trouve dans le lait.

Tableau N°4 : Composition vitaminique moyenne du lait cru.

| Vitamines | Teneur en µg/l |
|---------------------|----------------|
| B1, thiamine | 388 |
| B2, riboflavine | 914 |
| B6, pyridoxine | 554 |
| B12, cobalamine | 4 |
| PP, niacine | 1300 |
| Acide folique | 60 |
| Acide pantothénique | 3251 |
| Biotine | 47 |
| C | 30000 |
| A, rétinol | 3 |
| Carotènes | 310 |
| D | 0,4 |
| E, tocophérols | 400 |
| K | 3 |

(Jensen, 1995).

I.3.7. Les enzymes

Ce sont des substances organiques de nature protidique, produite par des cellules ou des organismes vivants, agissant comme catalyseurs dans les réactions biochimiques. (**Blanc, 1982 ; Gerard, 2000**).

Une grande partie se retrouve dans les membranes des globules gras mais le lait contient de nombreuses cellules (leucocytes, bactéries) qui élaborent des enzymes. La distinction entre éléments natifs et éléments extérieurs n'est donc pas facile (**Debry, 2001 ; Mathieu, 1998**).

Les principaux enzymes du lait sont les hydrolases, les déshydrogénases (ou oxydase) et les oxygénases ; les deux principaux facteurs qui influent sur l'activité enzymatique sont le pH et la température (**Vignola, 2002**).

Les enzymes selon **Gerard, 2000** sont :

- Oxydoréductase.
- Lipases.
- Protéases.
- Les phosphatases.
- Amylases.
- Lysozymes.
- Autres enzymes : transférase et lyases.

I.4. La flore microbienne du lait

Le lait est un liquide particulièrement favorable au développement des microorganismes, on distingue :

I.4.1. Flore indigène (originelle) :

Se définit comme l'ensemble des micro-organismes retrouvés à la sortie du pis (**Vignola et Carole, 2002**).

Il s'agit essentiellement de germes saprophyte de pis et des canaux galactophores : microcoques, streptocoques lactiques et lactobacilles (**Bourgeois et al, 1996**). La flore indigène est représentée dans le tableau N°4.

Tableau N°5 : Flore indigène du lait cru

| Microorganismes | Pourcentage(%) |
|------------------------------|----------------|
| Microcoque sp | 30-90 |
| Lactobacillus | 10-30 |
| Streptococcus ou lactococcus | < 10 |
| Gram ⁻ | < 10 |

(Anonyme 5, 2007)

I.4.2. Flore contaminante :

C'est l'ensemble de microorganismes ajoutés au lait de la récolte jusqu'à la consommation (**Vignola et Carole, 2002**). Cette flore est composé de :

- ❖ Flore d'altération : Selon **Vignola et Carole, 2002**, elle provoque des défauts sensorielles et elle réduit la durée de conservation, certains peuvent être pathogènes. Les principaux sont : *Pseudomonas sp*, *Proteus sp*, *Bacillus sp* ; et les coliformes principalement le genre *Escherichia* et certains levures et moisissures.
- ❖ Flore pathogène : Selon **Bourgeois et al, 1996**, cette flore est dangereuse sur le point de vue sanitaire.

Les principaux sont : *Salmonella sp*, *Staphylococcus aureus*, *Clostridium botulinum*, *Clostridium perfringens*, *Listeria monocytogènes*, *Escherichia coli* et certains levures et moisissures (**Carole et al, 2002**).

I.5. Action de la microflore du lait

I.5.1.Aspect sanitaire :

Des germes pathogènes peuvent être présents : dans le lait .Toute fois, la plupart des maladies graves (tuberculose, maladies virales, listériose) ne sont transmises qu'exceptionnellement par le lait. Des fièvres typhoïdes ou paratyphoïdes peuvent être causées par les salmonelles. Des toxi-infections alimentaires sont générées par les Staphylocoques (**Bourgeois et al, 1998**).

I.5.2.Aspect qualificatif

Il s'agit des microorganismes entraînant par leur action des modifications de texture et de goût. Selon **Bourgeois et al, 1998** ; les plus importants sont :

- ❖ Acidification avec coagulation : L'acidification est due à la fermentation du lactose par les microorganismes ce qui entraîne la coagulation de la caséine. Les germes incriminés sont variables en fonction du type de contamination du lait et de la température de stockage.
- ❖ Protéolyse : Elle est favorisée par un long stockage à bases de température. Les germes incriminés sont les micrococcus, Aeromonas et Pseudomonas.
- ❖ Autres dégradations : Les Pseudomonas et les sporulés dénaturer la matière grasse du lait par oxydation des acides gras insaturés et par hydrolyse. D'autres germes peuvent provoquer une alcalinisation importante avec formation d'urée, d'ammoniac et de carbonate.

I.6.Valeur nutritionnelle du lait

Le lait est la production la plus proche du concept « l'aliment complet » : Il renferme la quasi-totalité des nutriments (tableau 6).

Tableau N°6 : Les besoins alimentaires de l'homme et leur couverture par le lait

| | Enfant | | Adulte | |
|-------------------------|------------------------|---------------------------------|--------------------------|----------------------------------|
| | Besoin de l'enfant (x) | Apport d'un litre de lait% (xx) | Besoin de l'adulte (xxx) | Apport d'un litre de lait % (xx) |
| Energie | 1500 Cal | 40 | 2800 Cal | 22 |
| Protéines | 50 g | 70 | 70 g | 45 |
| Calcium | 0,8 g | Plus de 100 | 0,8 g | Plus de 100 |
| Phosphore | 0,8 g | Plus de 100 | 1 g | 100 |
| Fer | 10 mg | 10 | 15 mg | 6 |
| Vitamine A | 5000 µl | 40 | 5000 µl | 40 |
| Vitamine D | 450 µl | 5 | - | - |
| Vitamine B ₁ | 0,7 mg | 5 | 1,5 mg | 30 |
| Vitamine B ₂ | 1,3 mg | Plus de 100 | 2,5 mg | 60 |
| Vitamine PP | 9 mg | 12 | 15 mg | 8 |
| Vitamine C | 50 mg | 40 | 75 mg | 25 |

(Alais, 1984)

(x) : Besoin de l'enfant de cinq ans en bonne santé.

(xx) : Lait d'été de bonne qualité.

(xxx) : Besoin de l'adulte en bonne santé effectuant un travail modéré.

La richesse du lait en acides gras à chaîne courte rend la matière grasse du lait une des matières les plus digestibles. Les acides gras à chaînes longues polyinsaturées comme l'acide linoléique et linoléique, bien qu'en faible concentration dans le gras laitier, sont néanmoins reconnus essentiels pour l'organisme.

Ces acides gras semblent être rapidement incorporés dans les cellules nerveuses du cerveau encore en formation et peuvent s'y maintenir pendant longtemps. Ils servent également à produire l'acide arachidonique qui agit comme intermédiaire dans la synthèse de molécules vitales (Leseur, 2007). Certains acides gras saturés comme l'acide butyrique ainsi que les sphingolipides, ont des propriétés protectrices contre le cancer colo-rectal (Anonyme 1,1995).

Les protéines du lait sont des constituants importants dans l'apport alimentaire des populations humaines. La haute qualité nutritionnelle des protéines du lait repose sur leur forte digestibilité et une composition particulièrement bien équilibrée en acides aminés indispensables. Il s'agit de l'histidine, de la lysine, de l'isoleucine, de la valine, des acides aminés soufrés (méthionine, cystéine) ; des acides aminés aromatiques et de la thréonine.

I.7. Qualité et hygiène

Le lait est aliment très nutritifs mais il est également un excellent terrain pour la reproduction bactérienne. Le lait cru peut transmettre des zoonoses et les procédures de manipulation du lait doivent réduire au minimum ce type de risque. Les programmes d'assurances de la qualité doivent aborder les questions de qualité et des risques que représentent les pathogènes et les résidus de médicaments vétérinaires.

La recherche de la qualité et de l'hygiène au sens large est actuellement une préoccupation fondamentale pour l'industrie agro-alimentaire (**Bourgeois et al, 1998**).

I.7.1. Notion de la qualité

On peut définir la qualité d'une manière générale par l'aptitude du produit à satisfaire des besoins donnés. En l'occurrence pour le lait, ce serait l'aptitude à être conditionné en lait de consommation ou transformé en divers produits (fromage, dessert lactés...) sans difficulté technologique, afin de concourir à la couverture de besoins nutritionnels des consommateurs en toute sécurité, c'est-à-dire sans véhiculer des germes ou substance susceptibles d'entraîner des troubles quelque soit la gravité. La producteur doit livrer un lait apte à toute transformation (**Perreau et Cauty, 2003 ; Wolter, 1997**).

I.7.1. 1.Appréciation de la qualité du lait

Il y a trois composantes de la qualité, selon **Perreau et Cauty, 2003**

- **La qualité technologique** : dépendant de :
 - la composition chimique.
 - la qualité bactériologique qui repose sur le développement de la flore aérobie mésophile (Tableau N°7).
 - l'aptitude de la transformation.

Tableau N°7: Paramètres microbiologiques du lait

| Germes | Normes |
|------------------------------------|-----------------|
| • Germes aérobies 30°C | 10 ⁵ |
| • Coliformes fécaux | 10 ³ |
| • Streptocoques fécaux | Abs/0,1 ml |
| • Staphylococcus aureus | Abs |
| • Germes sulfito-réducteurs à 46°C | 50 |

(**Jora, 1998**).

Les laits sont classés en fonction des germes totaux en trois catégories :

- ❖ Qualité satisfaisante : moins de 100 000 germes totaux/ml.
 - ❖ Qualité acceptable : soit 100 000 à 500 000 germes totaux/ml.
 - ❖ Qualité non satisfaisante ou médiocre : plus de 500 000 à 200 000 germes totaux/ml (**Jora, 1998**).
- **La qualité sanitaire** : c'est-à-dire du lait provenant de vache saine non porteuse de germes responsables de maladies transmissibles à l'homme, et ne présentant aucune trace d'antibiotiques, ou de pesticides.
- **La qualité gustative** : bonne saveur, absence de goût désagréable, pas de rancissement.

I.7.2. Notion de l'hygiène

L'hygiène est nécessaire dans l'industrie alimentaire, elle permet d'obtenir des aliments sains (point de vue sanitaire) et valable de point de vue alimentaire (nutritionnel) et commercial (présentation, caractéristiques ou organoleptiques, conservation accrue). Elle augmente la durée de stockage ; elle participe à la genèse de la qualité et assure la confiance du consommateur dans la marque.

L'hygiène doit être obtenue à deux niveaux :

I.7.2. 1. Au niveau de l'aliment

En occurrence le lait doit être sain, il ne doit pas se contaminer pendant la transformation industrielle où il faut éviter les conditions favorables au développement des germes pathogènes ou non.

I.7.2. 2. Au niveau de l'environnement

Il doit présenter une bonne qualité microbiologique dans l'usine et doit être sauvegardé à l'extérieur (pas de rejet d'eau ou d'air pollué) (**Bourgeois et al, 1998**).

I.7.3. Les moyens d'hygiène

Les équipements des locaux, tous les ustensiles, installation, équipements et autres objets ou surfaces avec les quels les denrées alimentaires entrent en contact doivent être en bon état d'entretien et doivent être construits, réalisés et entretenus de manière à ne pas constituer une source quelconque de contamination ou d'altération alimentaire (**Jora, 1998**).

Les employés doivent avoir une bonne utilisation des « outils » permettant la maîtrise de la qualité : bonne pratiques de fabrication, bonne pratiques d'hygiène, lutte contre les contaminations, etc... (**Bourgeois et al, 1998**). Cette lutte doit se faire à différents niveaux :

❖ **Bâtiments** : Le bâtiment d'élevage et ses équipements peuvent être une source d'infection pour les animaux, pour cela les règles d'hygiène sont nécessaires afin de limiter toute possibilité de contamination (**Fostier et al, 1985**).

❖ **Locaux** : C'est une opération qui vise à réduire les risques de pathologie infectieuse par les procédés suivants :

-La désinfection : c'est la destruction des microbes pathogènes ou susceptibles de le devenir

-La désinsectisation : c'est l'application d'insecticide sur les bâtiments d'élevage.

-La dératisation : elle consiste à placer des appâts empoisonnés dans les endroits stratégiques. Ne pas oublier de renouveler ces appâts (tous les trois mois) (**Fostiers et al, 1985**).

❖ **Conception de l'usine** : A ménagement de locaux incluent éventuellement des salles « microbiologiquement maîtrisées » isolement des zones « matières premières » « produits finis » et « déchets » et choix du matériel (facilement stérilisant) etc.... (**Bourgeois et al, 1998**).

❖ **Personnel** : Le personnel doit être compétant, informé et doit respecter les consignes d'hygiène : port de vêtement de protection, gants, masque, bottes, nettoyage des mains etc. (**Bourgeois et al, 1998**).

❖ **Fonctionnement** : Le nettoyage soigné des locaux et de matériel, technique de fabrication bien au point, contrôle des surfaces, contrôle de l'hygiène, des manipulations (propreté, perte de mauvaises habitudes, conscience professionnelle), contrôle de l'humidité et de la température etc.... (**Bourgeois et al, 1998**).

❖ **Transport** : Les réceptacles de nourritures, les containers, les citernes autres dispositifs similaires servant au transport des denrées alimentaires doivent être en bon état d'entretien de manière à protéger les denrées alimentaires contre toute contamination ou altération. Les surfaces en contact avec les aliments ne peuvent pas constituer une source quelconque de contamination ou d'altération de ceux-ci (**Bourgeois et al, 1998**).

Notion générales

Les pectines sont une classe complexe de phytopolysaccharides qui entrent dans la composition des parois cellulaires végétales. Ces molécules sont très utilisées par les industries agro-alimentaires et on estime à environ 5 grammes, la quantité de pectines consommées chaque jour dans un régime alimentaire occidental moyen (Pilnik, 1990).

La consommation annuelle mondiale de pectines est estimée à 45 millions de kg avec un marché situé aux environs de 400 millions d'euros (Savary *et al.*, 2003). Les pectines sont considérées comme des additifs alimentaires et, à ce titre, sont enregistrées sous le n° E440. Bien plus que de simples additifs alimentaires, les propriétés biologiques des pectines tant dans le domaine thérapeutique en santé humaine que dans celui de l'organisation et de l'évolution des structures pariétales en physiologie végétale, font d'elles une classe de molécules remarquables. La relation étroite entre leur structure et leur fonction a motivé de nombreuses études et explique le nombre considérable de références bibliographiques à leur sujet - à titre indicatif, une recherche utilisant le mot clé pectine produit près de 30 000 références sur Scifinder.

Le terme pectine demeure néanmoins ambiguë en ce sens qu'il décrit plusieurs catégories de molécules distinctes. En fait, « pectine » désigne une famille d'oligo- et polysaccharides qui présentent des caractéristiques communes mais qui, si l'on s'en réfère à leur structure fine, pourront être très différentes (**Ridley *et al.*, 2001**).

Néanmoins, toutes les pectines présentent la caractéristique d'être riches en acide galacturonique - considéré comme *monosaccharide marqueur* - ce qui est aujourd'hui un critère de classification puisque la FAO et l'UE stipule que « tout composé revendiqué comme pectique doit contenir au minimum 65% de ce dernier ».

Il convient donc dans un premier temps de dresser le bilan des données actuellement disponibles dans la littérature sur les pectines en considérant plusieurs aspects complémentaires : leur localisation, les méthodologies permettant leur extraction et leur caractérisation chimique, leur structure fine, leur organisation tridimensionnelle et enfin leur valorisation dans le domaine thérapeutique et cosmétique.

II. Les substances pectiques

II.1. Généralités

Les substances pectiques sont des macromolécules de nature glucidique d'origine végétale, composées essentiellement d'acide galacturonique (**Thibault, 1980**).

Ces substances ainsi que leur propriétés stabilisantes, gélifiantes et épaississantes sont connues depuis longtemps, d'après **Braconnot, 1825** à donné le

non de pectine (du grec *Pecktos*=gelée) à des substances qu'il avait extraites des fruits qui gélifiaient en milieu acide et sucré (**Thibault et Petit, 1979**).

La teneur en pectine d'un tissu végétal varie selon l'origine botanique et anatomique de ce végétal ; à titre d'exemple, la teneur en pectine des marcs de pomme est de 15 à 20%, et celle de l'albédo des agrumes est de 30 à 35% constituant les sources industrielles les plus riches en pectines utilisées comme additifs dans le secteur agro-alimentaire (**Lorient et al ; 1988**).

II.2.Définition

Les pectines (du grec ancien *pêktós*, « épaissi, caillé »), ou plus largement les substances pectiques sont des polysides, rattachées aux glucides. Ce sont des substances exclusivement d'origine végétale. La pectine est présente en grande quantité dans les pépins et les zestes de groseilles, pommes, coings et agrumes.

Les pectines se sont des substances dérivées de glucides complexes, analogue à l'amidon, produites par de nombreux végétaux. Les pectines sont des substances amorphes blanches qui forment dans l'eau une solution visqueuse. Mélangées à du sucre et à des acides dans des proportions adéquates, elles forment une substance gélatineuse qui constitue l'agent épaississant des gelées de fruits et des confitures. La pectine du commerce, extraite de la pomme ou du citron, est employée pour confectionner des gelées et des confitures à partir de fruits naturellement pauvres en pectine. (**Anonyme, 2009**).

Les pectines sont des hétéropolysides (sucres) à teneur élevée en acide galacturonique dont la fonction acide $-COOH$ peut être transformée par de l'alcool méthylique (CH_3OH) en fonction ester $-COOCH_3$. Ce sont des molécules polymères à longues chaînes pouvant renfermer jusqu'à plusieurs centaines de monomères (l'acide galacturonique). Tous les 80 à 100 monomères, la partie « lisse » (en jaune) de la chaîne galacturonique est interrompue par des zones « hérissées » contenant des sucres neutres comme l'arabinose (en bleu), le rhamnose (en blanc) ou le galactose (en vert), dont l'organisation peut être complexe.

Les pectines appartiennent à un des trois groupes définis par leur degré d'estérification (ou de méthylation), c'est-à-dire par leur proportion de fonctions $-COOCH_3$ par rapport à leurs fonctions $-COOH$: pectines hautement méthoxylées ou HM dont le degré de méthylation est supérieur à 50 %, pectines faiblement méthoxylées ou FM dont le degré de méthylation est compris entre 5 et 50 %, et les acides pectiques dont le degré de méthylation est inférieur à 5 %.

La prise en gelée, ou gélification, correspond à la formation d'un réseau tridimensionnel de chaînes de pectines avec piégeage des molécules d'eau. Pour cela, le polymère pectique est tout d'abord libéré par la chaleur de ses associations dans le fruit. Ces associations se font par liaison hydrogène avec d'autres chaînes de pectines ou avec des celluloses ou des protéines ayant perdu leurs liaisons d'association, les molécules sont plus mobiles, leurs mouvements augmentent sous l'effet de la température.

II.3. Les sources des substances pectiques

II.3.1. En général

La pectine est présente dans tous les fruits à différentes teneurs, ainsi que dans certaines racines (betteraves, carottes) ; dans les tubercules (pommes de terre) et dans les capitules de tournesol (Tableau n°8).

Tableau n°8 : Teneurs en substances pectiques de quelques végétaux et leurs tissus (Thibault, 1980).

| Origine | Teneur en pectine(en pourcentage de la matière sèche) |
|-----------------------|---|
| Fibre de coton | 0,7 |
| Pomme de terre | 2,5 |
| Tomate | 3 |
| Carotte | 10 |
| Raifort | 15 |
| Marc de betterave | 15-20 |
| Marc de pomme | 15-20 |
| Capitule de tournesol | 25 |
| Pulpe de citron | 25 |
| Ecorce de citron | 32 |
| Albédo des agrumes | 30-35 |

II.3.2. Les Agrumes en particuliers

II.3.2.1. Généralités

Le mot « agrume » est un non collectif, masculin qui désigne les fruits comestibles et par extension les arbres qui les portent, appartenant au genre *citrus*, il vient de l'italien « agrume » qui dérive lui-même du mot latin « acrumen » qui signifie « acide » (Clement, 1981).

Les agrumes sont des arbres fruitiers des régions chaudes (méditerranées et tropicales). Ils produisent des fruits à la peau épaisse (le zeste), gorgé d'huiles essentielles très parfumés. Scientifiquement classés parmi les baies divisées en sections à peau spongieuse ou lisse et à pulpe juteuse. Les feuilles, les fleurs et l'enveloppe des fruits regorgent d'essences volatiles et dégagent une senteur aromatique très prononcée. De nombreuses espèces portent des branches épineuses (Anonyme, 1).

II.3.2.2. Origine

Les agrumes sont originaires des pays Sud-est asiatiques, c'est avec le rayonnement des civilisations chinoises et hindoues que leur culture commença à se propager au cours du premier millénaire avant notre ère. Les cédratiers furent probablement les premiers agrumes cultivés en méditerranée à l'époque des Mèdes, au VII^e siècle avant notre ère. C'est à partir du bassin Méditerranée que les agrumes furent diffusés dans le monde (Loussert, 1989).

II.3.2.3. Les principaux agrumes

La famille des Rustacées à laquelle appartiennent les agrumes comprend entre autres les 3 genres suivants :

- Le genre *Ponciru*,
- Le genre *Fortunella*,
- Le genre *Citrus*.
-

Le genre *Citrus* constitue avec ses 145 espèces dénombrées le genre le plus important, c'est au sein de ce genre que se rencontrent les principales espèces cultivées qui sont : (**Loussert, 1989**).

- Les mandariniers : *Citrus reticulata*
- Les clémentiniers : *Citrus clementina*
- Les citronniers : *Citrus limon*
- Les pomelos : *Citrus paradisi*
- Les cédratiers : *Citrus medica*
- Les bigaradiers : *Citrus aurantium*
- Les orangers : *Citrus sinensi*

II.3.2.4. La production d'agrumes

Selon l'O.N.S (Anonyme, 1991), la production algérienne durant le plan quinquennal 1980-1984 mettait l'Algérie en 6^{ème} place mondiale derrière respectivement : l'Italie, l'Espagne, la Palestine, le Maroc et la Grèce. Mais cette production n'a cessé de régresser jusqu'à atteindre une production de 280.953 tonnes durant la campagne agricole 1989-1990 (Tableau n°)

Tableau n° 9: Evolution de la production d'agrumes en Algérie (Unité : Tonnes) (Anonyme, 1991).

| Année | Production |
|-------|------------|
| 1970 | 508.168 |
| 1972 | 533.076 |
| 1974 | 517.477 |
| 1976 | 520.863 |
| 1978 | 447.506 |
| 1980 | 421.685 |
| 19682 | 319.389 |
| 1984 | 285.406 |
| 1986 | 253.131 |
| 1988 | 311.814 |
| 1990 | 280.953 |

Toutefois malgré cette régression, l'Algérie reste un pays agrumicole ; ce qui lui confère une grande possibilité d'exploitation des résidus d'agrumes pour la production de pectine.

Dans ce sens, Berk(1969) affirme que sur une tonne de fruits traités il reste de 50 à 60 kg de déchets d'écorces.

II.4. Nomenclature et classification des substances pectiques

D'après le rapport du comité américain de nomenclature en 1944, approuvé par société chimique des États Unis et rapporté par Kertesz(1951), on distingue les définitions suivantes :

II.4.1. Matières pectiques

C'est un groupe de substances colloïdales dérivées des carbohydrates. Elles sont composées d'acides anhydrogalacturonique liés entre eux par des liaisons glycosidiques α (1 \rightarrow 4). Les groupements carboxyles des acides galacturoniques peuvent être partiellement estérifiés par du méthanol et partiellement ou complètement neutralisés par une ou plusieurs bases.

II.4.2. Protopectines

Ce sont des hauts polymères insolubles dans l'eau liés au tissu végétal par des valences principales ou secondaires, et probablement par simple insertion.

II.4.3. Pectines (acides pectiniques)

Ce sont des extraits (après hydrolyse de la protopectine) solubles dans l'eau et présentant une quantité non négligeable de groupe méthyle-esters.

II.4.4. Les acides pectiques

Le terme acide pectique indique un groupe d'acides galacturoniques exemptés de groupes méthoxyles et contenant essentiellement des groupes méthyl-esters libres. Ils sont insolubles dans l'eau, mais solubles dans une solution d'oxalate d'ammonium à 0,75 % (**Souty et al ; 1981**).

Selon Petit (1975), la définition qui fait l'unanimité des spécialistes de la communauté économique européenne (CEE) est la suivante :

« Les matières pectiques est l'ensemble des hydrates de carbone polymères extraits de matières végétales et composés essentiellement d'acides polygalacturoniques plus ou moins méthylés et neutralisés. Les cations neutralisants sont et /ou le calcium, et/ou le potassium, et/ou le sodium, et/ou l'ammonium ».

II.5. Composition chimique

Les pectines sont des polymères de polysaccharides acides. Les pectines sont composées d'une chaîne principale d'acide uronique lié en 1-4. Régulièrement entre ces monomères s'intercalent des molécules de rhamnoses par des liaisons 1-2 et 1-4. Ce type de liaison entre les molécules d'acide uronique et de rhamnose forme des coudes. La macromolécule de pectine ressemble à un zig-zag. Cet agencement

donne des propriétés particulières aux pectines. Pour compléter la composition chimique des pectines il faut préciser qu'il existe des ramifications au niveau des acides uroniques comme au niveau du rhamnose par des molécules (ex galactane, arabinane, etc.). Cette grande hétérogénéité fait que l'on doit plutôt parler des pectines que de la pectine. De plus cette diversité fait des pectines des molécules complexes.

II.6. Propriétés chimiques

Les molécules d'acide uroniques possèdent des fonctions carboxyles. Cette fonction confère aux pectines la capacité d'échanger des ions. Dans le cas des parois végétales, ces ions sont surtout le calcium provenant de la circulation apoplasmique. Ces ions bivalents ont la capacité de former des ponts calciques entre deux groupements carboxyles de deux molécules de pectine différentes.

La cellule contrôle la proportion de fonction carboxyle. En effet, elle peut estérifier de manière réversible ses fonctions en les méthylant par une pectine-méthylestérase. Selon la proportion de monomères méthylés ou non, la chaîne est plus ou moins acide. Cette acidité est également contrôlée par des pompes à protons régulé notamment par l'auxine. La concentration forte en protons provoque alors le remplacement du calcium.

Une forte proportion de fonction carboxyle dans un pH alcaline favorise la cohésion des molécules de pectines entre elles. Des chaînes peuvent ainsi se lier et les pectines forment alors un gel. De même qu'une augmentation de la méthylation couplé à une forte acidité favorise le relâchement de la pectine. Expérimentalement, les chercheurs peuvent interrompre cette gélification en enlevant artificiellement le calcium. Ceci est réalisé lors de l'extraction par l'EDTA, qui est un chélateur puissant du calcium. Ceci peut également être réalisé aussi si on abaisse le pH.

II.7. Structure chimique des substances pectiques

Le squelette de toutes les substances pectiques est formé d'acide α D galacturonique lié en α (1 \rightarrow 4), cette chaîne dite « chaîne principale » (figure 1) constitue l'acide polygalacturonique ou l'acide pectique (**Thibault, 1980**).

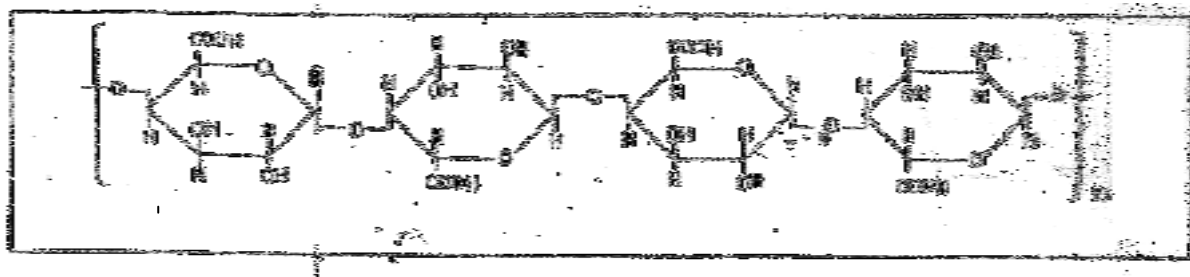


Figure 1 : Schéma de la chaîne principale des substances pectiques

(L'acide polygalacturonique) **(Thibault, 1980)**.

On connaît seulement quelques types de substances pectiques possédant une structure simple homogalacturonique, exemple : Les capitules de tournesol, l'écorce de sapin et l'ail **(Thibault, 1980 ; Multon, 2002)**. Mais en générale, les substances pectiques ont une structure plus complexe résultant de la substitution de certains groupes sur la chaîne principale **(Kertesz, 1951)**.

Des unités L-Rhamnose liées par des liaisons (1→4) et (1→2) avec l'acide galacturonique provoquent une déviation de l'ordre de 90° de l'axe de la chaîne principale d'où le nom de « coude pectique » donné à cette région de la macromolécule (figure 2). Cette dernière est constituée d'une alternance d'acide galacturonique et de Rhamnose : Acide α D galacturonique 1→2 β L-Rhamnose 1→4 acide α D galacturonique **(Albagnac et al ; 2002 ; Linden et Lorient, 1994)**.

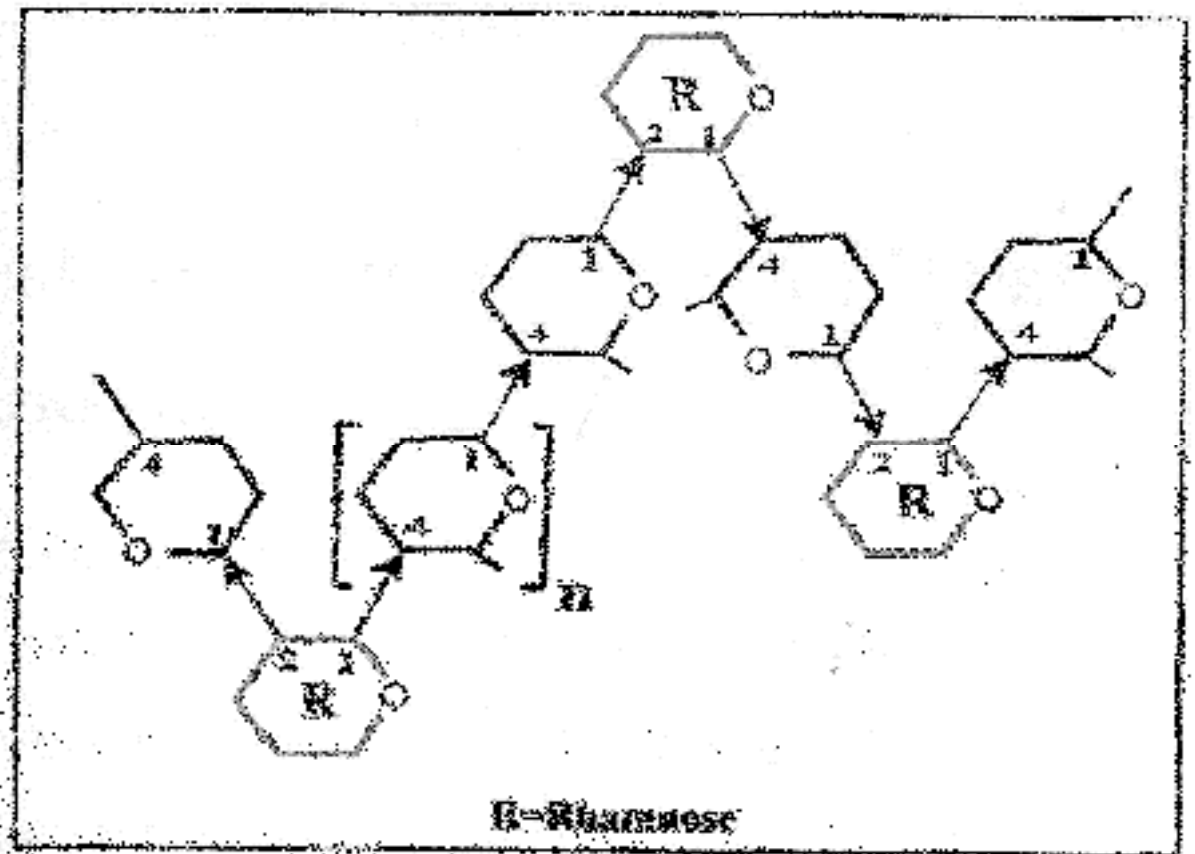


Figure 2 : Schéma de formation d'un coude pectique (Thibault, 1980).

Des chaînes latérales s'attachent à la chaîne Rhamnoglucuronique au niveau des C₃ de l'acide galacturonique et des C₄ du Rhamnose. Elles sont constituées d'oses neutres, dont les plus rencontrés sont D galactose et le L arabinofuranose, formant ainsi des zones hérissées correspondant à la zone Rhamnoglucuronique. (Figure 3) (Worth, 1967).

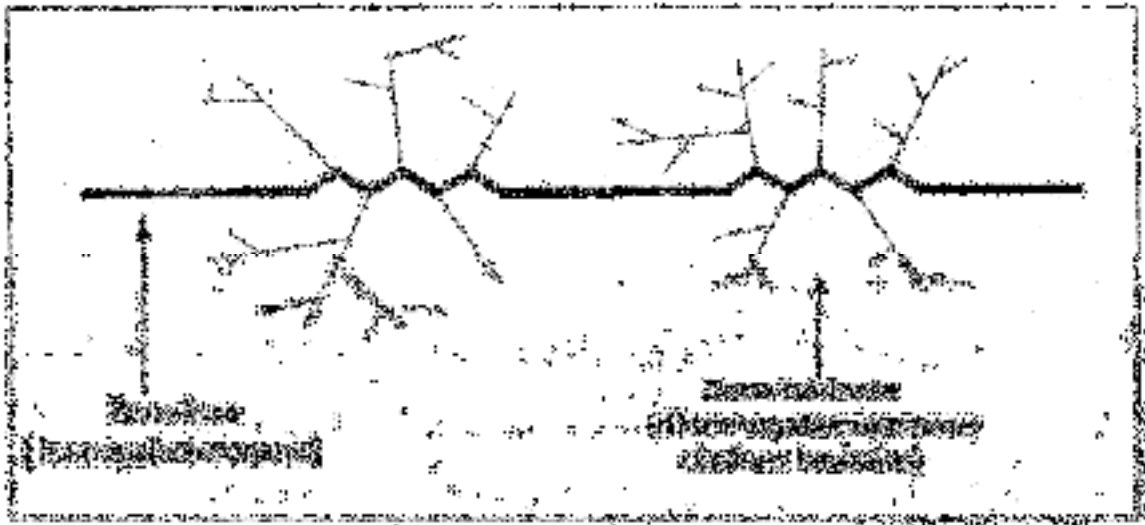


Figure 3 : Schéma de la structure générale des pectines (Albagnac et al ; 2002).

Les fonctions acides de la chaîne principale sont souvent neutralisés par la présence d'ions monovalents ou divalents tel que : K^+ , Na^+ , Ca^{+2} . Ils peuvent aussi être estérifiées (méthylées) par du méthanol CH_3OH (Figure 4) (Multon, 2002).

II.8. Classification des pectines et leurs particularités

Le degré de méthylation (DM) ou degré d'estérification (DE) est défini comme le nombre de fonctions carboxyliques estérifiées par le méthanol pour 100 fonctions carboxyliques (ou pour 100 motifs galacturonique) de la chaîne (Multon, 2002).

Le degré de méthylation est un paramètre de classification des substances pectique (Figure 4) (Thibault, 1980).

- Si elles ont un DM inférieur à 5%, on considère que ce sont des acides pectiques (acide polygalacturonique) insolubles dans l'eau.
- Si leur DM est inférieur à 50%, elles font partie des pectines faiblement méthylées **Low Methoxyl**(LM).
- Si leur DM est supérieur à 50%, elles constituent les pectines hautement méthylées **High Methoxyl** (HM) dites à gélification rapide.

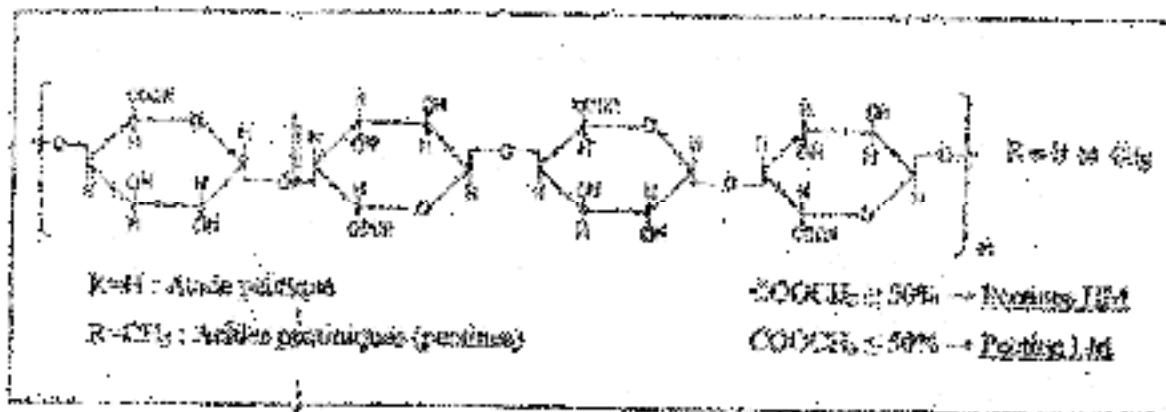


Figure 4 : Schéma de la chaîne pectique (Petit, 1975).

Dans la nature, les substances pectiques sont le plus souvent HM, les pectines LM sont obtenues par désésterification chimique ou enzymatique des pectines HM (Petit, 1975 ; Thibault, 1980 ; Adrian et al ; 2003).

II.9. Localisation et biosynthèse des substances pectiques

II.9.1. Localisation

Les substances pectiques sont localisées dans la lamelle moyenne et la paroi pectocellulosique des cellules des végétaux supérieurs (Figure 5 et 6). Elles sont associées aux autres composés membranaires (cellulose, hémicellulose, lignine...) par des liaisons physiques et/ou chimiques très mal connues et elles jouent le rôle de ciment intercellulaire dans la lamelle moyenne et de membrane dans la paroi pectocellulosique (Thibault, 1980).

Dans les tissus végétaux, les substances pectiques sont présentes principalement sous forme de protopectine (Thibault et Petit, 1979). Le terme de protopectine est utilisé pour désigner les substances pectiques insolubles par opposition au terme de pectines définissant les substances pectiques solubles extraites après un traitement approprié (Thibault, 1980).

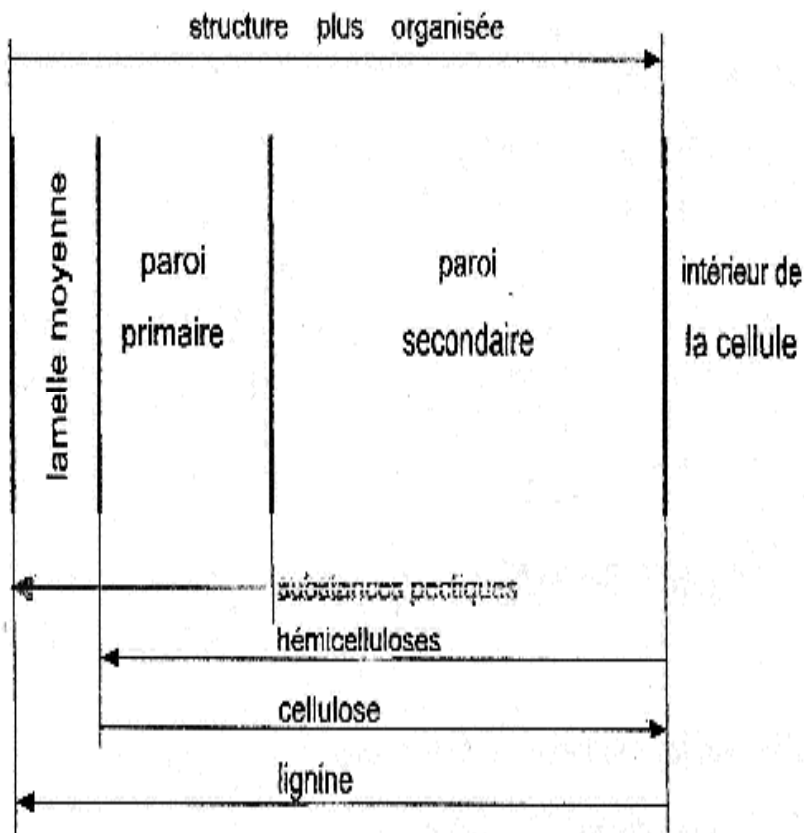


Figure 5 : Distribution des constituants de la paroi des cellules végétales :

(Localisation des substances pectiques) (Thibault, 1980).

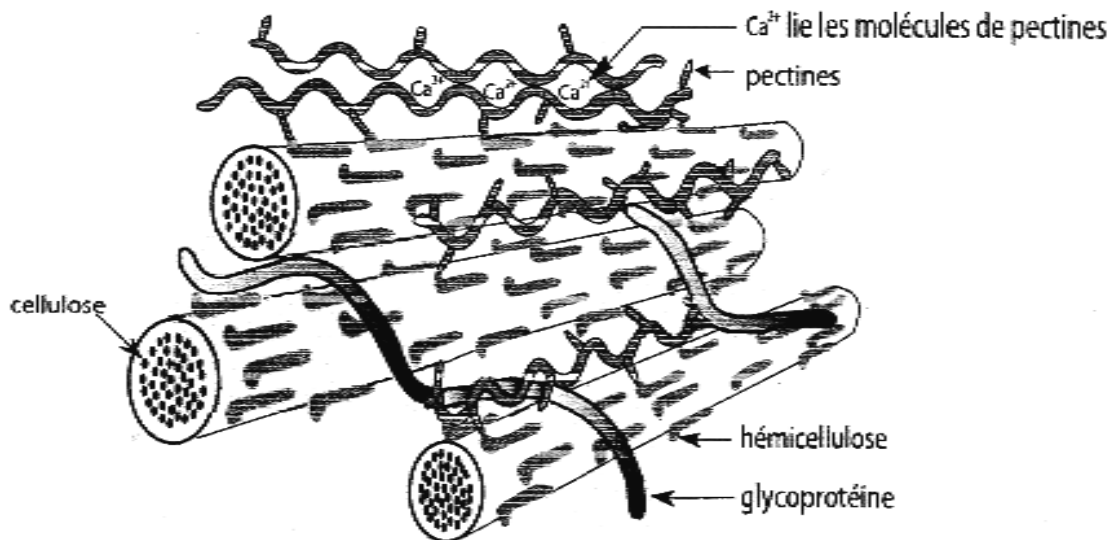


Figure 6 : Disposition des polysaccharides de la paroi primaire des cellules Végétales (Vrénot et Vierting, 2001).

II.9.2. La biosynthèse

La biosynthèse des pectines aurait lieu dans l'appareil de Golgi des cellules (Worth, 1967). Worth distingue deux voies de synthèse :

-A partir du bornésitol mais cette voie n'explique pas l'insertion du rhamnose dans la chaîne principale.

-La seconde voie commence par des réactions nucléotidiques à partir de l'UDP-glucose ; elle explique la présence du rhamnose dans la chaîne principale et l'existence de chaînes latérales d'oses neutres (arabanes, galactanes). L'estérification des carboxyles serait réalisée ultérieurement grâce à des donneurs de méthyles tels que : la S-adénosyl, L-méthionine, le formiate, la glycine et la serine (Pilnik et Voragen, 1970).

II.10. Dégradation des substances pectiques

La pectine est une molécule relativement stable, résistant à des températures de plus de 100 °C, mais elle est dans la nature dégradée par des enzymes (« *pectine lyase* ») produites par des microbes ou champignons, dont certains (*saccharomyces cerevisiae*, *Bacillus subtilis*, levures...) ont été étudiés pour d'éventuels usages industriels.

De nombreuses espèces phytopathogènes (ex: *Erwinia carotovora*, bactérie phytopathogène résistante au froid) sécrètent probablement de tels enzymes, nécessaires pour attaquer les cellules végétales.

L'utilisation de ces enzymes est à la base de la clarification des jus de fruits comme lors de l'opération de débouillage dans la vinification des vins blancs et des vins rosés.

Les substances pectiques sont dégradées soit par des acides, soit par des bases, soit par des enzymes.

II.10.1. Dégradation chimique

II.10.1.1. Action des acides

A basse température, prédominent les réactions désésterification (saponification) avec libération du méthanol accompagnée par la formation des pectates qui peuvent réagir avec les ions Ca^{++} de la solution pour former des précipités.

A haute température, l'hydrolyse des liaisons α (1→4), conduit à la libération des acides galacturoniques.

II.10.1.2. Action des bases

En milieu neutre ou alcalin, les pectines sont désésterifiées à basse température, une élévation de cette dernière favorise les réactions de β -élimination.

En plus des dégradations chimiques, les pectines peuvent subir des dégradations oxydatives.

II.10.2. Dégradations enzymatiques

Ce sont les enzymes qui dégradent la partie galacturonique qui sont considérées comme pectolytiques (**Baron et Thibault, 1980**).

La dégradation des pectines s'effectue soit par des enzymes saponifiantes soit par des enzymes dépolymérisantes.

- ❖ Les enzymes saponifiantes : sont des pectines méthyle estérases qui libèrent du méthanol et forment des pectates (**Pilnik et Voragen, 1970**).
- ❖ Les enzymes dépolymérisantes : leur classification repose sur trois critères :
 - a- Le Substrat préférentiel : pectine ou acide pectique
 - b- Le mode d'action : les pectinases agissant sur l'extrémité des chaînes, sont désignées à l'aide du préfixe « Exo », celles agissant au hasard à l'intérieur des chaînes sont désignées à l'aide du préfixe « Endo ».
 - c- La réaction mise en jeu au cours de la dépolymérisation : hydrolyse des liaisons α (1→4) catalysée par des polygalacturonases, ou β -élimination catalysée par des lyases.

Cependant, seulement cinq enzymes dépolymérisantes sont connues (**Thibault, 1980**) :

- L'endo-pectine-lyase.
- Les pectates-lyases (endo, exo).
- Les polygalacturonases(endo, exo).

II.11.Rôle dans la maturation des fruits

La nature des substances pectiques évolue avec l'âge des tissus, ceci est particulièrement net dans le cas des fruits (**Thibault, 1980**).

- ❖ Avant maturité : Les protopectines de la lamelle moyenne sont insolubles, et constituent la forme essentielle, participant ainsi à la rigidité des tissus d'où la fermeté des fruits.
- ❖ Au cours de la maturation (durant la maturité) des fruits, les protopectines évoluent lentement en pectine par voie enzymatique. Cette évolution se traduit notamment par une modification de la tendreté du fruit, ce qui entraîne un ramollissement des tissus.
- ❖ Après maturité : les pectines sont dégradées de la même manière en acide pectique (**Petit, 1975 ; Thibault, 1980**).

D'après (**Adrian et al ; 2003 ; Jeantet et al ; 2006**) lors de la maturation des fruits les substances pectiques subissent deux grands types de dégradation sous l'effet d'enzymes pectinolytiques (pectinases). Ces dernières en 2 groupes selon leur mode d'action :

- ❖ Les enzymes saponifiantes : Dont l'activité est forte chez les agrumes, elles hydrolysent les liaisons esters méthyliques avec libération de méthanol.
Ces enzymes sont divisées en deux sous groupes, les unes sont liées à des structures cellulaires et agissent sur la protopectine (acétylestérases) ; les autres solubles s'attaquent aux pectines (métylestérases).
- ❖ Les enzymes dépolymérisantes (polygalacturonases) : Ce groupe d'enzymes agit sur les substances pectiques en provoquant la rupture de la chaîne d'acide galacturonique en réduisant en maximum en acide digalacturonique.

II.12.Caractéristiques physico-chimiques des substances pectiques

Les substances pectiques présentent de nombreuses caractéristiques physico-chimiques qui sont importantes pour leurs analyses et pour leurs emplois dans les industries agricoles et alimentaires (**Nelson et al ; 1977**).

II.12.1. La masse moléculaire

Le poids moléculaire moyen d'une préparation de pectine dépend de la qualité et la nature de la matière première, ainsi que les conditions d'extraction et les caractéristiques de la pectine extraite (en particulier le taux d'estérification), et de la méthode d'analyse (**Petit, 1975**).

Les résultats mentionnés dans divers travaux scientifiques font état de poids moléculaire compris entre 10.000 et 400.000 mais les valeurs moyennes des pectines extraites dans l'industrie sont comprises entre 30.000 et 200.000 (**Petit, 1975**). Le poids moléculaire moyen d'une préparation de pectine en liaison directe avec la longueur des chaînes pectiques, conditionne en grande partie son pouvoir gélifiant (**Thibault, 1979**).

II.12.2. La solubilité

La solubilité des substances pectiques dépend non seulement de leur masse moléculaire, mais aussi de la présence de chaînes latérales, de la teneur(DM) et de la distribution des groupes méthyles. En effet, d'une façon générale un polyholoside constitué de monomères identiques non substitués, rattachés entre eux par des liaisons 1→4 est insoluble dans l'eau parce que les macromolécules du fait de cette régularité structurale, peuvent facilement s'associer entre elles par de très nombreuses liaisons hydrogènes (Thibault, 1980).

Les pectines hautement méthylées sont plus solubles que les pectines linéaires, la liaison 1-6 induit une plus ou moins grande flexibilité de la chaîne et modifié la solubilité du polysaccharide. Les polymères les plus flexibles seront les plus solubles (**Trilly et Bourgeois, 1999**).

Tout facteur tendant à diminuer les possibilités d'associations intermoléculaires contribue donc à augmenter la solubilité des macromolécules. Ces facteurs peuvent être d'ordre stériques (présence de substituant) ou chimiques (présence de groupes ionisés). On comprend donc l'importance de ces deux paramètres dans le cas des substances pectiques (**Thibault, 1980**).

Ainsi, un acide polygalacturonique est insoluble dans l'eau ; il ne deviendra soluble qu'après neutralisation des fonctions carboxyliques.

L'hydrosolubilité des substances pectiques croît avec le DM donc les pectines HM sont très solubles dans l'eau (**Thibault, 1980**).

II.12.3. La précipitation

Une fois solubilisées, les pectines sont précipitées de leurs solutions par les composés organiques ou inorganiques et plus particulièrement des électrolytes.

Peuvent être utilisés des solvants organiques (acétone, éthanol, isopropanol), des détergents quaternaires, des cations mono ou polyvalents (Na^+ , H^+ , Ca^{+2} , Cu^{+2} , Al^{+3}) ou des polymères basiques (protéines, polyamides) (**Thibault, 1980**).

II.12.4. La viscosité

C'est un paramètre physique utilisé aussi bien en rhéologie qu'en science de l'aliment dans le secteur industriel, présentant un grand intérêt pratique pour comparer les propriétés épaississantes d'une série homologue des hydrocolloïdes, ou pour une évaluation de la texture des aliments (**Scriban, 1988**).

La viscosité est utilisée aussi pour estimer la masse moléculaire moyenne (**Linden, 1981**).

Les substances pectiques forment des solutions visqueuses dans l'eau, cette viscosité est en fonction de leur concentration et de leur masse moléculaire, mais le caractère polyélectrolytique des pectines leur confère un comportement particulier : la viscosité dépend aussi du DM, de la présence d'électrolytes et du pH.

La viscosité des solutions de pectines totalement méthylées est indépendante du pH au contraire des solutions de pectines comportant des fonctions carboxyliques libres. Ces groupes acides peuvent s'ioniser par élévation du pH provoquant une répulsion électrostatique et une augmentation du volume hydrodynamique de la macromolécule, ce qui entraîne un accroissement de la viscosité (**Thibault, 1980**).

II.12.5. Le pouvoir gélifiant

L'une des caractéristiques d'une préparation de pectine, particulièrement importante sur le plan commercial et application, est son pouvoir gélifiant (**Petit, 1975**).

Les substances pectiques peuvent former des gels sous certaines conditions. La formation d'un gel nécessite la constitution d'un réseau tridimensionnel retenant entre ses mailles la phase liquide ; les macromolécules doivent donc s'associer étroitement entre elles (**Towle et Christensen, 1973**).

Plusieurs étapes de formation du gel peuvent être distinguées :

- L'état « Sol » où le polymère forme une solution ; les macromolécules ne sont pas reliées les unes aux autres.
- L'état « Gel » apparaît quand suffisamment de chaînes se sont associées pour former un réseau d'abord élastique.
- Au fur et à mesure que les chaînes s'organisent entre elles, le gel devient de plus en plus rigide ; puis a lieu en général, les phénomènes de la synérèse : le gel se contracte et exsude une partie de la phase liquide (**Lorient et al ; 1988**).

Les substances pectiques faiblement et hautement méthylées donnent des gels dans des conditions différentes (Multon, 2002).

II.12.5.1. Gels des pectines faiblement méthylées

Les pectines faiblement méthylées gélifient en présence des cations alcalino-terreux (pour les gels alimentaires, il s'agit de calcium) (Thibault, 1980).

Les études ont été effectuées sur la fixation du calcium (Ca^{+2}) par les acides galacturoniques et sur des acides polygalacturoniques de différents degrés de polymérisation. Un effet coopératif a été mis en évidence ; à partir d'un degré de polymérisation de 15-20, l'acide polygalacturonique présente une conformation telle que la fixation du calcium est optimale (Thibault, 1980 ; Lorient et al ; 1988).

REES a proposé le modèle de « la boîte à œufs » (Fig.7), l'ion Ca^{+2} prendrait part à neuf liaisons de coordination avec deux oxygènes des liaisons glycosidiques, deux oxygènes des cycles, deux fonctions acides et trois fonctions alcools (Thibault, 1980).

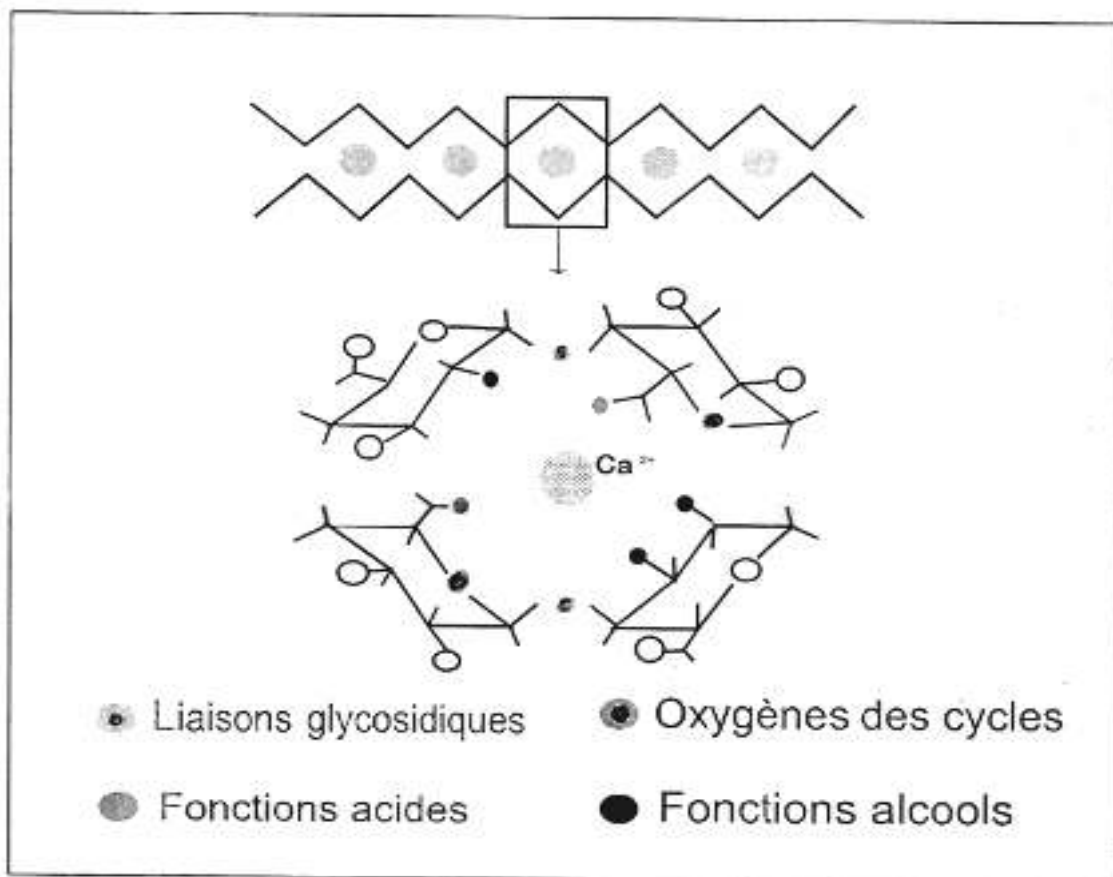


Figure 7 : Schéma du mécanisme de la gélification de pectines FM

(Modèle de la boîte à œufs) (Thibault, 1980).

Pour obtenir un gel plutôt qu'un précipité, la réaction entre le Ca^{+2} et les pectines FM doit être lente ; pour cette raison, des sels solubles de Ca^{+2} sont ajoutés à une solution bouillante de pectine FM, le gel se formant au cours du refroidissement (**Multon, 2002 ; Thibault, 1980**).

Les gels de pectine FM peuvent se former dans une zone de pH étendue (2,5-6,5) avec ou sans 'sucre'. La quantité de Ca^{+2} nécessaire (en mg de calcium par g de pectine) varie entre 10-60 selon le DM et selon le mode de désestérification (**Lorient et al ; 1988 ; Thibault, 1980**).

II.12.5.2. Gels des pectines hautement méthylées

Les pectines HM ne gélifient pas en présence de Ca^{+2} mais en milieu acide (pH=2,2-3,5) et en présence de 'sucre' (MS : 60%).

En solution aqueuse diluée, les macromolécules pectiques sont fortement hydratées et chargées négativement du fait de la dissociation de fonctions carboxyliques. Pour qu'elles puissent se rapprocher et former un gel, il faut donc que

l'hydratation diminue et que la répulsion entre les groupes ioniques soit rendue aussi faible que possible. La diminution de l'hydratation est réalisée par addition de 'sucre' (saccharose), qui joue le rôle d'un fixateur d'eau puissant et détruit l'enveloppe d'hydratation des pectines (**Thibault, 1980 ; Lorient et al ; 1980**).

La diminution de la charge est réalisée en réduisant la dissociation de la fonction acide par abaissement du pH (**Multon, 2002**). Les interactions polymère-polymère sont donc favorisées par rapport aux interactions polymère-solvant (**Lorient et al ; 1988**).

II.13. Rôles physiologiques

Les pectines sont un des constituants de la paroi végétale. Elles sont également le composé prédominant au sein de la lamelle moyenne. Elles maintiennent ensemble les cellules des tissus végétaux.

Les pectines jouent un rôle structural dépendant des conditions ioniques du milieu (rapport $\text{H}^+/\text{Ca}^{++}$). Les chaînes formées sont reliées entre elles pour constituer un réseau ou gel. Cet ensemble permet d'emmagasiner une grande quantité d'eau. L'hydrolyse des pectines est remarquable lors de la maturation des fruits lorsque les fibres de cellulose deviennent plus lâches.

III.L'intérêt des pectines

III.1. Généralités

Les constituants de la paroi des cellules végétales tels que la lignine, la cellulose, les hémicellulose et les pectines sont des polysaccharides associés par des liaisons covalentes formant ainsi les fibres végétales (**Frénot et Vierling, 2001**).

D'un point de vue purement nutritionnel ; ces fibres dites fibres alimentaires se définissent comme étant les résidus des cellules végétales qui ne sont pas dégradés par les enzymes digestives de l'homme, mais sont par contre dégradés par les bactéries présentes dans la lumière intestinale (**Benfenatki, 1994**).

Les fibres alimentaires sont classées selon leur solubilité dans l'eau en fibres insolubles et fibres solubles.

- Fibres insolubles : Qui ont un fort pouvoir hydrosopique, elles gonflent en absorbant jusqu'à 20 fois leur poids d'eau, exemple : lignine et amidon.
- Fibres solubles : Forment en présence de l'eau un réseau gélifié ou épaissi et de ce fait emprisonnent l'eau, comme les pectines et les gommes (**Benfenatki, 1994**).

Le terme de fibre alimentaire a été initialement créé dans le contexte médical, pour leurs propriétés nutritionnelles d'une part. D'autre part, elles possèdent également des propriétés technologiques qui intervient dans la formulation des aliments, en modifiant la texture, ou en améliorant la stabilité au cours de la fabrication (**Trilly et Bourgeois, 1999**).

Les fibres solubles dont les pectines sont dotées de propriétés nutritionnelles et technologiques, d'où leur importance. Leurs vertus salutaires imposent leur incorporation dans l'aliment pour le traitement de certaines pathologies ou à titre préventif. De plus, elles ont un intérêt en industrie agroalimentaire, leur pouvoir gélifiant influe sur la qualité du produit à commercialiser (**Trilly et Bourgeois, 1999**).

III.2. Etude de quelques propriétés physiologiques des pectines

De nombreuses expériences ont mis en évidence que la puissance d'absorption, de séquestration et de complexation de la molécule de pectine sont responsables de son action en tant que régulateur des fonctions intestinales, protecteur du tube digestif et agent antitoxine, hémostatique et cicatrisant (**Petit, 1975**).

Le déséquilibre et le raffinement de l'alimentation paraissent être des facteurs majeurs du développement des maladies métaboliques et dégénératives. Les teneurs élevées des rations alimentaires contemporaines en lipides, cholestérol et en sucres simples sont particulièrement incriminées dans le développement de ces pathologies (**Benfenatki, 1994**).

III.2.1. Effet thérapeutique des pectines sur la digestion

L'effet majeur des pectines sur la digestion est la prévention du cancer du colon. Cette prévention s'explique par l'influence des pectines sur la flore bactérienne. Elles inhibent la conversion par les bactéries des acides biliaires primaires en acides biliaires secondaires cancérigènes et lithogènes. Le contact de la muqueuse colique avec les sels biliaires est diminué et le risque de cancer réduit (**Frénot et Vierling, 2001**).

III.2.2. Effet thérapeutique des pectines sur le métabolisme

Glucidique

Les suppléments en fibres solubles permettent d'améliorer le métabolisme des hydrates de carbone, elles se sont révélées plus efficaces que les fibres insolubles dans l'équilibre du diabète (**Benfenatki, 1994**). Elles montrent un effet réducteur du taux de glucose sanguin cet effet semble être relié à leur viscosité (**Trilly et Bourgeois, 1999**).

- ❖ Les pectines rendent le bol alimentaire visqueux et retardent la vidange de l'estomac dans l'intestin grêle.
- ❖ Les hydrocolloïdes modifient les propriétés de la couche d'eau non agitée liée à la face apicale de l'anthérocyte. Il se forme un écran vis-à-vis de l'absorption des glucides.
- ❖ Les pectines inhibent la sécrétion d'hormones stimulatrices de la libération d'insuline. La baisse d'insuline provoque donc la libération de glucagon par le pancréas et régularise la glycémie selon le schéma suivant :

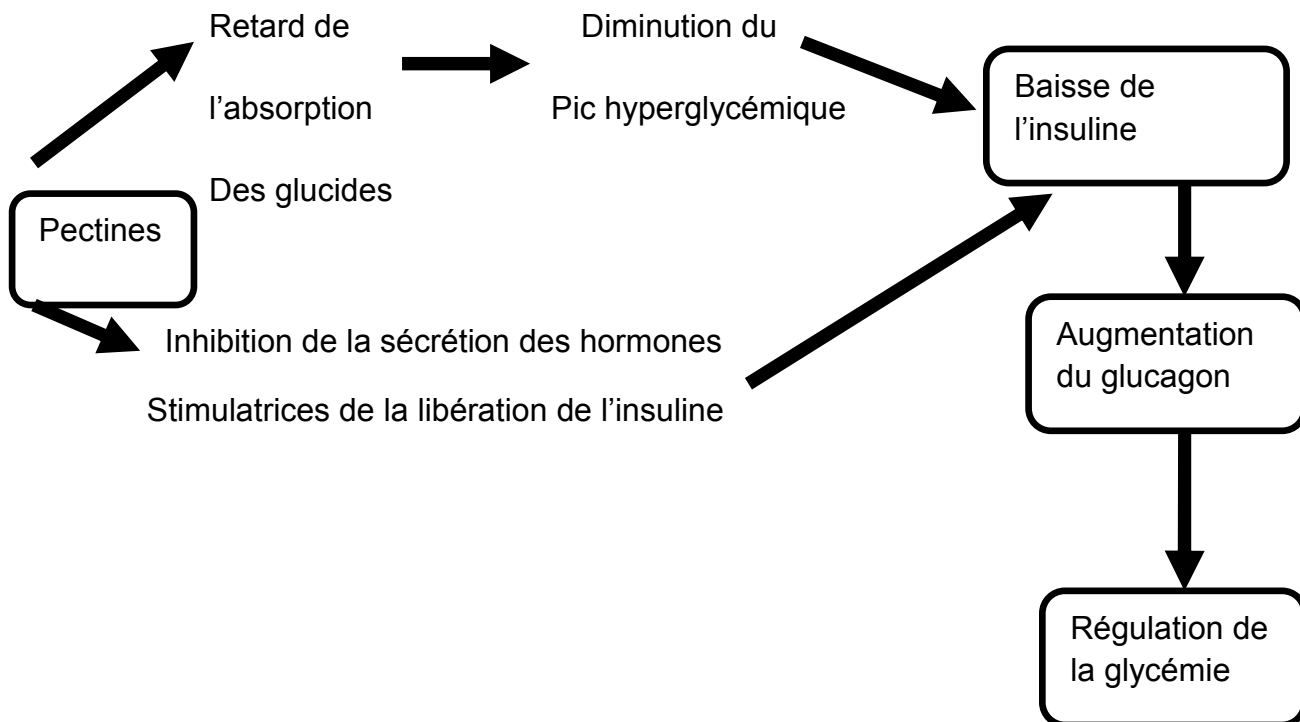


Figure 8 : Mode d'action des pectines sur le métabolisme glucidique (Frénot et Vierding, 2001)

III.2.3.Effet thérapeutique des pectines sur le métabolisme des lipides

Les hydrocoloïdes dont les pectines ont des propriétés hypolépimantes et hypocholestérolémiantes (Frénot et Vierding, 2001) et contribuent aussi à prévenir les maladies coronariennes et cardio-vasculaires réduisant ainsi le taux de mortalité (Anonyme, 1).

Plusieurs travaux ont montré que l'ingestion de pectines HM pouvait réduire le taux de cholestérol dans le sang et celui des lipides dans le foie en limitant leur absorption au niveau de l'intestin (Petit, 1975). En effet, l'addition de pectine à la ration augmente l'élimination fécale des lipides qui passe de 3 g à 4,5 g/jours (Frénot et Vierding, 2001).

L'effet hypocholestérolémiant et hypolépimant pourrait être la conséquence d'une rétention d'une partie du cholestérol et des acides biliaires, provenant des transformations dans le foie, par les fibres solubles (Trilly et Bourgeois, 1999).

On suppose que leur propriété de formation de gel va avoir une influence sur l'absorption intestinale du cholestérol alimentaire soit par interférence directe avec le

soluté (effet écran), soit par séquestration du soluté dans le réseau du gel (**Cun et al ; 1991**). En effet les résultats obtenus in vitro par **Cun et al ; (1991)** tendraient à montrer que le cholestérol pourrait se lier aux chaînes polysaccharidiques de la pectine.

Certaines expériences (**Anonyme, 3**) ont montré que la quantité de pectine à utiliser dans les essais in vivo doit être de 5 à 6% du régime alimentaire.

D'autres travaux (**Anonyme, 3**) concernant l'effet de la pectine sur le cholestérol et la lipoprotéine, ont montré que la prise journalière de 2 à 6 g de pectines, chez des sujets en bonne santé, stabilise un niveau normal du cholestérol sanguin. Généralement chez les malades 6 à 15 g de pectine prise par jour pendant 3 à 6 semaines peuvent réduire le niveau de cholestérol de manière significative environ 10 à 18%.

III.3. Etude des propriétés technologiques des pectines et leur utilisation

III.3.1. Dans le secteur industriel

Les pectines sont référencées par le CEE sous le N°440 ; elles ne présentent aucune toxicité, ne sont pas digérées et participent à la fabrication de la ration désignée sous le nom de fibres alimentaires. La dose journalière admissible, fixée en 1970 par la FAO/OMS reste illimitée pour les pectines (**Thibault, 1980**).

Les pectines sont utilisées dans le domaine agro-alimentaire pour leurs propriétés gélifiantes, épaississantes et stabilisantes. Ces fonctions résultent des propriétés d'hydratation des fibres solubles. L'incorporation des pectines, permet de modifier la texture et la stabilité des produits en fonction de certaines additions de fabrication et de conservation (**Manfred et Nicole, 1998**).

III.3.1.1. Propriétés gélifiantes

L'une des caractéristiques d'une préparation de pectine, particulièrement importante sur le plan commercial et application est le pouvoir gélifiant (**Petit, 1975**).

Selon le degré de gélification recherché, les pectines HM et les pectines FM sont utilisées dans différents domaines d'application. Les pectines HM sont utilisées dans la fabrication de confitures, de gelée de marmelades et de confiseries gélifiées.

Les pectines FM sont employées pour la production de confitures de basses calories, les laits gélifiés et les flancs (**Thibault, 1980**).

III.3.1.2. Propriétés épaississantes

La solubilisation des macromolécules entraîne une augmentation de la viscosité du milieu et son épaississement. Ainsi qu'il est possible d'obtenir toute une

gamme de texture, plus ou moins épaissies et même légèrement gélifiées lorsque le pH du milieu se situe au dessus de la zone des pH de gélification (**Petit, 1975**).

Les propriétés d'écoulement et les propriétés viscoélastiques des pectines épaississantes peuvent être évaluées dans des milieux simples (fibres et eau) ou complexes (produits alimentaire, sucre, dessert) (**Srivas et Prauthi, 1976**).

III.3.1.3. Propriétés stabilisantes

Les propriétés épaississantes et gélifiantes peuvent contribuer à stabiliser les structures alimentaires (suspension, émulsion, mousse, jus pulpeux) par la modification des propriétés rhéologiques de la phase aqueuse (**Petit, 1975**).

Ces propriétés permettent de maintenir la texture du produit alimentaire, malgré des contraintes de fabrication et de conservation (**Manfred et Nicole, 1998**).

III.3.2. Dans le secteur pharmaceutique

L'addition de pectine dans certains médicaments prolonge et régularise l'action thérapeutique spécifique du principe actif, en particulier en retardant son élimination (**Petit, 1975**).

La pectine est utilisée dans la préparation de composition antihémorragiques (Arhémapectine vitaminée) et de pansements, car elle contribue à la cicatrisation des plaies. Elle est aussi utilisée comme stabilisant des mélanges eau-huile, épaississant des sirops thérapeutique et des solutions injectables à effet retard (**Dorvault, 1987**).

Elle possède aussi une action, antidiarrhétic, détoxifiante et antivomitiv permettant aux jeunes enfants de mieux tolérer et assimiler les aliments (**Petit, 1975**).

III.3.3. Dans le secteur cosmétique

Dans le secteur cosmétique l'incorporation de la pectine dans le produit se fait dans un but technologique comme agent de texture, d'où son influence sur sa qualité organoleptique. Exemple : fabrication des vernis, des huiles, des crèmes, des gels, des lotions et des shampoings (**Martine et Seiller, 1999**).

III. La confiture

III.1. Historique de la confiture

Beaucoup plus loin dans l'histoire, les confitures étaient aux fastueux banquets d'Athènes et aux festins de Rome. La confiture est devenue industrielle à la fin du 19^{ème} siècle à l'issue d'une très longue période de fabrication en grande quantité de confiture ménagère, dès lors le sucre est accessible à tous (**Roux, 1994**).

III.2. Définition

Généralement par confiture on entend, des fruits cuits dans du sirop de sucre ou du sucre (**Siarç, 1990**). La mise au point d'une confiture nécessite le respect de certaines règles de base comme :

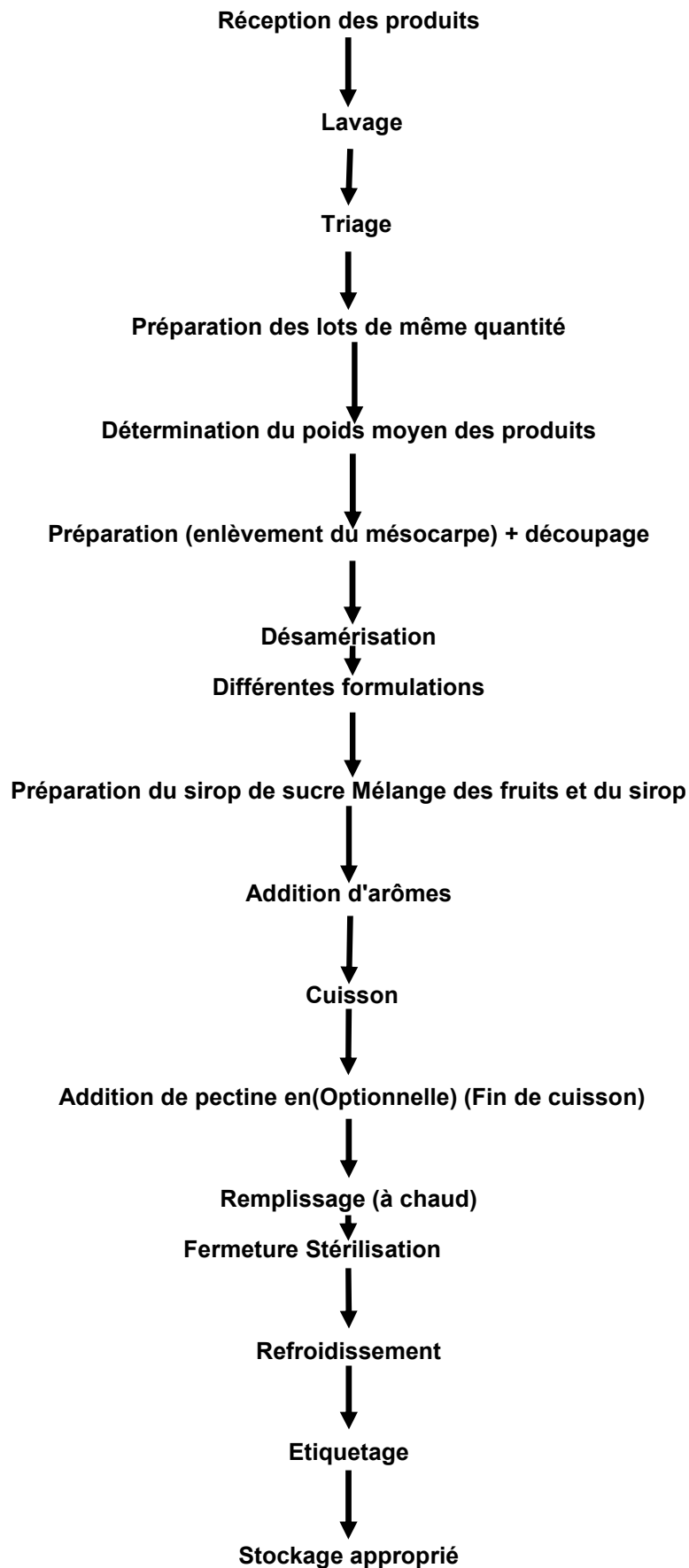
- Un taux de sucre entre 63 °Bx et 70 °Bx dans le produit fini,
- Une acidité suffisante (pH 2.8 à 3.5),
- Un taux de matières sèches suffisantes au départ,
- Une quantité de pectine suffisante pour la formation du gel.

III.3. Les principaux éléments entrant dans la fabrication de la confiture

Les différents constituants de la confiture sont : le mésocarpe, le sucre, l'eau et l'acide. L'ajout de pectine dépend de la richesse initiale du fruit en pectine. L'ajout d'autre arôme est optionnel (Figure 9).

Le sel utilisé lors de la désamerisation est considéré comme étant auxiliaire dans la transformation.

Le schéma ci-dessous donne une idée sur le mode d'utilisation de chacun de ces éléments lors du processus de fabrication d'une confiture :

Figure 9 : Schéma classique de fabrication de la confiture (Gret, 1984)

III.4.L'addition des différents éléments, leurs rôles et conséquences d'un mauvais

III.4.1.Ajout du sucre

Le sucre est un conservateur. L'addition de sucre permet une déshydratation partielle et une augmentation de la teneur en matière sèche des fruits. A partir d'une certaine concentration (environ 65% de sucre), on considère que le développement de certains microorganismes dans le milieu est difficile voire inhibé. Le sucre sert également à la formation d'un gel et donne du goût.

On peut préparer un sirop de sucre dans lequel on plonge les fruits. Le sucre étant déjà dissous, il n'est plus nécessaire de brasser longuement le mélange. Les fruits demeurent intacts.

On peut encore ajouter directement le sucre cristallisé solide aux fruits dans la marmite de cuisson (ce qui entraîne le risque d'une légère caramélisation du sucre en surface).

Le choix entre ces deux méthodes dépend avant tout du savoir faire du fabricant. La première méthode présente l'avantage de préserver la pectine, les arômes, la texture et la couleur des fruits, ceux-ci étant placés directement dans un milieu bouillant qui bloque les dégradations enzymatiques.

Le poids du sucre à ajouter varie en fonction de la teneur initiale des fruits en sucre et du goût des consommateurs. En général, la fabrication de la confiture exige une quantité égale de fruit et de sucre.

Le produit final, après évaporation d'une partie de l'eau des fruits doit contenir 63 à 68% de sucre. Toutefois, pour les confitures, les normes internationales exigent 65% de sucre. Des fois le poids du sucre par rapport au fruit augmente avec certains fruits (**Roux, 1994**).

III.4.1.1.Le degré Brix de la confiture

Il représente le pourcentage de solides solubles contenu dans un mélange. Le degré Brix est une valeur qui est à peu près égale au pourcentage de sucre présent dans un produit liquide. On l'écrit communément °Bx. Pour connaître la quantité de sucre à laquelle correspond un certain degré Brix pour un produit liquide, on peut appliquer la formule suivante :

$$\text{Quantité de sucre dans un produit en livre} = \frac{\text{Degré Brix du produit}}{100} \times \text{Quantité produit en livre.}$$

Généralement, le °Brix des fruits est compris entre 4 et 15. Suivant la maturité du fruit et la variété, le °Brix varie. Plus un fruit est mûr, plus son °Brix est élevé. Il faut faire attention, s'il y a de l'alcool dans le mélange, la mesure du degré Brix est faussée.

III.4.1.2.Importance du °Brix

Lors de la transformation des fruits, on cherche à ajuster le °Brix naturel des fruits car la concentration en sucre a une influence sur :

- **le goût** : le sucre est un activateur de nos papilles gustatives. Trop de sucre cache le goût du fruit.
- **la texture** : le °Brix est très important pour la gélification des confitures, gelées, marmelades et pâtes de fruits.

Pour mesurer le degré Brix, on utilise **un réfractomètre**. Il existe plusieurs types de réfractomètres. Il y a des réfractomètres qui permettent de faire des mesures de 0 à 30 Brix pour les jus, nectars et fruits frais ; de 50 à 90°Bx pour les confitures, gelées, marmelades, sirops de fruits...

Pour utiliser le réfractomètre (Figure 10) on dépose une goutte de produit (presser un morceau à travers du papier absorbant pour les produits non liquides) sur la languette du réfractomètre. Le produit doit être à une température d'environ 20°C. Diriger le réfractomètre vers une source de lumière et lire au niveau de l'intersection entre l'ombre et la lumière le degré Brix indiqué sur l'échelle. Nettoyer le réfractomètre à l'aide d'un chiffon humide. Etalonner le réfractomètre tous les 12 mois (à l'aide d'eau distillée pour les réfractomètres 0 à 30°BX. A l'aide d'une solution Brix pour les réfractomètres de 50 à 90°BX)
Le degré Brix est de 17.

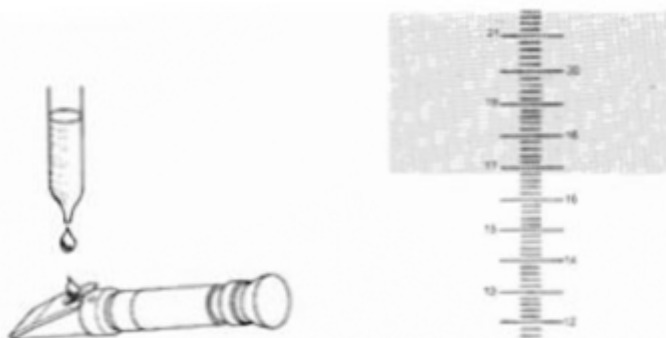


Figure 10 : Mode de fonctionnement d'un réfractomètre

III.4.1.3.Ajustement du °Brix lors de la préparation de la confiture

Pour augmenter le °Brix :

- Ajouter du sucre au mélange.
- Diminuer la quantité d'eau ajoutée.
- Faire bouillir le mélange. En effet, en chauffant l'eau s'évapore, mais pas le sucre. Le sucre sera donc plus concentré dans le mélange, ce qui donne donc un degré Brix plus élevé.

Pour diminuer le °Brix :

- Ajouter moins de sucre au mélange
- Ajouter de l'eau
- Diminuer le temps de chauffage.

III.4.1.4. Conséquences d'un mauvais dosage du sucre

En dessous de 50% de sucre, on aura :

- gélification impossible ;
- risque de moisissures ou de fermentation, conservation difficile ;
- confiture trop liquide.
-

En dessus de 80% de sucre, on aura :

- limite de solubilité du saccharose (ce qui implique une caramélisation du sucre non dissous).
- goût et arômes des fruits masqués par le sucre ;
- prise en masse trop rapide ;
- confiture trop ferme ;
- risque de cristallisation du sucre

III.4.2. Les pectines

III.4.2.1. Généralités

Ce sont des substances chimiques responsables de la formation du gel. Elles sont contenues naturellement dans les fruits, en plus ou moins grande quantité suivant que le fruit est à maturité intermédiaire ou bien mur. Il peut être nécessaire d'en rajouter au cours de la cuisson pour assurer la gélification du mélange.

On connaît, les pectines naturelles (les protopectines, les pectines et les acides pectiques) obtenues au cours du processus de maturation des fruits comme agrumes, mangues, pommes : peaux ou jus concentrés et les pectines industrielles qui se présentent sous la forme de solutions concentrées ou de poudres, définies par leur degré **SAG** et leur vitesse de prise. (**Wardha, 1981**).

Il existe des pectines à prise plus rapide, que l'on utilise dans le cas des confitures et gelées pour favoriser une gélification précoce, avant remontée des morceaux de fruits en surface. Les pectines à prise plus lente sont utilisées lorsqu'on veut conditionner à plus basse température (pour éviter la caramélisation et la réversion du sucre).

Elles s'ajoutent en fin de cuisson, car chauffées trop longtemps on va avoir une perte de leur pouvoir gélifiant. La dose à ajouter varie selon les fruits. Les agrumes ont en général une teneur en pectine autour de 0.4% (**Gret, 1984**).

Si la quantité de pectine est trop élevée, la confiture cours le risque de devenir trop dure. Si on ne met pas assez, la gélification n'aura pas lieu. La confiture restera liquide. (**Siarç, 1990**).

III.4.3 - Les acides

Ils sont indispensables dans la fabrication des confitures et servent à :

- ❖ empêcher le développement des microorganismes ;
- ❖ mettre les pectines en solution pour qu'elles forment un gel ;
- ❖ faciliter l'inversion du saccharose.

L'acidité d'un fruit ou d'un légume est due à la présence de différentes molécules, appelées acides. Pour mesurer la quantité d'acides présents dans un produit on mesure ce que l'on appelle le pH.

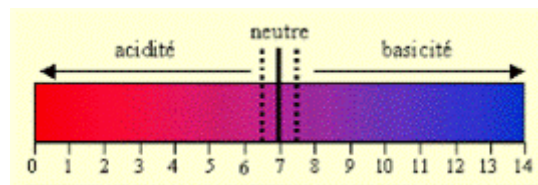


Figure 11 : Les différentes zones de pH.

Pour un pH de 0 à 7, on dit que c'est un mélange acide. Un pH aux environs de 7 est un pH neutre. Un pH de 7 à 14 est basique.

La figure 11 fait une présentation des différentes zones. Le pH des fruits est naturellement compris entre 2 et 6 (voir tableau 3). Suivant la maturité du fruit et la variété, le pH varie. Plus un fruit est mûr, plus son pH est élevé.

Tableau 10 : Présentation des zones de développement des microorganismes en fonction du pH de quelques fruits (CTA, 1990)

| Fruit | pH | Niveau de risques | Contamination probable | Remarques |
|---------------------|-------|--|-------------------------------------|---|
| Citron | 2.3 | Risque Faible | Moisissures et rarement les levures | Les moisissures se développent à un pH compris entre 2 et 9 |
| Lime | 2.7 | | | |
| Fruit de la passion | 2.9 | | | |
| Pomelo | 3.1 | Risque moyen | Moisissures et Levures | Il y a une grande probabilité de retrouver les deux groupes de microbes. |
| Mandarine | 3.2 | | | |
| Fraise | 3.26 | | | |
| Orange | 3.5 | | | |
| Goyave | 3.5 | | | |
| Ananas | 3.5-4 | Fort risque de contamination microbienne | Moisissures, Levures et Bactéries | Ici, ces fruits peuvent être objets de toutes contaminations microbiennes |
| Corossol | 3.7 | | | |
| Tomate | 4.2 | | | |
| Papaye | 4.5 | | | |
| Pomme Cajou | 4.6 | | | |
| Banane | 4.7 | | | |
| Mangue | 4.7 | | | |

III.5. Importance de la mesure du pH en confiturerie

Lors de la transformation de fruit, on cherche à ajuster le pH naturel des fruits car le pH a une influence sur :

- le développement des microbes : Les microbes se développent très peu à un pH inférieur à 4.
- les réactions chimiques de dégradation des produits : Les réactions chimiques naturelles sont limitées en pH très acide.

· **le goût** : l'acidité permet de faire ressortir le goût du fruit. Trop d'acidité donne un goût piquant dans la bouche.

· **la texture** : le pH est important pour la gélification des confitures, gelées, marmelades et pâtes de fruits. Il doit être compris entre 2,8 et 3,5.

On mesure le pH à l'aide de **papier pH** ou **d'un pH-mètre**.

Lorsque le pH est trop haut (pas assez acide) : dans ce cas, on cherche à ajouter des produits qui ont un pH plus bas dans notre mélange. On va par exemple ajouter du citron (pH d'environ 2,4), des oranges acides ou des produits industriels tels que l'acide citrique.

Au cas où le pH trop bas (trop acide) : dans ce cas, on ajoute de l'eau au mélange. En effet, l'eau a un pH de 7, ce qui permet donc d'élever le pH du fruit.

On doit faire attention, la réaction lors d'ajout d'acide dans un mélange n'est pas immédiate, si on ajoute de l'acide, bien mélanger et attendre quelques minutes avant de prendre le pH.

On corrige le pH des fruits faiblement ou moyennement acides en ajoutant l'un des différents types d'acides. On peut utiliser des acides produits par l'industrie, vendus en poudre comme l'acide citrique, tartrique ou utiliser le jus de citron qui convient parfaitement.

L'acide doit être ajouté plutôt en fin de cuisson pour faciliter la formation du gel. L'ajout de l'acide doit être fait jusqu'à ce que le pH de la confiture soit compris entre 2.8 et 3.5. Si on ne respecte pas la dose, des conséquences graves pourraient être enregistrées. D'une part, si la dose est trop élevée les quantités de sucre et de pectine risquent d'être en proportion trop faibles et la confiture ne prend pas ; en suite un sirop très liquide flottera en surface. D'autre part, si on ne met pas assez d'acide, le gel ne se formera pas et il y aura risque de cristallisation du sucre.

III.6. Equilibre sucre - acide – pectine

Ces trois facteurs sont liés et leurs pourcentages respectifs déterminent les limites de la zone de gélification. Les limites de variation des doses de sucre et d'acide sont beaucoup plus larges dans le cas des fruits riches en pectine.

On voit que plus l'acidité est forte, plus la quantité de sucre à utiliser est faible (**Cheftel, 1990**). L'équilibre acide - pectine - sucre détermine la zone de gélification optimale. La figure 5 établit une relation entre le taux de sucre et d'acide dans le processus de formation du gel.

III.7. Importance de la gélification de la confiture

Elle joue un grand rôle dans la conservation du produit fini. En effet, le gel obtenu par l'association de sucre - acide - pectine constitue une barrière qui empêche la migration ou la multiplication des microbes au où ils seraient présents dans le produit fini.

De plus, la gélification renforce l'attraction du produit fini. Car, une confiture à sirop non épais est mal appréciée par les consommateurs.

III.8. Importance du sel dans la désamérisation

Certains composés contenus dans le mésocarpe (blanc) comme les oleuropéines confèrent un goût amer au produit fini et le rend inconsommable. Il est donc nécessaire de faire l'usage de sel pour enlever l'amertume du fruit. Pour que le traitement soit efficace il faut que la dose de sel soit raisonnable et le temps de trempage soit maintenu. L'opération de désamérisation s'effectue dans des bacs de trempage et on échange l'eau toutes les quatre heures pendant un jour (trempages successifs). (**Siarc, 1995**).

III.9. Les facteurs qui influencent le temps de trempage

Le temps de trempage doit être fixé en tenant compte de certains facteurs. S'il est trop court les fruits auront un goût amer et s'il est trop long, les fruits risquent de s'abîmer et on aura des difficultés à obtenir l'acidité nécessaire. Donc, pour le trempage, on doit tenir compte :

- du degré de maturité
- de la température ambiante
- de la concentration de la solution utilisée

III.10. Origine de la bio contamination

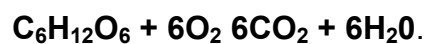
Elle peut-être provoquée par la flore libre de l'atmosphère ou par les transformateurs dans leurs activités polluantes. Les ingrédients peuvent apporter aussi des microorganismes latents qui n'attendent que les actions d'altération du produit.

Le couple humidité / chaleur sont favorables au développement des moisissures et des levures dans le produit emballé en cas où le remplissage et la fermeture font défaut.

III.11. Action des micro-organismes

III.11.1. Les champignons microscopiques

Les champignons microscopiques, comme leur nom l'indique, sont des éléments microscopiques non photosynthétiques, leur énergie provient de l'oxydation des composés chimiques organiques (fructose, mannose et le glucose) en présence d'oxygène conduisant à la formation de gaz carbonique et de l'eau suivant cette réaction :



Le métabolisme fermentaire conduit à la formation d'éthanol ($2\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) et du CO_2 . Les champignons non toxiques modifient le goût et l'aspect du produit le rendant impropre à la consommation. Ils sont de deux types : les moisissures, qui se développent à la surface des aliments en présence de l'oxygène, comme une sorte de mousse répartie en taches veloutées ou en poches déliquescents et les levures qui se multiplient à l'intérieur du produit et provoquent la fermentation. Les levures sont à l'origine de la fermentation d'alcool ou d'acide dans les solutions sucrées (**Poulard, 1989**).

D'une manière générale, pour lutter efficacement contre les levures et les moisissures dans les IAA, on peut utiliser divers moyens de traitement appliqué directement ou indirectement sur les aliments pour limiter les sources de contamination. (**Poulard, 1989**), a énuméré les moyens suivants :

- Stérilisation par la chaleur
- Utilisation de chlrox
- Utilisation du froid
- Modification de l'acidité
- Ajout de conservateurs chimiques.

III.11.2. Conditions nécessaires à la vie et à la multiplication des levures et des moisissures

Plus les conditions du milieu sont favorables à leur vie, plus ils sont nombreux et se reproduisent vite, plus l'aliment se dégrade rapidement. Les caractéristiques physico-chimiques du produit et les conditions dans lesquelles il est conservé, déterminent la vitesse à la quelle ces microorganismes vont se multiplier.

Pour le pH, les milieux neutres (pH =7) sont les plus propices à la croissance de ces microorganismes. Si le nombre d'espèces qui survivent en milieu acide est réduit, les moisissures très résistantes peuvent se développer au pH compris entre 2 et 9 et les levures entre pH 2.5 et 8.5. Les bactéries sont plus exigeantes, on les retrouve dans les produits transformés dont le pH est plus élevé comme les *Clostridium botulinum* responsables des intoxications alimentaires mortelles (TIM)

Les levures se développent à une $a_w = 0.88$ et les moisissures à une $a_w = 0.80$. (Bourgeois, 1991).

Il est donc obligatoire de faire suivre aux confitures préparées et emballées la stérilisation et un conditionnement approprié.

III.11.3. Microflore aérobie mésophile totale

C'est l'ensemble de microorganismes aptes à se multiplier dans l'air aux températures moyennes, plus précisément ceux dont la température optimale de croissance se situe entre 25 et 40°C. Cet ensemble englobe les microorganismes pathogènes d'une part et divers organismes d'altération d'autre part. La conservation à basse température réduit leur importance sur le plan d'altération au profit des bactéries mésophiles (O'Connor-Shaw, 1994).

III.11.3.1. Valeur indicative de l'effectif de la microflore aérobie mésophile totale

On donne souvent à cette microflore une définition plus méthodologique : Ce sont des microorganismes aptes à donner naissance à des colonies visibles après trois (3) jours à 30°C sur une gélose pour dénombrement.

Sur le plan hygiénique il n'y a pas de corrélation étroite entre l'importance de la flore totale et la présence de microorganismes pathogènes dans le produit, mais selon Miskimin cité par Bourgeois, on peut en dire autant des résultats des autres tests et le dénombrement de la flore totale reste la meilleure méthode d'appréciation de la qualité microbiologique des aliments.

III.12. Les conservateurs généralement utilisés dans la conservation de la confiture

Il existe de nombreux conservateurs, utilisables dans les produits alimentaires en accord avec les lois internationales de protection des consommateurs. Chacun d'entre eux est spécifique par rapport à tel ou tel type de micro-organisme. On ne doit pas dépasser les doses maximales autorisées afin de garantir la sécurité des consommateurs.

Tableau n° 11 : Les conservateurs généralement utilisés ainsi que leur dose maximale (Francois, 1995).

| Conservateur | Efficacité (zone de pH) | Dose maximale | Microorganisme dont la croissance est inhibé |
|------------------------------------|----------------------------|---------------|--|
| Acide benzoïque/ Benzoate de Na | 2.5 -4 | 0.05 % | Levures et bactéries |
| Métabisufite de Na ou de K | 2.5-5 | 0.1 % | Moisissures et bactéries |

III.13. Valeur Alimentaire de la confiture

La confiture est composée de deux éléments clés : les fruits et les sucres. Les confitures jouent un rôle significatif dans l'alimentation des adultes et des enfants notamment dans le premier repas du jour, le petit déjeuner.

Le sucre constitue la part la plus importante de la valeur énergétique de cet aliment : 63 - 70 %. Sa digestion est facilitée par le fait qu'une seule diastase : saccharase (sécrétée par le sucre de l'estomac transforme le saccharose en glucose et fructose). Les fruits apportent 10-15 % de cellulose brute, des éléments minéraux, des matières pectiques, des acides organiques (citrique, malique ou tartrique) à l'état de trace. 100 grammes de confiture apportent 260 - 285 calories (Roux, 1994).

III.14. Matériau d'emballage de la confiture

Une fois la cuisson terminée, le produit doit être emballé à chaud aussi tôt que possible. Le matériel le plus couramment utilisé est le verre. L'emballage a plusieurs fonctions (Bidault, 1984).

- Informer le consommateur
- faciliter sa manipulation

- Protéger le produit

III.14.1-Le verre et ses propriétés

Le verre est l'un des plus anciens parmi les matériaux utilisés dans la confection des récipients destinés à la conservation des denrées alimentaires. Toutefois, le bois et la peau d'animaux l'ont précédé. Ce n'est qu'au XIX^e qu'a débuté la fabrication automatique de récipient de verre pour certains produits alimentaires et il n'y a eu environ qu'une cinquantaine d'années qu'a commencé la mise au point des bouchages dont on dispose aujourd'hui (**Cheftel, 1990**).

Le verre est un silicate complexe, composé essentiellement de silice (SiO_2), d'oxyde de sodium (Na_2O) et d'oxyde de calcium (CaO). Il possède une haute stabilité thermique, chimique, lumineuse et ses propriétés mécaniques ne sont pas modifiées par le vieillissement (**Brun et al., 1983**).

L'inertie du verre n'est pas absolue, mais les phénomènes d'interface conduisent à des migrations toujours inférieures à la limite admissible soit 60 ppm ou 100 mg/dm².

Thermiquement le verre est stable au deux sens du terme. D'une part, les phénomènes restent très faibles à température ordinaire. D'autre part, l'emballage n'est pas modifié par des séjours à basse température (-20°C) ou à haute température (60°C). Les propriétés de durabilité et de non déformabilité sont bien connues.

Le verre est imperméable aux gaz, aux vapeurs et aux liquides ; cependant, la migration n'est pas mesurable par les méthodes les plus fines. Sa structure empêche aussi la migration des micro-organismes. Il ne possède pas d'odeurs et ne transmet pas celle du milieu environnant.

Le verre peut être aussi une barrière vis - à - vis des rayons lumineux nocifs pour le contenu ; sa couleur et son spectre d'absorption peuvent être adaptés au contenu (**Roux, 1994**).

III.15.La formulation de confiture

Ont été élaborées en vue d'étudier l'effet du sel sur la désamérisation et celui de la pectine sur les différents paramètres de qualité du produit fini.

III.15.1. Dispositif expérimental

La fabrication de confiture d'agrumes exige une suite d'étapes commençant par les opérations préliminaires jusqu'à la cuisson. L'une des opérations jugées très importante est la désamérisation qui consiste à enlever l'amertume du mésocarpe.

Pour cette opération, le sel est utilisé comme élément moteur. Pour maintenir une bonne gélification de la confiture, en plus de la pectine contenue naturellement dans le mésocarpe, l'apport de pectine industrielle a été fait au cours de la cuisson. En suite, les autres ingrédients entrant dans la fabrication du produit fini, sucre, eau, mésocarpe ont été pris en compte.

Un dispositif permettant d'étudier l'effet de trois doses de sel sur la désamérisation ainsi que celui de trois doses de pectine industrielle ajoutée en fin de cuisson a été mis en place.

III.15.1. 1. Etude de l'effet du sel sur la désamérisation

Le rôle du sel consiste à enlever les substances oleuropéines qui confèrent le goût amer au blanc. Pendant l'expérience, le sel a été utilisé lors du préchauffage de l'albédo (blanc) et en suite au cours du trempage.

Les différentes doses de sel qui ont été utilisées par rapport au poids du mésocarpe sont : 0.75, 1.25 et 1.75 %.

III.15.1. 2. Etude de l'effet de la pectine sur le produit fini

La pectine est l'élément moteur dans la formation du gel (gélification). La gélification a un rôle important sur la qualité du produit. Elle le protège contre la migration des microbes et lui confère un bon attrait visuel.

Pour l'expérience, les doses de pectines varient de 0.40, 0.60, 0.80 %. Ces doses ont été fixées à partir des données de littérature suivies des calculs.

III.15.2. Opérations préliminaires amenant à la mise au point des échantillons de confiture (Triage, Lavage, Epluchage)

Les fruits ont été triés pour éliminer les fruits impropres à la transformation puis lavés à grande eau pour enlever les impuretés. Les fruits lavés ont été par la suite divisés en trois lots de 70 fruits chacun. A l'aide d'une balance de marque DETECTO et de capacité 10 kg, les fruits ont été pesés puis épluchés pour avoir le mésocarpe (albédo).

Une fois le mésocarpe enlevé du fruit, l'extraction du jus a été faite avec de presse-agrumes. Le jus a donc été tamisé ensuite puis conservé dans des gallons au réfrigérateur pour être utilisé lors de la mise au point des produits.

III.15.3.Désamérisation du blanc

Le sel, la chaleur et l'eau sont considérés comme des éléments moteurs dans cette opération. Dans le cadre de cette étude le facteur sel était variable, trois (3) taux de sel ont été fixés au cours de cette opération. Ils correspondent aux trois (3) pourcentages (0.75, 1.25, 1.75%) de sel pris en fonction du poids du mésocarpe. Chaque lot a été traité avec un pourcentage de sel. Neuf (9) récipients servaient au trempage des sous lots.

Le mésocarpe est ensuite préchauffé avec le sel dans des marmites en Inox pendant cinq (5) minutes après ébullition. L'eau chaude est versée dans des conduits et ensuite remplacé par de l'eau froide avec l'ajout de sel pour le trempage (3 fois à intervalle de 4 heures).

Pour le trempage, les morceaux sont immergés dans l'eau. Une fois que l'amertume n'est plus observée dans le mésocarpe, l'eau du trempage est versés, les quartiers sont nettoyés et coupés en petits morceaux de 8 x 6 cm. Ensuite, les fruits sont passés au presto (marmite à pression) pour attendrir les morceaux.

III.15.4.Les formulations (% sucre, pectine, eau, fruits)

Pour la mise au point des échantillons, les paramètres suivants ont été pris en compte :

- La teneur initiale des fruits en pectine
- L'acidité initiale du blanc
- La dégradation de la pectine du fruit (blanc) au cours de la cuisson
- Les normes (pH, °Brix) admises pour les confitures en général
- La teneur initiale en eau du blanc après la désamérisation

Ensuite, des valeurs approximatives pour chaque ingrédient ont été donc déterminées. Pour les pourcentages de pectine, ils sont déterminés à partir des calculs.

Au cours des formulations, les ingrédients : sucre, eau, fruit, acide, arôme, entrant dans la fabrication du produit ont été fixés et d'autres ingrédients (pectine industrielle) ont été variés. Cette étape était importante pour la réalisation des différents spécimens de confiture.

Chaque sous lot traité avec des pourcentages de sel différents est sujet à quatre (4) doses de pectine différentes : 0, 0.40, 0.60, 0.80 % calculés par rapport au poids du mésocarpe. La dose 0% correspond à la pectine naturelle initialement dans les fruits sans l'ajout de pectine industrielle. Pour chaque formulation on a utilisé :

500 grammes de mésocarpe

620 grammes de sucre

100 ml. jus d'agrumes

750ml d'eau

Variation des doses de pectine apportée (0, 2, 3, 4 grammes correspondant aux pourcentages sus - mentionnés)

III.15.5.Cuisson

L'opération de cuisson a été réalisée dans des marmites à cuisson en acier Inox. Le blanc (mésocarpe) a été chauffé dans du sirop de sucre pour être cuit.

Le sirop de sucre est préparé et versé dans des récipients de cuisson, puis les fruits ont été ajoutés. Au départ on part d'un feu doux pour faciliter la pénétration du sucre dans les fruits. On augmente l'intensité du feu tout en agitant le mélange avec une cuillère pour éviter la caramélisation du produit.

Au cours de l'ébullition, la température a été contrôlée à l'aide d'un thermomètre et la mesure de la concentration en sucre. Cette dernière est arrêtée quand la concentration atteint (64 - 65⁰Brix) à l'aide d'un réfractomètre de marque Leica 10432, 44 -77⁰ Brix.

Le jus d'agrumes est ajouté en fin de cuisson ainsi que la pectine. Le pH a été déterminé à l'aide d'un pH-mètre de marque CORNING.

III.15.6. Mise en pots

Elle a été faite de façon manuelle avec une petite cuillère et à chaud (Température 96-98⁰C). On a pris le soin d'éliminer les bulles d'air à l'intérieur du bocal qui, non seulement sont des réservoirs éventuels de microorganismes (levures et moisissures), mais aussi tendent à rendre le produit moins attrayant. Les bocaux ont été fermés hermétiquement à la main.

III.15.7.Codage

Pour faciliter l'identification des échantillons après la stérilisation et les prochaines étapes de l'étude, les notations A, B, C sont utilisées pour désigner les lots 1, 2, 3. Les lettres D, E, F désignent les pourcentages (%) de sel respectivement 0.75, 1.25, 1.75%. De même, G1, G2, G3 les pourcentages de pectine (0.40, 0.60, 0.80). Ainsi, le code AEG1 signifie confiture de lot A traitée avec 1,25 % de sel et l'ajout de 0.40 % de pectine.

III.15.8. Post-Stérilisation

Les bocaux bouchés sont ensuite introduits dans un presto puis enfermés pour la stérilisation à une température de 100 ⁰C. Cette opération a duré 10 minutes après l'ébullition. Quoique la post-stérilisation agisse sur le goût du produit fini, le soin nécessaire a été porté pour éviter une prolongation de la durée de l'opération.

III.15.9. Refroidissement

Dans des cuvettes munies d'eau froide le refroidissement a été fait. Les bocaux ont été plongés dans de l'eau et l'eau tiède a été remplacée tout à coup par de l'eau froide. Le refroidissement rapide consiste à éviter la poursuite de la cuisson de la confiture à l'intérieur des bocaux qui aura pour conséquence la dégradation de la pectine.

III.15.10. Mise des Seals (Scellage des bocaux)

Après avoir été essuyés avec des torchons, à l'aide d'un sealer (un appareil électrique), des seals (protection plastique) ont été mis aux bouchons des bocaux remplis pour rompre tout contact du produit avec l'extérieur évitant ainsi toute contamination microbienne. Cette opération une fois terminée, les bocaux sont prêts pour le stockage dans des boites en carton à la température ambiante de la salle (30°C environs).

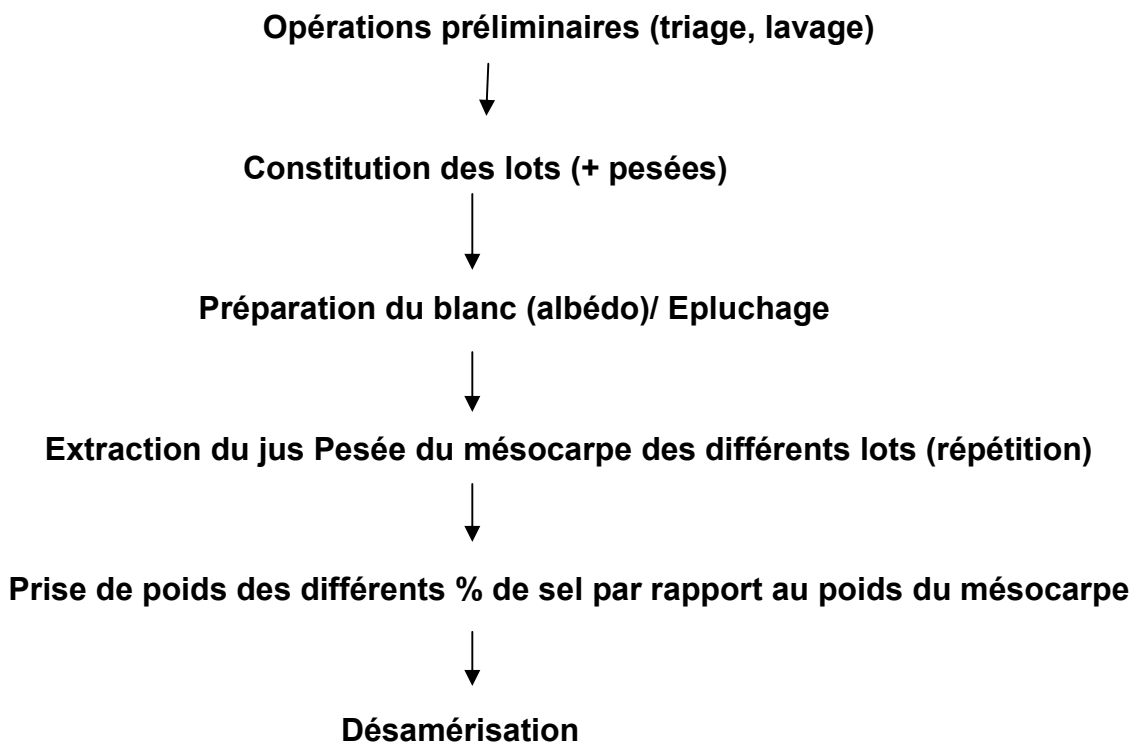


Figure 12 : Fiche synthétique du procédé de fabrication de la confiture d'agrumes.

1^oétape :

- Préchauffage des différents lots (eau +% sel)

2^o étapes :

- Rejet de l'eau Trempage dans des cuves (trois changements d'eau) (Intervalle 4 heures).

3^o étapes :

- Nettoyage / Standardisation des morceaux

4^o étapes :

- Passage au presto (Raffiner le blanc)
- Préparation du sirop de sucre
- Formulation (% sucre, pectine, eau,...)
- Cuisson (mélange fruit + sirop)
- Ajout d'arome
- Mesure de pH, de Température
- Ajout de pectine et d'Acide en fin de cuisson
- Mesure de °Brix Remplissage à chaud Codage
- Sceller les bouchons Refroidissement
- Post - Stérilisation des bocaux
- Stockage

III.16. Influence du sel sur la texture du mésocarpe pendant l'opération de désamerisation, sur la couleur et le goût du produit après la cuisson.

Le sel agit pendant le trempage sur le mésocarpe en le rendant plus ou moins apte à l'opération de nettoyage. En effet, on a constaté que le blanc traité avec le plus fort pourcentage de sel reste plus ferme ce qui facilite l'opération de découpage des morceaux et l'enlèvement des fibres avant le passage au presto.

Le sel exerce une certaine influence sur la couleur ; en effet, le mésocarpe qui présentait une couleur blanche donne après le trempage une couleur légèrement jaunâtre. Lors de la dégustation, les spécimens élaborés avec le plus faible pourcentage de sel lors de la désamerisation laissent un léger goût amer dans la bouche. Il en est de même pour la couleur ; dès la préparation du mésocarpe pour la cuisson et la fin de la cuisson, une variation au niveau de la couleur a été observée entre les lots. Plus le pourcentage de sel est élevé, plus la couleur du produit est prononcée.

I. Matériel et méthode

I.1. Matériel

L'objectif du travail est de formuler une confiture à base de lait de vache enrichie en pectine d'agrumes au sein de l'unité « sicam » et de contrôler les paramètres physico-chimique et microbiologiques des matières premières et du produit fini (confiture).

Le contrôle micro biologique et quelques analyses physico-chimiques ont été effectués au laboratoire de l'unité Sicam qui utilise des techniques de routine à savoir : détermination de l'acidité, la matière grasse, taux de cendres, l'humidité et la densité, degré Brix etc.

La pectine utilisée pour la préparation de la confiture au sein de l'unité « sicam » est la pectine industrielle ainsi que le lait de vache à l'origine de l'unité « beni tamou ».

Le matériel utilisé pour les analyses physico-chimiques est le matériel ordinaire de laboratoire de chimie et de biochimie. Pour les analyses microbiologiques, le matériel utilisé est celui qui permet d'obtenir des conditions les plus favorables d'hygiène et d'asepsie. (Voir annexes 1).

I.2. Méthodes

I.2.1. Echantonnage et prélèvement des matières premières

La bonne conduite des prélèvements et de l'échantonnage est indispensable pour la bonne qualité des résultats d'analyses. A cet effet, on se trouve face à deux soucis :

- D'avoir un prélèvement représentatif du lot étudié ;
- Bactériologique pour ne pas apporter des micro-organismes étrangers.

Le prélèvement de différentes matières premières (sel, bicarbonate de sodium, vanille et la pectine d'agrumes) a été réalisé au niveau de magasin de stockage.

I.2.1.1. Techniques de prélèvement

- **Prélèvement de sel, bicarbonate de sodium, vanille et la pectine d'agrumes**

Le prélèvement doit s'effectuer dans les conditions les plus stériles possibles, pour cela il ne doit pas y avoir du bruit ni circulation de chariots. Afin d'éviter une contamination ultérieure ou la perturbation du personnel qui réalise le prélèvement.

Au niveau du magasin de stockage de l'unité (sicam), trois différents sacs d'un même lot ont été prélevés d'une manière aléatoire puis sont ouverts un par un à l'aide d'un ciseau (bien nettoyé à l'alcool et flambé), et après écartement à chaque fois de la couche superficielle au moyen d'une spatule stérilisée par flambage des prises d'essais d'environ 100 g chacune sont prélevées.

Ces dernières, placées dans des boîtes de pétri stériles, seront enveloppées dans un sachet en plastique stérile et transférées au laboratoire pour analyse microbiologique. La caractérisation physico-chimique se fait après quelques heures (pas plus de 24 h), pour cela, on doit envelopper les prélèvements dans du papier aluminium pour protéger le contenu contre la lumière.

I.2.2. Analyses organoleptiques et physico-chimiques de la pectine d'agrumes

I.2.2.1. Analyses organoleptiques

Ce sont toutes les propriétés mettant en jeu des récepteurs sensoriels et qui définissent l'ensemble des caractéristiques sensibles, visuelles et olfactives.

- L'apparence: c'est l'examen visuel, toujours réalisé en premier, il définit la forme, la couleur et la limpidité.
- La saveur: relevant de l'odorat et le goût (arôme, saveur) (**Adrian et Rabache, 1985**).

I.2.2.2. Origine de la pectine d'agrumes

- L'origine de la pectine: *Citrus sinensis*

a) Les propriétés organoleptiques de la pectine Industrielle

La pectine utilisée, elle a des propriétés organoleptiques suivantes :

- ❖ Aspect : poudre fine
- ❖ Couleur : jaunâtre (beige)
- ❖ Odeur : inodore
- ❖ Composition / étiquetage : Pectine de fruits fortement estérifiée : E440. Produit standardisé par ajout de sucres.



Figure 13: pectine d'agrumes.

I.2.2.3. Analyses physico-chimique

a) Détermination du taux d'humidité

L'humidité est la quantité d'eau physiosorbée sur la surface d'un solide adsorbant (Drilleau, 1988).

❖ **Mode opératoire (Alexander et Suleble, 1980)**

Placer dans l'étuve à 60°C une masse de pectine, sécher pendant 3 à 5 heures jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

Le taux d'humidité est donné par la formule suivante:

$$H\% = \frac{M_0 - M_1}{M_1} \times 100$$

M₀: la masse initiale de la pectine (avant séchage) en g.

M₁: la masse finale de la pectine (après séchage) en g.

b) Détermination du taux de cendres

Le taux de cendres correspond aux résidus blanchâtres résultants d'une incinération de l'échantillon analysé (la pectine). C'est un paramètre très important pour la détermination de la pureté des pectines.

❖ **Mode opératoire (Alexander et Sulebele, 1980)**

Introduire dans un creust(capsule) préalablement taré une quantité de pectine, puis incinérer sur un bec benzène durant 30 min et mettre dans un four à moufle à une température de 600°C pendant 4 heures, refroidir ensuite dans un dessiccateur et peser.

Le taux de cendres est calculé par la formule suivante:

$$C\% = \frac{M_1}{M_0} \times 100$$

M_0 : la masse initiale de la pectine (avant incinération) en g.

M_1 : la masse finale de la pectine (après incinération) en g.

C) Détermination de la teneur en méthoxyls

La détermination du pourcentage des groupements méthoxyls est utilisée pour déterminer le nombre de groupements carboxyles estérifiés par le méthanol.

❖ Mode opératoire (Cready, 1970)

- Humidifier une masse de pectine (0.5 g) avec 5 ml d'éthanol avec l'addition de 100 ml d'eau distillé, 1 g de NaCl et 6 gouttes du rouge de phénol, s'assurer de la dissolution complète des pectines.
- Titrer lentement le mélange avec NaOH (0.1 N) jusqu'au virage de l'indicateur vers le rose (pH= 7.5), la couleur de la solution doit persister au moins 30 secondes.
- Ajouter à la solution neutre préparée, 25 ml de NaOH (0.25 N) sous agitation continue puis laisser reposer pendant 30 min, ajouter 25 ml d'HCL (0.25 N) plus quelques gouttes de l'indicateur coloré (rouge de phénol).
- Titrer la solution obtenue avec NaOH (0.1 N) jusqu'au virage de l'indicateur vers le rose.

Le pourcentage des groupements méthoxyls est calculé selon la formule suivante :

$$MeO\% = \frac{\text{meq de NaOH (0.1N)} \times p}{p_0} \times 100$$

p_0 : poids de la prise (en mg).

meq : la masse équivalente de NaOH (0.1N) du volume de titration.

p : poids moléculaire de $CH_3 O$ (31 g/mole).

D) Détermination de la teneur en acide galacturonique

Le dosage des acides uroniques a été effectuée à l'aide des procédés colorimétriques.

❖ Principe

Le principe des dosages colorimétriques des acides uroniques repose sur la condensation des dérivés du furfural (acide 5 formyle furoïque), formés par chauffage en milieu acide, avec des produits divers dont les plus utilisés sont : le carbazole, le méthahydroxydiphényl, l'arminine et l'indol.

Le carbazole (dibenzopyrrolle) utilisé dans notre expérimentation, donne avec les acides galacturoniques en milieu sulfurique et à chaud, une coloration rose violacée spécifique (**Deyemie et al ; 1981**).

❖ Mode opératoire (**Deyemie et al ; 1981**).

- Verser dans un tube à essai 1 ml de la solution pectique à 0.35%.
- Saponifier avec 1 ml de NaOH (0.05 N) pendant 30 min à une température ambiante.
- Ajouter à l'aide d'une bruvette 6 ml d'acide sulfurique (H_2SO_4) concentré lentement et régulièrement le long des parois des tubes plongeant dans la glace fondante et sous agitation.
- Maintenir le mélange au Bain-marie bouillant pendant 20 min, puis refroidir rapidement les tubes dans un bain glacé.
- Ajouter 0.2 ml de la solution du carbazole préparée ultérieurement et agiter soigneusement le mélange. Laisser reposer 25 min à l'obscurité.

Les absorbances sont déterminées à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible à une longueur d'onde de 530 nm.

La teneur en acide galacturonique est déterminée à l'aide de la courbe d'étalonnage.

Remarque

Le blanc subit le même traitement sauf qu'il lui est ajouté 1 ml de NaOH (0.125N) au lieu du carbazole.

La teneur en AGA est calculée par la formule suivante (**Thibault, 1979**) :

$$\mathbf{AGA\% = \frac{m}{M} \times f \times 0,91 \times 100}$$

m = poids en μg d'AGA relevé sur la courbe d'étalonnage.

M : poids en μg de l'échantillon analysé.

f : facteur de dilution de l'échantillon.

0,91 : facteur de conversion de l'acide galacturonique anhydre en acide galacturoïque hydrate.

E) Détermination du degré de méthylation (DM)

Le degré de méthylation représente le pourcentage des fonctions acides estérifiées par le méthanol.

Le DM est donné par la formule suivante (**Souty et al ; 1981**).

$$\mathbf{DM = \frac{176}{31} \times \frac{(\text{MeO})}{(\text{AGA})} \times 100}$$

176 : poids moléculaire de l'acide galacturonique.

31 : poids moléculaire du CH_3O .

MeO : teneur en groupes méthoxyles.

AGA : teneur en acide galacturonique.

F) Détermination de la viscosité intrinsèque et du poids moléculaire

La viscosité des substances pectiques, qui sont des macromolécules, est une fonction de leur concentration $[C]$ et de leur masse moléculaire (**Thibault, 1980**).

Pour calculer la viscosité intrinsèque on établit la courbe de la viscosité réduite η_{re} en fonction de la concentration. La viscosité intrinsèque est donnée par la valeur en ordonnées du point d'intersection des 2 droites (**Martine et Seiller, 1999**).

La viscosité réduite est déterminée par la méthode physique basée sur l'utilisation du viscosimètre à tube capillaire d'Ubbelohde.

❖ Mode opératoire (Lorient et al ; 1988)

Préparer une solution aqueuse **A** de 500 ml à :

| | | |
|-----------------|---|--|
| 0.155 M de NaCl | } | Quantité suffisante pour 500 ml avec H ₂ O Distillé |
| Et | | |
| 0.055 M d'EDTA | | |

Préparer une solution pectique à 0,2% en utilisant la solution **A** ; c'est la solution mère à partir de laquelle on prépare une série de dilutions : 0.15%, 0.10% et 0.05%.

Régler la température du viscosimètre à $30 \pm 0,1^\circ\text{C}$, puis verser dans le tube capillaire 15 ml de la solution **A** et calculer le temps d'écoulement qui correspond au passage du ménisque de M_1 à M_2 . La solution mère et les dilutions subissent la même opération.

La viscosité réduite η_{re} (dl/g) est calculée par la relation suivante :

$$\eta_{re} = \frac{t - t_0}{t_0 \times [C]}$$

t_0 : temps d'écoulement du solvant (A) dans le tube capillaire(en s).

t : temps d'écoulement de solution d'échantillon (en s).

[C] : la concentration de l'échantillon (g/dl).

La viscosité intrinsèque η_i est liée à la masse moléculaire moyenne viscosimétrique (M_v) par la relation de Mark-Houwink :

$$[\eta] = K \times M_v^a$$

Donc le poids moléculaire est calculé comme suit :

$$M = a \times \sqrt{\frac{[\eta]}{k}}$$

Où **K** et **a** sont des constantes qui dépendent u solvant, du polymère et de température. Dans le cas de la pectine : $a=1.34$ et $K=1.4 \cdot 10^{-6}$ (**Nicholas et Cheremisinoff, 1989**).

G) Détermination du pouvoir gélifiant

La méthode utilisée pour la détermination du pouvoir gélifiant est celle de **Jacovliv(1947)** qui est basée sur la détermination visuelle d'une gélification limite en tube de verre transparent (**Açourene, 1985**).

❖ Mode opératoire (**Açourene, 1985**)

- Préparer un sirop de sucre acidulé contenant 600 g de saccharose et 20 g d'acide tartrique par litre, à une température maximale de 50°C.
- Préparer le réactif avec 2 volumes du sirop refroidi et 1 volume de méthanol.
- Verser dans 4 tubes en verre, des volumes connus des solutions contenant le réactif, l'eau et l'extrait pectique à tester.
- Agiter et placer les tubes dans un Bain-marie à 15°C pendant 30 min.

Les gelées formées sont estimées en plaçant le tube à examiner presque horizontalement avec une légère pente vers l'orifice.

La composition des tubes à tester est indiquée dans le tableau suivant :

Tableau n° 12: Composition des tubes à tester

| Tube | Composition |
|-------------|---|
| 1 | 30 ml de réactif 2 ml d'eau 8 ml d'extrait pectique |
| 2 | 30 ml de réactif 2,5 ml d'eau 7,5 ml d'extrait pectique |
| 3 | 30 ml de réactif 3 ml d'eau 7 ml d'extrait pectique |
| 4 | 30 ml de réactif 3,5 ml d'eau 6,5 ml d'extrait pectique |

Le grade de Jacovliv du pouvoir gélifiant des pectines sera égale à :

$$\frac{10}{n}$$

(Açourene, 1985).

n : le nombre de ml de l'extrait pectique nécessaire pour produire la gélification limite.

I.2.3. Analyses physico-chimiques du lait de vache

a) Détermination de l'acidité titrable du lait ((AFNOR, 1986)

L'acidité titrable du lait est la quantité d'acide lactique libérée par transformation du lactose en acide lactique en présence des bactéries lactiques.

❖ **Principe**

Le principe repose sur le titrage de l'acidité lactique par une solution alcaline (NaOH 0,11 mole/l) en présence d'un indicateur de couleur qui est la phénophtaléine.

Le résultat est exprimé en degré Dornic (°D). 1°D correspond à 0,1 g/l d'acide lactique.

❖ **Mode opératoire**

A l'aide d'une pipette de 10 ml, on prélève 10 ml d'échantillon à analyse, on ajoute deux gouttes de phénophtaléine puis on titre avec la soude N/9 jusqu'au virage de l'indicateur au rose clair qui persiste 10 secondes.

❖ **Calcul et expression des résultats**

$$\text{Acidité} = 10 \cdot V \text{ (°D)}$$

V : nombre de millilitre de soude consommé.

b) Détermination de la densité du lait ((AFNOR, 1986)

La masse volumique à 20°C ou la densité d'un corps liquide est égale au rapport de la masse d'un certain volume du corps sur la masse d'un même volume d'eau à 4°C. Elle s'exprime en Kg/m³, comme par un nombre décimal sans unité.

❖ **Principe**

Le principe c'est la détermination de la densité à l'aide d'un densimètre, ce dernier est un appareil utilisé pour la détermination de la densité du lait (lactodensimètre).

❖ **Mode opératoire**

Pour la détermination de la densité de notre lait tout d'abord on doit vérifier la température du lait qui doit être égale à 20°C, pour remplir notre éprouvette de façon inclinée afin d'éviter la formation de la mousse qui peut fausser la lecture (si la température est différente de 20°C, on doit consulter la forme de la correction).

On plonge notre lacto-densimètre dans le lait et on attend jusqu'au la stabilisation du dispositif, puis on lit directement la valeur trouvée.

Si la température **T lue** est inférieure à 20°C, la densité **D** sera égale à :

$$D = D \text{ lue} + 0,2 (T \text{ lue} - 20)$$

Si la température **T lue** est supérieur à 20°C, la densité **D** sera égale à :

$$D = D \text{ lue} - 0,2 (20 - T \text{ lue})$$

Avec : **0,2** est le coefficient de correction.

❖ **Calcul et expression des résultats**

On lit directement la valeur de l'intersection du lacto-densimètre avec le lait.

c) Détermination de potentiel d'hydrogène (AFNOR, 1986)

Le pH est le potentiel chimique des ions « H⁺ » dans une solution. Il est mesuré à l'aide d'un pH-mètre ; le pH-mètre est équipé d'une sonde de température et d'une sonde de pH. Cet équipement doit être étalonné chaque matin avant de commencer l'analyse.

❖ **Principe**

Le principe repose sur la différence de potentiel chimique existant entre une électrode de verre et une électrode de référence (Calomel-KCl) plongeant dans une même solution, est une fonction linéaire du pH de celle-ci. Selon les lois de **NERST**, le potentiel de l'électrode est lié à l'activité des ions « H⁰ ».

❖ **Mode opératoire**

On plonge les deux sondes de température et de pH à la fois dans l'échantillon à analyser « le lait », on attend jusqu'à la stabilité du pH et on lit la valeur affiché.

❖ **Calcul et expression des résultats**

Le pH est égale la valeur affichée sur le pH-mètre.

D) Détermination de la matière grasse dans le lait (Méthode de Gerber)

❖ Principe

Son principe est l'attaque du lait par l'acide sulfurique et séparation par centrifugation en présence d'alcool iso-amylique de la MG libérée.

❖ Mode opératoire

Dans un butyromètre on introduit 10 ml d'acide sulfurique en évitant de mouiller le col, puis on ajoute 11 ml de l'échantillon sans mouiller le col du butyromètre et on évitant un mélange prématuré du lait avec l'acide ;

On verse à la surface 1 ml d'alcool iso-amylique aussi sans mouiller le col en évitant de mélanger les liquides (si nécessaire essuyer le col du butyromètre), boucher avec soin ;

On agite le butyromètre avec précaution mais énergiquement et rapidement jusqu'à disparition des grumeaux ;

Après une bonne agitation, ne pas laisser refroidir le butyromètre (si nécessaire le réchauffer à 65°C dans le bain marie) ;

On ajuste le bouchon de manière à ce que le niveau liquide soit dans la partie supérieure de l'échelle graduée ;

On centrifuge cinq minutes y compris le temps nécessaire pour atteindre la vitesse requise ;

Après cinq minutes on plonge le butyromètre verticalement, bouchon en bas dans le bain marie et on laisse cinq minutes.

❖ Calcul et expression des résultats

On maintien le butyromètre verticalement et on ajuste avec le bouchon afin de coïncider phase lipidique avec une division et on fait la lecture rapidement. Le résultat est exprimé en pourcentage massique.

E) Détermination de l'extrait sec total du lait (EST)

Il existe deux méthodes :

➤ Détermination de l'extrait sec par la méthode officielle

L'extrait sec du produit, c'est le pourcentage des matières sèches existant dans le produit résultant de la dessiccation du lait.

❖ Principe

Le principe repose généralement sur la dessiccation du lait par évaporation de l'eau sous forme absorbé ou adsorbé et faire le pesage des résidus.

❖ Mode opératoire

Dans la coupelle d'aluminium séchée et tarée, peser 5 g de lait puis l'introduire dans l'étuve à 103°C pendant trois heures. Mettre ensuite la coupelle dans le dessiccateur en verre pendant 30 minutes avant pesée.

❖ Calcul et expression des résultats

L'extrait sec du lait est exprimé en pourcentage massique

$$\text{EST}(\%) = (M_1 - M_0) / (M_2 - M_0) \cdot 100$$

Où :

M₀ : la masse en gramme de la coupelle vide

M₁ : la masse en gramme de la coupelle et du résidu après dessiccateur

M₂ : la masse en gramme de la coupelle et de la prise d'essai.

➤ Détermination de l'extrait sec par la méthode de thermo-balance**➤ Principe**

Le principe repose sur l'évaporation de l'eau contenue au niveau de l'échantillon à analysé, sous l'effet d'une source de chaleur qui est dans ce cas de la lumière infrarouge.

❖ Mode opératoire

Dans la coupelle en aluminium séchée et tarée, on pèse 2 g ± 5 mg de produit à analyser, après étalement sur toute la surface de la coupelle en faisant attention de ne pas toucher les bords de la coupelle. La coupelle est mise dans l'appareil et ce dernier est mis en marche en baissant le couvercle et en appuyant sur Start.

❖ Lecture et expression des résultats

Après 19 minutes, un bip sonore indique la fin de l'opération de dessiccation, et le résultat s'affiche sur l'écran de l'appareil en pourcentage massique de matière sèche par rapport au total.

F) Détermination de l'extrait sec dégraissé du lait (ESD)

Il est calculé par la formule suivante

$$\text{ESD (\%)} = \text{EST} - \text{MG}$$

Avec :

ESD : extrait sec dégraissé

EST : extrais sec total

MG : matière grasse.

j) Détermination du taux de mouillage

Le mouillage est une fraude qui entraîne l'abaissement des teneurs en éléments constitutifs. On peut déterminer le taux de mouillage en appliquant la relation suivante :

$$\text{Mouillage [\%]} = \frac{\text{B} - \text{C}}{\text{B}} \times 100$$

B : extrait sec dégraissé en g/l de l'échantillon (pour un lait standard, l'extrait sec dégraissé est fixé à 87 g/l).

C : extrait sec dégraissé en g/l de l'échantillon à analyser.

I.2.4. Analyses physico-chimiques de sel, sucre, bicarbonate du sodium, la vanille

a) Détermination de l'acidité titrable

➤ Définition

L'acidité titrable du lait sec est le nombre de millilitres d'une solution d'hydroxyde de sodium à 0.1 mole/l nécessaire pour neutraliser jusqu'à pH=8.4 une solution de lait reconstitué correspondant à 1 g de solide non gras.

La quantité de solution d'hydroxyde de sodium nécessaire est fonction de la quantité de substances tampons présentes à l'état naturel dans le produit et de l'acidité ou de l'alcalinité apparue ou ajoutée.

Note

La teneur de l'échantillon en extrait sec non gras peut être calculée en soustrayant de 100 la teneur en matière grasse et la teneur en eau.

➤ Principe

C'est une réaction de neutralisation de l'acide lactique par la soude « NaOH N/9 » en présence de phénophtaléine.

➤ Mode opératoire

Dans un bêcher de 100 ml, peser (2 ± 0.002 g) de l'échantillon à analyser et ajouter 20 ml d'eau distillée, mélanger et laisser reposer environ 20 min, ensuite ajouter 2 à 3 gouttes du phénol phtaléine et procéder au titrage par la solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à l'aide de la burette jusqu'au virage au rose.

➤ Expression des résultats

L'acidité titrable est exprimée en gramme d'acide lactique par litre (degré Dornic), elle est donnée par la relation suivante :

Avec :

V : volume de la solution d'hydroxyde de sodium utilisé pour le titrage (ml).

A : acidité titrable en °D.

b) Détermination de la matière grasse (Méthode de Gerber)

Cette méthode permet de déterminer la matière grasse du lait reconstitué, servant à la préparation des dérivés laitiers, ainsi que le lait UHT.

➤ Principe

Son principe consiste à une dégradation du lait par l'acide sulfurique (0.1 N) (H_2SO_4) et séparation par centrifugation en présence d'alcool iso amylique de la matière grasse libérée.

➤ Mode opératoire

Dans un butyromètre on introduit 10 ml d'acide sulfurique $d=1.825$ en évitant de mouiller le col, puis on ajoute 10 ml de l'eau distillée plus 2.5 g de l'échantillon sans mouiller le col du butyromètre et en évitant un mélange prématuré du lait avec l'acide. On verse à la surface 1 ml d'alcool iso amylique aussi sans mouiller le col en évitant de mélanger les liquides (si nécessaire essuyer le col de butyromètre), bouché avec soin.

On agite le butyromètre avec précaution mais énergiquement et rapidement jusqu'à disparition des grumeaux. Après une bonne agitation, ne pas laisser refroidir le butyromètre (si nécessaire le réchauffer à 65 C° dans le bain-marie). On ajuste le bouchon de manière que le niveau liquide soit dans la partie supérieure de l'échelle graduée, on centrifuge à 1500 T/min pendant 5 min y compris le temps nécessaire pour atteindre la vitesse requise. Après 5 min, on plonge le butyromètre verticalement, bouchon en bas dans le bain-marie et on le laisse 5 min.

➤ Expression des résultats

On maintient le butyromètre verticalement et on ajuste avec le bouchon afin de coïncider la phase lipidique avec une division et on fait la lecture rapidement. Le résultat est exprimé en pourcentage massique.

Selon **NF-V04-210** : La matière grasse dissociée est moins dense, elle rassemble en une couche claire et transparente, visible pour une lecture directe sur l'échelle du butyromètre.

Le pourcentage de la matière grasse en masse de produit est donné par la formulation suivante :

$$MG=n_1-n_2$$

Avec :

n_1 : représente la valeur atteinte par le niveau inférieur de la colonne grasse.

n_2 : représente la valeur atteinte par le niveau supérieur de la colonne grasse.

-La teneur en matière grasse est exprimée en pourcentage ou en g/l.

c) Détermination du pH (AFNOR, 1986)

La mesure du pH se fait directement à l'aide d'un pH mètre suivant les étapes :

- Régler le correcteur de température à celle du produit ;
- Etalonner le pH mètre en plongeant l'électrode en verre dans une solution tampon ;
- Introduire directement dans le produit ;
- Lire directement le résultat sur le cadran du pH mètre.
-

d) Détermination de l'humidité (ISO 9001)

On entend par taux d'humidité du produit à analyser la perte de masse de produit, lorsqu'il est soumis à la dessiccation suivant le mode opératoire qui suit, il exprimé en pourcentage.

➤ Principe

Il repose sur l'élimination de la matière sèche contenue dans le produit à analyser, sous l'effet d'une source de chaleur, qui est dans ce cas la lumière infrarouge.

➤ Mode opératoire

Dans la coupelle en aluminium séché et tarée, on pèse 2 g de produit à analyser. Après étalement sur toute la surface de la coupelle en faisant attention de ne pas toucher ses bords, la coupelle est mise dans le dessiccateur.

➤ Lecture et expression des résultats

Après 20 min, un bip sonore indique la fin de l'opération de dessiccation et le résultat s'affiche sur le cadran de l'appareil en pourcentage massique de matière

sèche, noter la valeur affichée sur le cadran de l'appareil qui correspond à l'extrait sec total (**EST**).

Le pourcentage d'humidité de l'échantillon à analyser est calculé par la formule suivante :

$$H (\%) = 100 - EST$$

Avec :

EST : l'extrait sec total en pourcentage massique.

I.2.5. Analyses physico-chimiques de la confiture (produit fini)

I.2.5.1. Détermination du degré Brix (⁰Bx)

Le degré Brix mesure le taux de matières sèches solubles contenues dans une solution sucrée. Il est déterminé avec **un réfractomètre**. Trois mois après la mise au point des échantillons, le paramètre ⁰Bx a été déterminé une nouvelle fois pour les différents échantillons.

A l'aide d'un réfractomètre électronique de marque Fisher et modèle SERIAL, la concentration en sucre a été déterminée.

Une goutte de sirop filtré dans du papier absorbant a été déposée sur la lame du réfractomètre munie d'un prisme en dessus.

- **Lecture**

A travers le prisme on a fait la lecture sur la règle graduée située au fond de l'appareil et éclairée avec la lampe électrique.

I.2.5.2. Détermination du pH

Pour déterminer le pH, un pH-mètre électronique de marque CORNING a été utilisé.

L'électrode était trempée dans la solution de confiture à analyser après l'avoir calibré avec des solutions tampons de pH (4) et (7).

- **Lecture**

On obtient une lecture directe du pH.

I.2.5.3. Dosage de l'acidité totale

Elle correspond à l'ensemble de substances volatiles ou fixes à réaction acide contenues dans la confiture.

➤ **Principe**

Pour évaluer leur concentration, une base (NaOH 0.1N) a été agitée sur la solution de confiture préparée (100ml) selon le principe qu'un équivalent base neutralise un équivalent acide en présence de phénol phtaléine.

Elle est exprimée en meq ou mg d'acide citrique / 100 g de produit.

I.2.5.4. Dosage des sucres totaux et des sucres réducteurs

➤ **Principe**

Le dosage par la méthode chimique se base sur le principe de la réduction du cuivre de CuSO_4 en milieu alcalin et l'oxyde de cuivre Cu_2O formé est ensuite oxydé par l'iode naissant se dégageant d'une solution d'iodure et d'iodate de potassium en milieu sulfurique.

➤ **Mode opératoire**

On titre l'iode en excès par du thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon après une première hydrolyse (sucres réducteurs) et une deuxième hydrolyse (sucres totaux).

Pour doser la totalité de sucres on les rend tous réducteurs, c'est à dire qu'on hydrolyse le saccharose en glucose et en fructose, eux-mêmes sucres réducteurs.

a) Sucre non réducteur

Pour les sucres non réducteurs, le dosage a été fait par la méthode polarimétrique (au moyen d'un polarimètre) et les sucres totaux par la méthode chimique et à partir de la formule :

$$\text{Sucres totaux} = \text{sucres réducteurs} - \text{sucres non réducteurs}$$

Elle exprime la quantité d'eau contenue dans le produit et elle informe sur une éventuelle détérioration du produit. L'humidité a été déterminée suivant la méthode

b) Sucre réducteur

La détermination des sucres réducteurs a été faite décrite par **AOAC 22013**.

I.2.5.5. Détermination de l'humidité

➤ Principe

Elle exprime la quantité d'eau contenue dans le produit et elle informe sur une éventuelle détérioration du produit.

➤ Mode opératoire

L'humidité a été déterminée suivant la méthode décrite par **AOAC 22013**. Dans une capsule en porcelaine préalablement incinérée et tarée, on introduit environ 10 grammes de confiture exactement pesés. On sèche à 70 °C sous vide jusqu'à ce que deux (2) pesées consécutives faites à 2 heures d'intervalle ne diffèrent pas de plus de 3 mg. Un dessiccateur a été utilisé pour mettre l'échantillon à l'abri de l'humidité.

I.2.6. Evaluations sensorielles

L'évaluation était destinée à donner à la fois une idée sur l'acceptation des différentes formulations de confiture ainsi qu'une appréciation globale des produits. Les tests de différence (classement par rang) et de préférence (Hédonique), tels que décrits par **Watts (1991)** et **Larmond (1977)**.

I.2.6.1. Le test de classement par rang

- Il consistait à évaluer les paramètres couleur et texture.
- Le test a été réalisé à la température de la salle sans influence d'agents externes (bruit, odeurs).

I.2.6.2. Le test Hédonique

Ce test a été retenu pour évaluer d'une façon générale le degré d'appréciation des échantillons de confiture, dans les mêmes conditions que le test de différence à savoir : même panel, même endroit, même codage.

En plus, de l'eau distillée a été mise à la disposition des dégustateurs afin de tenir les papilles en haleine après chaque échantillon évalué.

I.2.7. Analyses microbiologiques

Le contrôle microbiologique effectué sur la matière première et le produit fini à pour rôle de garantir :

- Une bonne rentabilité de la production.
- De minimiser les pertes durant les mauvaises conditions de fabrication.
- Une qualité du produit fini destiné directement à la consommation.
- Une bonne qualité hygiénique et une bonne qualité marchande de produit.

De façon générale, l'objectif de contrôle microbiologique est de garantir une sécurité hygiénique et un niveau organoleptique bien déterminée (**Bourgeois et Leveau, 1991**).

Nos analyses microbiologiques ont porté sur : les matières premières (lait de vache, pectine, sel vanille bicarbonate, miel) et le produit fini (confiture).
Pour cela nous avons réalisé :

- ✓ Le dénombrement de la flore aérobie mésophiles totale qui est un indice de l'état général de la qualité du produit ;
- ✓ La recherche et le dénombrement des groupes de germes indicateurs de contamination fécale qui sont :
 - coliformes fécaux et coliformes totaux.
 - streptocoques fécaux.
 - Clostridium sulfito-réducteurs.
- ✓ Les germes pathogènes, on a effectué la recherche des :
 - Recherche des Salmonelles
 - Recherche et dénombrement du *Staphylococcus aureus*.

I.2.7.1. Les analyses microbiologiques de les matières premières (lait, pectine, sel, vanille, bicarbonate, sucre) et le produit fini (confiture)

a) les matières premières

➤ **Préparation des solutions mères et des dilutions décimales**

- Introduire aseptiquement 25 g du produit à analyser dans un flacon taré contenant au préalable 225 ml de TSE. Cette suspension constitue donc la dilution mère qui correspond à la dilution 10^{-1} ;
- Introduire en suite aseptiquement, à l'aide d'une pipette stérile, 1 ml de la dilution mère dans un tube contenant au préalable 9 ml du même diluant, cette dilution correspond à la dilution 10^{-2} ;
- En fin, introduire aseptiquement, à l'aide d'une micropipette, 1 ml de la dilution 10^{-2} dans un tube contenant au préalable 9 ml de TSE, cette dilution correspond à la dilution 10^{-3} , voir figure (25).
- [Voir annexe 4].

a) Recherche et dénombrement des germes aérobies mésophiles totaux

➤ **But**

La quantité de micro-organisme dénombrée donne une idée de l'efficacité des opérations techniques de stabilisation mises en œuvre, de la qualité des soins apportés lors du conditionnement et du niveau d'hygiène en générale. Une flore mésophile nombreuse peut indiquer que le processus d'altération est bien engagé ou la présence de germes pathogènes est probable (Jeantet et al. 2006).

➤ **Principe**

Le dénombrement de la flore totale aérobie mésophile est réalisé sur gélose PCA, par un ensemencement en profondeur ou en masse, et comptage des colonies lenticulaires obtenues (Joffin et Joffin, 1999).

➤ **Technique**

D'après Beerens et Luquet (1987), on procède comme suit :

- A partir de la solution mère ou des dilutions décimales, on procède à un ensemencement en profondeur en ajoutant 1 ml dans des boîtes de pétri stériles, auxquelles on additionne 12 à 15 ml de la gélose PCA en surfusion à 45°C ,
- Après homogénéisation par mouvements circulaires en forme de huit, les boîtes sont mises à la température ambiante pour solidification ;

- L'incubation des boîtes est réalisée à 30 °C pendant 72h.

➤ **Lecture**

Les colonies des germes aérobies totaux se présentent en masse sous forme lenticulaires, le dénombrement se fait pour les boîtes contenant un nombre de germes compris entre 30 et 300 en tenant compte du facteur de dilution (Figure 26). [Voir annexe 4].

b) Recherche et dénombrement des levures et moisissures

➤ **But**

Les levures et moisissures sont des germes d'altération, on peut les rechercher pour évaluer l'état d'avancement de l'altération du produit (Jeantet et al. 2006)

➤ **Principe**

Le dénombrement est effectué en milieu sélectif, doté de propriétés antibactériennes : milieu OGA (Joffin et Joffin, 1999).

➤ **Technique**

- A partir de la suspension mère ou des dilutions décimales, on transfère aseptiquement 0,2 ml de produit à analyser dans des boîtes de pétri stériles contenant de la gélose OGA, puis les étaler à l'aide d'un râteau stérile.
- Après homogénéisation, les boîtes sont incubées à 22°C pendant 5 jours (Beerens et al. 1987).

➤ **Lecture**

Pour le dénombrement des colonies, en faisant la distinction entre les levures et moisissures d'après leur aspect macroscopique, et on multiplie le nombre trouvé par l'inverse de la dilution :

- Moisissures : forme filamenteuses très développées
- Levures : colonies ressemblant à celle des bactéries.

Les résultats sont exprimés en UFC/ml ou UFG/g de produit à analyser (Figure 29). [Voir annexe 4].

c) Recherche et dénombrement des coliformes totaux et fécaux

➤ **But**

Leur présence dans un aliment peut résulter de matière première contaminée, du non respect du code de bonne conduite et manque d'hygiène lors des opérations techniques. Leur présence n'est pas obligatoirement corrélée à un danger pour le consommateur (Jeantet et *al.* 2006).

➤ **Principe**

Les coliformes sont entérobactéries, gram-négatif non sporulés à respiration aérobie facultative, caractérisés par leur aptitude à fermenter le lactose avec production de gaz et d'acide lactique. Cependant les coliformes fécaux sont caractérisés par croissance associée à une production de l'indole à partir du tryptophane à 44°C. Le milieu utilisé est la gélose desoxylate lactosée 1‰ (DCLA), qui renferme une faible teneur en sels biliaires et en citrate suffisante pour inhiber la majeure partie de la flore Gram-positif tout en préservant le développement des coliformes (Joffin et Joffin, 1999).

➤ **Technique**

- 1 ml de la suspension mère ou de chacune des dilutions décimales, est distribué aseptiquement dans des boîtes de pétri stériles aux quelles on rajoute de la gélose DCLA en surfusion à 45°C ;
- Après homogénéisation manuelle et solidification du milieu, les boîtes sont incubées à 37°C pendant 24 à 48 h pour les coliformes totaux et à 44°C pendant 24 à 48 h pour les coliformes fécaux (Beerens et *al.*, 1987).

➤ **Lecture**

La lecture est effectuée à partir des boîtes dont le nombre des colonies lenticulaires Roses-Rouges est compris entre 30 et 300. Ensuite ; on multiplie le nombre trouvé par l'inverse de sa dilution. Le résultat est exprimé en UFC/g ou ml de produit analyser (Figure 27). [Voir annexe 4].

d) Recherche et dénombrement des Streptocoques fécaux

a-Test de présomption

➤ **Technique**

- Préparer une série de tubes contenant le milieu sélectif de Rothe (S/C) à raison de trois tubes par dilution,
- A partir des dilutions décimales, porter aseptiquement 1 ml dans chacun des trois tubes ;
- Bien mélanger l'inoculum dans le milieu et incuber à 37°C pendant 24 à 48 h.

➤ **Lecture**

Sont considérés comme positifs, les tubes présentant un trouble microbien (Figure 25).

b-Test de confirmation

➤ **Technique**

- Chaque tube de Rothe positif fera l'objet d'un requipage à l'aide d'une anse bouclée sur un tube contenant le milieu EVA Litsky, bien mélangé l'inoculum dans le milieu ;
- L'incubation se fait à 37 °C pendant 24 h.

➤ **Lecture**

Les tubes présentant à la fois :

- Un trouble microbien ;
 - Une pastille blanchâtre au fond du tube ;
- Sont considérés positifs (Figure 24). [Voir annexe 4].

Les résultats sont exprimés par le Nombre le Plus Probable selon la table de Mac Grady (Annexe 4).

e) Recherche et dénombrement de *Staphylococcus aureus*

➤ **But**

La recherche et le dénombrement des *Staphylococcus aureus*, les seuls à produire éventuellement une entérotoxine protéique cause d'intoxications alimentaires, permet donc de savoir si le produit à analyser présente des risques pour le consommateur (Guiraud, 1998).

➤ **Principe**

L'enrichissement sur milieu Giolitti Cantonii permet une meilleure revivification des souches stressées.

L'isolement sur milieu Chapman qui a un pouvoir inhibiteur obtenu par de fortes concentrations de chlorure de sodium (7,5%) qui sélectionne les microorganismes halophiles parmi lesquels figurent les staphylocoques entourés d'un halo jaune due à l'utilisation du mannitol avec acidification du milieu, et virage de l'indicateur (le rouge de phénol) du rouge au jaune.

➤ **Technique**

• **Préparation du milieu d'enrichissement**

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

• **Ensemencement**

A partir des dilutions décimales, porter aseptiquement 1 ml par dilution dans un tube à vis stérile.

Ajouter par la suite environ 15 ml du milieu d'enrichissement, bien mélanger le milieu et l'inoculum. Incuber à 37°C pendant 24 à 48 h.

➤ **Lecture**

Seront présumés positifs, les tubes ayant virés au noir.

Pour s'assurer qu'il s'agit bien d'un développement de *Staphylococcus aureus*, ces tubes feront l'objet d'une confirmation par isolement sur gélose Chapman préalablement fondue, coulée en boîtes de pétri et bien séchées.

Les boîtes de Chapman ainsi ensemencées seront incubées à leur tour à 37°C pendant 24 à 48 h.

Après ce délai, repérer les colonies suspectes à savoir des colonies de taille moyenne, lisses, brillantes, pigmentées en jaune et pourvues d'une catalase et une coagulase (Figure 28). [Voir annexe 4].

On dénombre les boîtes contenant entre 30 et 300 colonies. Les résultats sont exprimés en UFC/ml ou UFC/g.

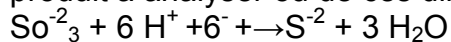
f) Recherche des Clostridium sulfito-réducteurs

➤ But

La recherche et le dénombrement des Clostridium sulfite-réducteurs, a pour but de déterminer l'existence ou non d'une contamination fécale ancienne (car leur spores sont très résistantes), et permet de savoir si l'aliment présente un risque sur la santé du consommateur (Joffin et Joffin, 1999).

➤ Principe

Le dénombrement des Clostridium sulfite-réducteurs à lieu en milieu gélose viande foie additionné d'alun de fer et sulfite de sodium par ensemencement en masse du produit à analyser ou de ces dilutions (Joffin et Joffin, 1999).



➤ Technique

- Prévoir une série de tubes stériles à raison de deux tubes par dilution ; la répartition de l'échantillon à analyser se fait comme suite :
 - 1 ml de la dilution décimale 10^{-1} dans chacun des deux premiers tubes.
 - 1 ml de la dilution décimale 10^{-2} dans chacun des deux tubes suivants.
 - 1 ml de la dilution décimale 10^{-3} dans chacun des deux derniers tubes.
- Les tubes sont d'abord chauffer à 80°C pendant 8 à 10 minutes, dans le but d'éliminer les formes végétatives et ne laisser que les formes sporulées, puis un refroidissement immédiat sous l'eau de robinet.
- Ajouter environ 15 ml de la gélose viande-foie en surfusion à 45°C additionnée de 1 ml de sulfite de sodium et 0,5 ml d'alun de fer, laisser solidifier sur paillasse pendant 30 minutes. L'incubation se fait à 37°C pendant 16,24 ou au plus tard 48 heures.

➤ Lecture

Après incubation, on compte les colonies noires de Clostridium sulfite-réducteurs due à la réduction de sulfite en sulfure qui précipite avec de fer (figure 30). [Voir annexe 4].

Les résultats sont exprimés en nombre de spores par ml ou g de produit analysé.

g) Recherche des Salmonelles

➤ **But**

La recherche des salmonelles s'effectue dans le but de montrer si le produit est dangereux à consommer ou non, car se sont des bactéries pathogènes provoquant des gastro-entérites (Joffin et Joffin, 1999).

➤ **Principe**

Comme le nombre des salmonelles étant faible dans le produit à analyser, il est nécessaire de procéder à un pré-enrichissement ensuite à un enrichissement sur le milieu SFB (sélénite-cystéine), enfin un isolement sur le milieu sélectif qui la gélose Hektoen.

➤ **Technique**

La recherche des salmonelles passe par les étapes suivantes :

a-Pré enrichissement

C'est une étape permettant aux bactéries stressées de récupérer toutes leurs potentialités.

Introduire aseptiquement 25 g ou 25 ml de l'échantillon à analyser dans 225 ml de Tryptone Sel-Eau stérile (TSE), constituant ainsi la solution mère à la dilution 10^{-1} . Les flacons sont incubés à 37 °C pendant 18 à 24 h.

b-Enrichissement primaire

Ce test consiste à porter 1 ml du milieu de pré-enrichissement, sur bouillon SFB S/C+cystéine répartie à raison de 9 ml par tube qui sera incubé à 37°C pendant 24 h. Le résultat positif se traduit par un virage de la couleur du jaune au rouge.

c-Isolement et enrichissement secondaire

Le tube positif fera l'objet :

- D'une part, d'un isolement en strie de 0,1 ml sur gélose Hektoen.
- D'autre part, d'un deuxième enrichissement sur bouillon sélénite-cystéine.
L'incubation est réalisée à 37°C pendant 24 h.

➤ **Lecture**

Les colonies salmonelles apparaissent sur la gélose Hektoen en couleur bleu verdâtre avec ou sans centre noire (figure 31). [Voir annexe 4].

b) La confiture (produit fini)

➤ Principe

Ils ont été déterminés au laboratoire de contrôle de qualité avec des milieux PCA (germes totaux) et YGC (Comptes Levures et Moisissures), en utilisant la méthode des dilutions.

➤ Mode opératoire

Des dilutions de 10^{-1} , 10^{-3} ont été faites dans des boites de pétri et l'incubation a eu lieu à l'étuve à la température de 30°C pendant 72 heures pour la recherche des germes totaux aérobies mésophiles à 25°C (ISO 4833 : 1991),(Figure 26) et pendant 5 jours pour la recherche des levures et moisissures (méthodes ISO 7954 : 1987),(Figure 29), les modes opératoires pour le dénombrement de ces microorganismes sont décrits.

I.2.8. Traitement statistique des données

Les résultats des analyses de laboratoire et sensorielles ont été soumis à l'analyse de variance (ANOVA) à un niveau de signification de 0.05. En cas de différence significative des moyennes des échantillons, le test de comparaison multiple de **DUNCAN** est utilisé pour déterminer les échantillons qui diffèrent les uns des autres.

I.2.9. Essai de formulation d'une confiture à base de pectine d'agrumes

Des essais ont été réalisés avec quatre doses de pectines (0.40, 0.60, 0.80, 1%).

Etant donné que la texture, le goût est la caractéristique fondamentale d'une confiture, différents échantillons en modifiant le type de gélifiant, la dose de la pectine afin d'aboutir à la texture désirée.

En effet, sur la base de la formule pratiquée à l'échelle industrielle, dont les proportions des différents ingrédients sont indiquées dans le tableau(13) ci-dessous :

Tableau n°13 : Formule d'une confiture à base de lait de vache enrichie pectine d'agrumes (4 essais).

| Matières premières Essai | Lait (ml) | Sucre(g) | Sel | Bicarbonate De sodium | Vanille | Pectine D'agrumes (g) |
|-------------------------------------|------------------|-----------------|-----------------|----------------------------------|---------------------|--------------------------------------|
| 1 | 250 | 100 | Cuillère de sel | Cuillère de bicarbonate | Cuillère de vanille | 1,5 |
| 2 | 250 | 100 | Cuillère de sel | Cuillère de bicarbonate | Cuillère de vanille | 2,25 |
| 3 | 250 | 100 | Cuillère de sel | Cuillère de bicarbonate | Cuillère de vanille | 3 |
| 4 | 250 | 100 | Cuillère de sel | Cuillère de bicarbonate | Cuillère de vanille | 3,75 |

a) Description du protocole de préparation d'une confiture

La fabrication de confiture d'agrumes exige une suite d'étapes commençant par les opérations préliminaires jusqu'à la cuisson.

Au cours des formulations, les ingrédients : sucre, lait de vache, sel, bicarbonate de sodium, arôme, entrant dans la fabrication du produit ont été fixés et d'autres ingrédients (pectine industrielle) ont été variés.

Pour chaque formulation on a utilisé :

- 250 ml d'eau
- 100 g de sucre
- ½ cuillère à café (sel, vanille et bicarbonate de sodium).
- quatre (4) doses de pectine d'agrumes différentes : (1,5-2,25-3 et 3,75 g).

Lors de la préparation, on a suivi les étapes suivantes :

- pesé à l'aide d'une balance avec précision (sucre, sel arôme et bicarbonate de sodium) ;
- Mélanger les ingrédients dans un bécher ;
- Chauffer le lait.
- Addition lentement le mélange des ingrédients dans le lait soumis à une agitation à l'aide d'un batteur.
- L'ajout de l'arôme se fait juste avant ébullition ;
- On ajoute la pectine quand la D° brix du mélange atteint 62° à l'aide d'un réfractomètre.

- Lorsque le degré brix atteint 67°, la cuisson doit être terminée.
- Lorsque l'ébullition atteinte, on retire la préparation du feu, on élimine la mousse pour obtenir une bonne texture et on procède au conditionnement dans 4 pots stériles (remplissage).
- Les pots sont fermés (fermeture).
- On note la date de préparation de l'essai et en fin on conserve au réfrigérateur à 4°C (stockage).
- Mesure le °Brix quand la Remplissage à chaud.

Les différentes opérations pour la préparation de nos produits sont illustrées dans le diagramme suivant :

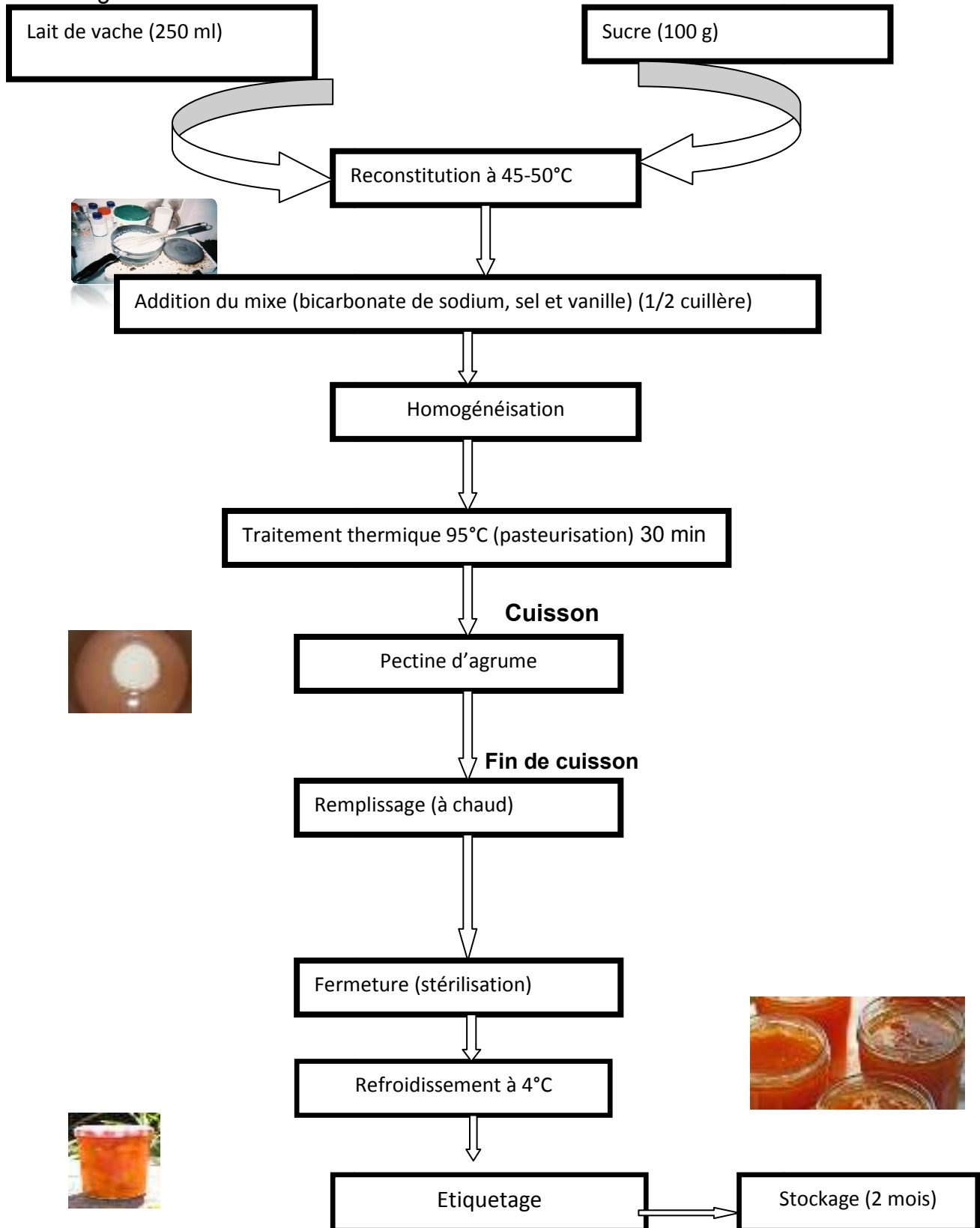


Figure (14) : Diagramme de l'essai de fabrication d'une confiture d'agrumes (Unité Sicam).

I.2.10.Évaluation organoleptique

La qualification ‘subjectif’ est fréquemment associée au technique sensorielle, par opposition à celui ‘d’objectif’ donnée aux méthodes instrumentales, puisque le goût d’un individu varie d’un jour à l’autre et il diffère de celui de son voisin (**Lindin, 1991**).

Pour confirmer la texture acceptable de notre préparation, on soumit à une dégustation au niveau de laboratoire d’analyse physico-chimique, les jurys de dégustation composés de 10 personnes pour une évaluation de la qualité organoleptique d’une confiture expérimentaux.

Les critères de la qualité organoleptique d’une confiture sont les suivants : flaveur, l’aspect, le goût, la texture, la consistance, la couleur et l’odeur.

❖ Condition d’évaluation

- Elle se déroule dans une salle d’analyse sensorielle spécifique où l’éclairage et la température ont été contrôlés et les conditions d’hygiènes sont respectées (pour éviter la contamination de notre échantillon).
- Les échantillons doivent être numérotés (de 1 à 4).
- Les sujets doivent être isolés pour éviter la communication entre eux, qui peut influencer leurs jugements, ainsi chacun doit avoir sa fiche de dégustation.

(Voir la fiche de dégustation en annexe 2).

- Après la dégustation, il est nécessaire de neutraliser les impressions gustatives à l’aide de l’eau, fermés les pots avec le papier d’aluminium et les conserver au réfrigérateur.

Références bibliographiques

-Açourene S., 1985. Etude des pectines des résidus d'agrumes :

Extraction, essai technologique ; thèse, Ing.INA, p : 12-18.

-Adrian J., 1973. La valeur alimentaire du lait Ed. Maison, paris. P : 145-229.

-Adrian J., Legrand G. et Frangne R. (1981) ; Dictionnaire de biochimie alimentaire et de nutrition. Edition Tec et Doc Lavoisier, Paris, p : 23-217.

-Agougou A. et Benamara S. 2003; production des jus alimentaires. OPU, Alger, p : 6-157.

-Albagnac G., Varoquaux P., Montigaud J.C. 2002; Technologie de transformation des fruits. Edition Tec et Doc Lavoisier, Paris, p : 304-425.

-Alias C., 1974. Science du lait. Principe et techniques laitières

Ed. SEPAIC, paris. P: 207-476.

-Alias C. Linden G., 1997. Abrégé de biochimie alimentaire 4^eEd. Masson, paris. P : 198-248.

-Alias C et Lindin. G., 1997. Abrège de biochimie alimentaire-6^{ème} Edition masson, paris, P : 535.

-Alias C. et Linden G., 1997 : Abrégé de biochimie alimentaire 14^{ème} Edition, Masson-paris p : 248.

-Alias C, Linden G et Miclo L., 2003. Biochimie alimentaire. 5^{ème} édition de l'abrégé. P : 165.

-Amiot J., Fournier S., Lebeuf Y., Paquin P. et Simpson P., 2002. composition, propriétés physico-chimiques d'analyse du lait.

In : science et technologie du lait : transformation du lait

Ed : Tresses internationales polytechnique

Ecole technique de Monreale. P : 2-73.

-Anonyme 1 (1995) : FAO, organisation des nations unie pour l'alimentation et l'agriculture ; lait et produits laitiers dans la nutrition humaine. Rome: Ed. FAO, P: 271.

-Anonyme 2 (2003): <http://fr.Wikipedia.Org/wiki/lait>.

-Anonyme 3 (2004); <http://perso.dixinet.com/animaux-inox/rat2.html>.

-Anonyme 4 (2006); www.herbstreith-fox.com.

-Anonyme 5 (2007) ; collection Microsoft encarta.

-Anonyme 6(2009) : collection Microsoft encarta.22/06/2013

-Apfelbaum M., Romon M. et Dubus M., 2004.Diététique et nutrition 6Ed, Tec et DOC, Lavoisier, paris. P : 274-326.

-Benfenatki N., 1994. Fibres alimentaires et équilibre diabétique. Remed N°3, Algérie, p : 10-14.

-Benaiche J., 2001. Jus d'orange extraction et conservation, Société Culina S.A ; F.6280, France, p: 12-14.

-Benelkadik; 2005: www. Elwatan. Com.

-Benelkadi K., 2005. Industrie du lait en Algérie-Journal ELWATAN.P : 10-12

-Beuvier Eric., 2005.Quelques bases sur la microbiologie du lait et du fromage.INRA-unité de Recherches en Technologie et Analyse laitière, Cedex, p : 6.

-Bidault B. et Gattegno I., 1984. Le point sur la transformation des fruits tropicaux. ALTERSIAC, GRET. Paris, p 46.

-Bonfon B., 2002. Hygiène et qualité de lait et des produits laitiers au Mali, atelier lait sain pour le sahel Bamales, p :12.

-Bouise M.,leveau J-Y.,1993.Microbiologie industrielle : Les microorganismes d'intérêt industrielle, collection science et technique, édition technique et documentation, Lavoisier.

-Bourgeois C-M., Mesale J-F., Zucca J., 1990.Microbiologie alimentaire.

Aspect microbiologique de la sécurité et de la qualité alimentaire .Edition Technique et alimentation, Lavoisier, Tome1, Paris, p : 422.

-Bourgeois, L., 1991.Techniques d'analyse et de contrôle dans les industries agro-alimentaires. 2^e édition, ISBN : 2-85206-599-1, Lavoisier - TEC & DOC -75384 Paris, p 454.

-Bourgeois C.M ; Mescle J.F, Zucca J, 1996, Microbiologie alimentaire, Tome 01, aspect microbiologique de la sécurité et de la qualité des aliments. p : 654. Ed. Tec et Doc collection science et technique agroalimentaire.

-Bourgeois C.M, Larpent J-P, 1996. Microbiologie alimentaire :

Aliment ferments et fermentation alimentaire, collection science et Techniques Agro-alimentaire, 2^eme édition, technologie et documentation.

-Bourgeois M., Mexle J-F. et Zucca J., 1996. Microbiologie alimentaire.

Tome I : aspects microbiologique de la sécurité et de la qualité des aliments

Ed. Lavoisier, paris. p : 576-672.

-Cayot P. et Lorient D., 1998. Structure et Techno-fonction des protéines du lait

Ed. Tec et Doc, Lavoisier, paris. p : 323-363.

-Cauty I, Peneau J-M., 2003. La conduite du troupeau laitier.

Edition France Agricole, p : 62 ,288.

-Charton -Picard F;1968. Intervention sur les animaux : Identification, maniement, contention, anesthésie, euthanasie. IFFA CREDO, France, p : 182-207.

-Charron C., 1986. Les productions laitières. Les bases de la production agricole d'aujourd'hui, Tome II. Sciences, techniques et application

Ed. Tec et Doc. Lavoisier, paris. p : 195-292.

-Cheffel J.-C., Besancon P., 1990. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Volumes 2. Lavoisier, Paris, p 420.

-Cheffel C et Cheffel H., 1990. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments ; volume 1, édition technique et documentation.

-Clement J.M., 1981. Larousse agricole. Edition Masson, Paris, p : 328-410.

-Cun C., Sergent M., Lesgards G., Phan Tan Luu R., 1991. Application de la méthodologie de la recherche expérimentale à la mise en évidence des interactions entre la pectine de pomme, Les icns calcium et le cholestérol, Analisis N°19, Paris, p : 167-174.

-Daufin G, Rene F, Aimar p., 1998. les séparations par membrane dans les procédés de l'industrie alimentaire, collection science et technique agroalimentaire, Edition Tec et Doc.p : 12-17.

-Dedry G., 2001.Lait, nutrition et santé. Edition Tec et Doc, Lavoisier, paris. P: 6, 9, 24, 37.

-Delarras C., 2007.Microbiologie pratique pour le laboratoire d'analyse ou de contrôle sanitaire : aliment, cosmétiques, eaux et produits pharmaceutiques. Edition Tec et Doc, Lavoisier. P: 319.

-Derecanko M.J., 2000. Toxicologist's handbook. Edition crc press Ile, Newyork, p: 100.

-Desmarest P., 2000. les transformations agroalimentaires des agrumes C R-Agr, N°8, France, p : 245-255.

-Durel Luc., Goby Laurant, Boruighir –Ingelheim., 2010. Un regard pratique sur les mammites contagieuses. Group de défenses sanitaire des animaux de la Manche NMC, organisation mondiale pour le contrôle de la mammite et de la qualité du lait, p : 8.

-Espiard E., 2002. Introduction à la transformation industrielle des fruits.

Edition Tec et Doc Lavoisier, Paris, p : 67-68.

-FAO (Food Agriculture Organization of the united nation) ., 1995.

Le lait et les produits laitiers dans la nutrition humaine

Ed. ROME.P : 651.

-Fournier J. et Terrien M., chimie du petit déjeuner

Ed. Nature : culture et technique. P : 201-304

-Frénot M. et Vieting E ; 2001. biochimie des aliments diététiques de sujet bien portant. Edition Doin. Cndp N°2, Paris, p : 67-78.

-Garbannelle B., Denis F., Marmonier A., Pinon G et Vargues R., 1990.

Bactériologie médicale. Techniques usuelles

3^eEd. SIMEP, paris. P : 39-292.

-Gerand D., 2000. Lait, nutrition et santé, Tec et Doc, Essex, England.

-Ghiraud. J-P., 2003. Microbiologie alimentaire

2^{er} F-d. DUNOD, paris. P : 340-651.

-Gonde et al ., 1969. Cours d'agriculture moderne, Edition la maison rustique paris, p : 628.

-Got R., 1971. Les enzymes du lait.

-Gnädig S., chardigny J-M et Sébédio J-L., 2001. Lipides

Ed .Doc et Tec, paris. P : 105-122.

-Guardia M., et Vile A., 2003. Les Vitamines dans le lait

In : Les Vitamines dans les industries agroalimentaires collection science et techniques agroalimentaires

Ed. Tec et Doc, Lavoisier, paris. P : 335-346.

-Guiraud J-P., 1998.Microbiologie alimentaire. Edition DUNOD, Paris, Tome2, P::615.

-Guinaud J-P., Rosec., 2004. Pratique des normes en microbiologie alimentaire-AFNOR. ISBN p 2-12-44.

-Hanzen C.H., 1999. Pathologie de la glande mammaire de la Vache laitière : Aspects individuels et d'élevage. Edition Université de Liège. p : 458.

-Hanzen C.H., 2009. Lait et production laitière, Faculté de Médecine Vétérinaire, Service de Thériogenologie des animaux de production. P : 145.

-Hartheiser M., 1994. La maîtrise de la contamination du lait par les spores butyriques. Rec. Med. Vet107, N°617, P : 429-436.

-Heuchel V et Meffe N., 2000. Contamination du lait de vache par bactéries Pathogènes : Principaux Facteurs de risque à la production-dangers liés à la traite. Institut de l'élevage, Paris, p : 5.

-Itel., 1995. Références techniques pour l'hygiène en production laitière bovine, Paris. p : 445.

-Jarriage R., 1980. Alimentation des ruminants .principes de la nutrition et l'alimentation des ruminants .besoins alimentaires des animaux.

Valeur nutritive des aliments

Ed. INRA, Paris. P : 454-628.

-Jean P. et Roger C., 1961. Le lait

Ed. INRA, Paris. p :45.

-Joly B., Reynaud A., 2003. Entérobactéries, systématique et méthode de diagnostic. Edition Lavoisier, P : 356.

-Jora (journal officiel de la République Algérienne), 1998.

N°35 du 27 mai 1998.p : 8.

-Kerterson J-M. et Braddock R.J., 1976. By-products and specially products of Florida citrus Bull. 784, Fla. Agro. Exp ; Florida, USA, p : 71-75.

-Larpent J-R., 1997. Microbiologie alimentaire

Ed .Tec et Doc; Lavoisier, Paris .p: 10-73.

-Larpent, J-P, 1997. Microbiologie alimentaire technique de laboratoire.

Edition Tec et Doc, Lavoisier, Paris, P : 705-729.

-Laurent S., Michel F., Jean J., 1998. Manuel de bactériologie alimentaire. polytechnic.

Internet du NMC : WWW.nmconline.org.

-Leonil J., Bas C, Maubois J—L et Tome D., 2001. Le lait et ses constituants : Biodisponibilité et valeur nutritionnelle

In : Lait, nutrition et santé

Ed. Tec et Doc, paris. P : 45-76.

-Leseur J-L., 2007. La composition chimique du lait.

Ed. ENILV de la roche. p : 43.

-Loussert R., 1989. Les agrumes. Edition Tec et Doc Lavoisier, Paris, p : 33.

-Luquet F-M., 1986. Lait et produits laitiers. Tome III : Vache, brebis, chèvres

Ed. Tec et Doc, paris. P : 70-76-445.

-Mahaut M., Jeantet R., Brule G ., 2000. les produits industriels laitiers. Ed. Tec et Doc Lavoisier, paris, p : 165.

-Mahaut M., Jeaut et R., Schuct P., Brule G., 2005. Les produits industriels laitiers. Edition Tech et DOC, Paris. P : 7.

-Manfred M., et Nicole J., 1998. Additifs alimentaires et auxiliaires technologiques. Edition Dunod, paris, p : 218.

-Martine M.C et Seiller M., 1999. Actifs et additifs en cosmétologie.

Edition Tec et Doc Lavoisier N°2, paris, p : 151.

-Mathieu J., 1998. Initiation à la physicochimie du lait. Edition Tec et Doc, Paris, ISBN, p : 10, 19, 179, 181,204.

-Moll M. et Moll N., 1995. Sécurité alimentaire de consommation

Ed. Lavoisier, paris .p : 119-300.

-Multon J.L. (2002) ; Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agro-alimentaires. Edition Tec et Doc LavoisierN°3, paris, p : 746.

-Nelson D.B., Smit C.J., Wiles R., 1977. Commercially important Pectic substances. Edition Avi publishing company (west port), USA, p: 418-437.

-Noble F., 1998. Diagnostic –Elaboration de plan de formation contenue.

Ministère de l'agriculture et de la pêche.

Ecole nationale d'industries agro alimentaires

INILIA sucrés.

-O'CONNOR S-R., 1994. Coliforms in processed mango : Significance and Control, International Journal of Food microbiology, n° 51, Paris 61.

-Paraloran J.C., 1971. Les agrumes. Edition Neuve et la rose, paris, p : 148-150.

-Perreau J-M et Canty I., 2003. La conduite du troupeau laitier

Ed. France agricole, paris. P : 49-229.

-Petit R., 1975. Les matières pectiques. Afinidad Volume 32, paris, p : 585-592.

-Phcaryol J., Lorient J.F, Boudier, Denis p ., 1998 .Structure et tech-nofonction des produits des laits. Paris : Lavoisier Tec et Doc, arilait recherche, 1998 : p : 363.

-Pougheon S. et Goursaud J., 2001. Le lait et ses constituants :

Caractéristiques physico-chimique

In : lait, nutrition et santé

Ed .Tec et Doc, paris. P : 4-41.

-Pougheon S., 2001. Contribution à l'étude des Variation de la Composition du lait et ses conséquences en technologie laitière.

Ecole nationale Vétérinaire de Fouleuse, P : 102.

-Poulard R., 1999. Méthode rapide de contrôle microbiologique en brasserie. Édition 3, LAVOISIER, Cedex 08, Paris, p : 95.

-Roux W., 1994. La grande industrie de verres. Paris, 3^{ème} Edition. p : 20

-Sablonnière B., 2001. Technologie alimentaire

Ed. Marketing, paris. P : 6-189.

-Siarc D., 1990. Conserver les fruits à petite échelle. Genève, p : 225.

-Siboukeur O., 2007 .Etude du lait camelin collecté localement : Caractéristique physico-chimiques et microbiologiques, aptitudes à la coagulation.

Thèse de doctorat, Institut nationale agronomique El-Harrach Alger, P : 135.

-Sutra L., 1998.Manuel de bactériologie alimentaire.

Ed.15 rue Lacepède .paris. p : 4-189.

-Sutra L, Federighi. M., Joue H-M., 1998. Manuel de bactériologie alimentaire. Polytechnica.

-Thibault J.F., 1980. Les substances pectiques dans : Les polymères des végétaux. Edition C. Castes et Bordas N°3, Paris, p : 232-251.

-Trilly V. et Bourgeois C.M., 1999. Technologie des légumes. Edition Tec et Doc Lavoisier, Paris, p : 437-456.

-Veisseyre R., 1975. Technologie du lait : constitution, récolte, traitement et Transformation du lait

3^{ème} Ed. La maison rustique, paris. P : 4-363.

-Vidailhet M., 2001. Glucides

In : Ed.Doc et Tec, paris. P : 87-101.

-Vierling E., 2003. Aliments et boissons, filière et produits.^{2ème} édition. Biosciences et Techniques, paris, P : 271.

-Vignola C-L., 2002. Science et technologie du lait. Edition press internationales polytechniques, Canada ISBN. P : 3, 4, 12, 29, 54,55.

-Vignola et Carole L., 2002. Science et technologie du lait, transformation du lait, Fondation de technologie laitière du Québec. Canada : Ed. Poly Tech, Montréal. P :12-98.

-Walter.R ., 1997. Alimentation de la vache laitière

3^{er} Ed. France agricole. Paris .p: 6-76.

-Worth H., 1967. the chemistry and biochemistry of Pectic substances.

Chem.Rev N°67, p : 465-473.

Conclusion

A travers notre étude qui a consisté à formuler une confiture à base de lait de vache enrichie en pectine d'agrumes et d'évaluer le rôle de la pectine et l'intérêt nutritionnel du produit fini (confiture), il en ressort que l'expérience repose sur des facteurs fixes (% de sucre, sel, vanille et bicarbonate de sodium) et des facteurs variables (% de pectine industrielle) afin de rechercher leurs influences sur les caractéristiques physico-chimiques, microbiologique et l'appréciation des consommateurs.

D'après la caractérisation physico-chimique et organoleptique des matières premières et du produit fini (confiture), on a noté :

- La conformité physico-chimique des matières premières.
- Les jurys de dégustation ont jugé la bonne qualité du produit fini (texture gélifiant, bon consistance, bon goût et bon aspect):
- Une stabilité du degré brix avec l'augmentation du % d'incorporation de la pectine dans le produit fini ; ainsi l'effet est donc non significatif.
- Pour le paramètre pH, les moyennes suivies de la même lettre n'ont pas de différence significative.
- Les données relatives au paramètre Humidité sont varient de 28,8 à 31,66% ; On constate qu'il existe une petite différence assez significative entre les moyennes des échantillons de confiture élaborés.
- Tous les échantillons analysés renferment une grande quantité d'acide nécessaire pour une bonne conservation ;
- Les moyennes suivies de la même lettre d'un sucre réducteur n'ont pas de différence significative ; Ce qui permet de confirmée que la pectine n'exerce pas une trop grande influence sur la teneur en sucres réducteurs du produit fini parce qu'elle est ajoutée en fin de cuisson.
- Pour sucre totaux ne fait pas ressortir de différence significative entre les moyennes des échantillons.

Les résultats laissent dire que l'ajout de pectine aux différents traitements quelque soit la dose n'exerce aucune influence sur la quantité de sucres totaux contenus dans la confiture.

D'après les résultats de l'analyse microbiologique on observe une absence totale des germes pathogènes quelque soit le %d'incorporation de la pectine ; Ce qui implique la bonne qualité microbiologique des matières premières et par les bonnes conditions de stockage avec des précautions et une grande attention portée sur l'hygiène tout au long de la manipulation.

D'après l'évaluation de la qualité organoleptique on montre que les deux essais (1et 3) ont une bonne texture comparativement à deux essais 2 et 4.

A la fin, il serait bon de faire ces recommandations :

- ✓ Elargir le champ d'étude à d'autres produits ou mélange contenant de la pectine.
- ✓ Opter pour une plus grande consommation de confiture. S'il le faut, l'intégrer dans des programmes de cantines scolaire.
- ✓ Procéder à des études de commercialisation, de rentabilité économique et financière pour mieux orienter les transformateurs.
- ✓ l'usage de la pectine industrielle comme additif alimentaires comme l'autorise le Codex Alimentarius, elle peut être utilisée avec modération dans la préparation de la confiture pour un public cible.

II.1.Résultats d'analyses physico-chimiques des matières premières

II.1.1.La pectine

II.1.1.1. propriétés organoleptiques de la pectine Industrielle

La pectine industrielle utilisée a les propriétés organoleptiques suivantes :

- ❖ Aspect : poudre fine
- ❖ Couleur : jaunâtre (beige)
- ❖ Odeur : inodore

II.1.1.2. propriétés physico-chimiques

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur la pectine, sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau n°14 : Résultats d'analyses physico-chimiques de la pectine, d'après **Açourene (1987) et Mobido (1988)**.

| Paramètres | Teneur | Normes* |
|-------------------------------|---------------|----------------|
| Humidité (%) | 5,44 | 5,20 |
| Taux de cendre (%) | 0,91 | 0,89 |
| Teneur en méthoxyls (%) | 10,02 | 10,96 |
| Acide galacturonique (%) | 79,50 | 80,5 |
| degré de méthylation (%) | 64,08 | 65,00 |
| Viscosité intrinsèque (dl/g) | 2,04 | 3,80 |
| poids moléculaire (mg) | 68200 | 68200 |
| groupements fonctionnels | 1260 | 1282 |
| Pouvoir gélifiant (grade IFT) | 1,42 | 1,42 |

*Normes internes de l'unité Sicam

D'après ces résultats obtenus on constate que :

- La teneur en eau de la pectine est de 5,44%, elle est ainsi conforme aux exigences de la norme avec 5,20% ce qui implique que la pectine garantie sa stabilité durant le stockage.

-La teneur de l'AGA est de 79,50 % et le taux de cendre est de 0,91%, ils sont cependant conformes à la norme avec respectivement 80,5% et 0,89% ce qui renseigne sur la purification de la pectine industrielle.

- La degré de méthylation (DM) est de 64,08%, il indique que la pectine utilisée est hautement méthylée.

-Le pouvoir gélifiant est égale 1,42°, sa teneur est conforme à la norme avec respectivement 1,42° ; ce qui permet de dire que la pectine utilisée est de meilleures qualités.

-la teneur en méthoxyls (MeO) est de 10,02%, ce qui implique la maîtrise des paramètres et des étapes d'extraction des pectines à l'échelle industrielle.

La pectine responsable de la formation du gel, il peut être nécessaire d'en rajouter au cours de la cuisson pour assurer la gélification du mélange.

La pectine est l'élément moteur dans la formation du gel (gélification) qui a un rôle important sur la qualité du produit car elle le protège contre la migration des microbes et lui confère un bon attrait visuel.

Les résultats sont conformes à la norme cela est due d'une part au bon procédé de fabrication, à la bonne technique de prélèvement et à la bonne conduite du traitement thermique et d'autre part, au bon entreposage au niveau de l'industrie, et au respect des conditions de stockage. Selon **Luquet (1990)**, le traitement thermique appliqué lors de la fabrication de la pectine, a pour but de réduire les microorganismes contenus dans la pectine et de vérifier ces qualités fonctionnelles ; la solubilité et la mouillabilité.

II.1.2.Lait de vache

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur le lait de vache, sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau n°15 : Résultats d'analyses physico-chimiques de lait vache.

| propriétés | Teneur | Normes* |
|---------------------------|--------|-------------|
| pH | 6,5 | 6-7 |
| T (°C) | 15 | 7-16 |
| Acidité titrable (°D) | 17 | 16-18 |
| MG (%) | 30,3 | 22-39 |
| Densité | 1,027 | 1,020-1,035 |
| EST (%) | 108,1 | 105-119 |
| ESD (%) | 77,8 | 70-80 |
| Point de congélation (°C) | -542 | -400 à -550 |

Normes internes de laiterie beni-tamou (**AFNOR, 1986**).

D'après les résultats obtenus, nous notons que le lait de vache utilisé à une teneur en MG de 30,3%, un pH de 6,5, une densité de 1,027 ; une acidité de 17°D. Ces résultats sont conformes aux exigences de la norme interne de laiterie 'beni tamou'.

La température, l'EST, l'ESD et le point de congélation sont conformes aussi à la norme d'entreprise.

II.1.3. Le sel, la vanille et le bicarbonate de sodium

Les résultats des analyses physico-chimiques du Le sel, la vanille et le bicarbonate de sodium sont regroupés dans le tableau 19 ci-dessous :

Tableau n°16 : Résultats d'analyses physico-chimiques du sel, la vanille et le bicarbonate de sodium

| Analyse Echantillons | Humidité (%) | Normes* |
|---------------------------------------|---------------------|----------------|
| Sel | 71,56 | 70-77 |
| Le sucre | 72,23 | 70 -75 |
| Vanille | 81,75 | 70-85 |
| Bicarbonate de sodium | 27,00 | 25-30 |

*Normes internes de l'unité Sicam.

Il est à noter que les valeurs de l'humidité de ces matières premières sont respectivement égales à 71,56%, 72,23% , 81,75% et 27% pour le sel, le sucre, la vanille et le bicarbonate de sodium ce qui est parfaitement conforme aux normes, ce qui reflète les bonnes conditions d'entreposage au niveau de l'unité. Sachant que la bonne qualité physico-chimique de ces ingrédients influe sur la qualité de produit fini.

Le sel utilisé lors de la désamerisation est considéré comme étant auxiliaire dans la transformation. Certains composés contenus dans le mésocarpe des fruits comme les oleuropéines confèrent un goût amer au produit fini et le rend inconsommable. Il est donc nécessaire de faire l'usage de sel pour enlever l'amertume.

Le rôle du sel consiste à enlever les substances oleuropéines qui confèrent le goût amer au blanc.

Notons que Le sucre est un conservateur. L'addition de sucre permet une déshydratation partielle et une augmentation de la teneur en matière sèche des fruits. A partir d'une certaine concentration (environ 65% de sucre), on considère que le développement de certains microorganismes dans le milieu est difficile voire inhibé. Le sucre sert également à la formation d'un gel et donne du goût.

Il est à noter aussi que le bicarbonate du sodium est un émulsifiant de phase huileuse et phase aqueuse.

II.2.Résultats d'analyses physico-chimiques du produit fini (confiture)

Les résultats des analyses physico-chimiques effectués sur la confiture, sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau n°17 : Résultats d'analyses physico-chimiques des essais de formulation de confiture de lait enrichie en pectine d'agrumes

| Paramètres | Produit fini (confiture) | | | | Normes |
|-------------------------------|--------------------------|---------|---------|---------|--------|
| | Essai 1 | Essai 2 | Essai 3 | Essai 4 | |
| Degrés brix (°B) | 65,5 | 65,5 | 66 | 66 | 63-67 |
| pH | 7,75 | 6,95 | 7,06 | 6,28 | 6-7 |
| Acidité (mg d'acide citrique) | 16,00 | 17,22 | 16,65 | 17,88 | 16-18 |
| Sucres réducteurs (%) | 53,2 | 54,4 | 53,5 | 52,87 | 50-60 |
| Sucres totaux (%) | 23,18 | 24,87 | 23,88 | 21,87 | 20-30 |
| Humidité (%) | 29,8 | 28,8 | 29,2 | 31,66 | 27-35 |

D'après les résultats obtenus nous notons ce qui suit :

a-Variation de degré brix

La courbe illustrant l'évolution de degré brix de 4 essais d'une confiture est représentées par la figure.

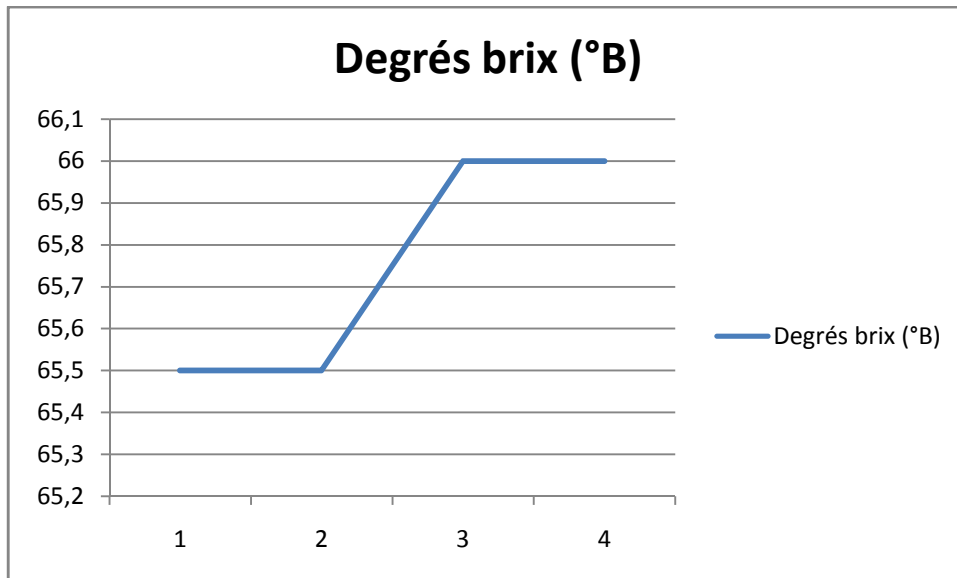


Figure15 : Variation de degré brix dans les 4 essais de confiture.

Le degré brix est respectives de 65,5 ; 65,5; 66 et 66°B pour l'essai 1, l'essai 2, l'essai 3 et l'essai 4 ; on observe donc une stabilité du degré brix avec l'augmentation du % d'incorporation de la pectine dans le produit fini ; ainsi l'effet est donc non significatif.

Toutefois, pour ce paramètre, tous les essais sont en conformité à normes respectivement varie entre 63 - 67 °Brix.

b-Variation de pH

La courbe illustrant l'évolution de pH de 4 essais d'une confiture est représentées par la figure.

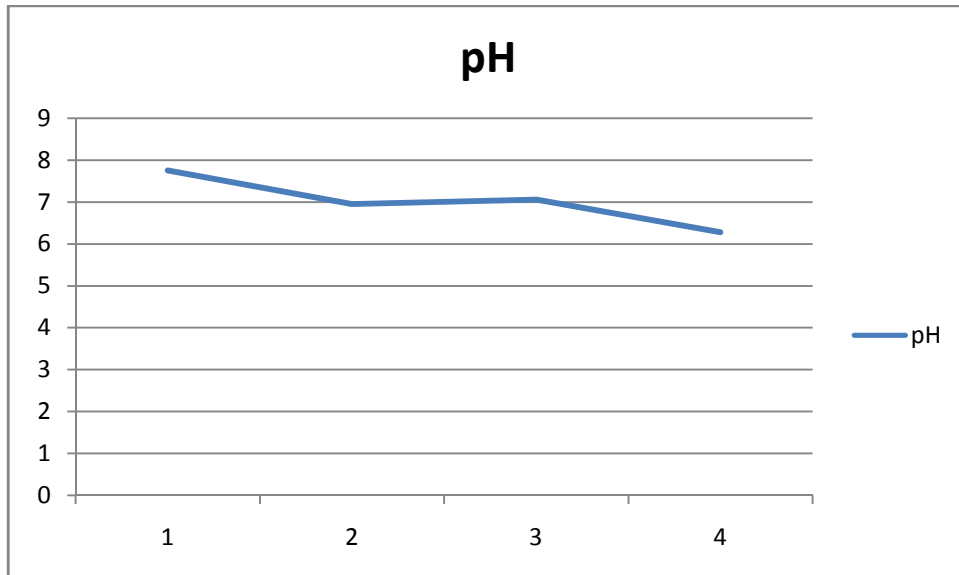


Figure 16: Variation de pH dans les 4 essais de confiture.

Pour le paramètre pH, les résultats obtenus sont variés de 7,75 ; 6,95 ; 7,06 et 6,28 pour l'essai 1, l'essai 2, l'essai 3 et l'essai 4 ; Les moyennes suivies de la même lettre n'ont pas de différence significative.

c-Variation de l'humidité

La courbe illustrant l'évolution de l'humidité de 4 essais d'une confiture est représentées par la figure

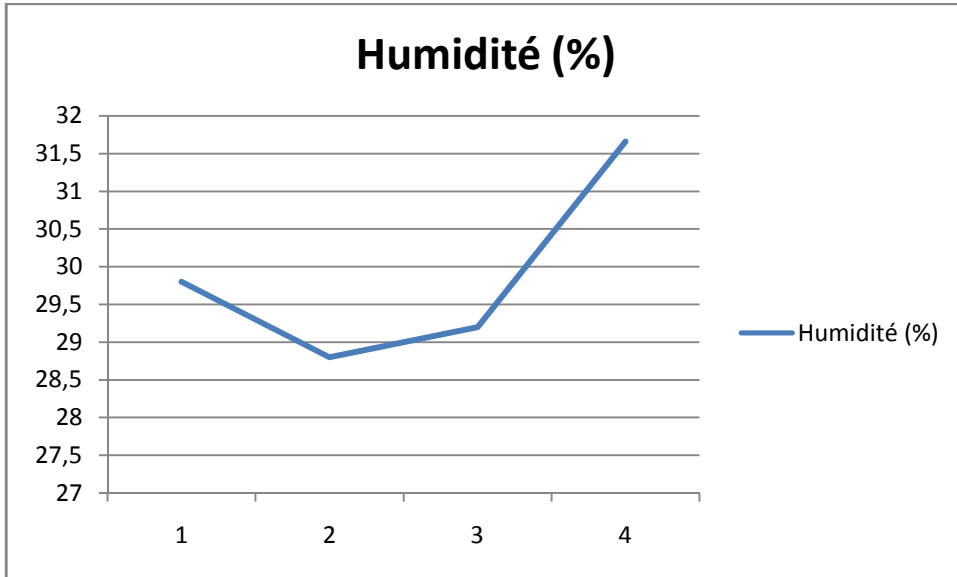


Figure 17: Variation de l'humidité dans les 4 essais de confiture.

Les données relatives au paramètre Humidité sont variées de 28,8 à 31,66%.

On constate qu'il existe une petite différence assez significative entre les moyennes des échantillons de confiture élaborés.

La comparaison des moyennes permet de constater une petite élévation de la teneur en eau au niveau des derniers échantillons fabriqués avec plus de pectine ce qui laisse croire que la pectine par sa capacité à capter des molécules d'eau pourrait bien être à l'origine de cette légère augmentation.

d-Variation de l'acidité

La courbe illustrant l'évolution de l'acidité de 4 essais d'une confiture est représentées par la figure

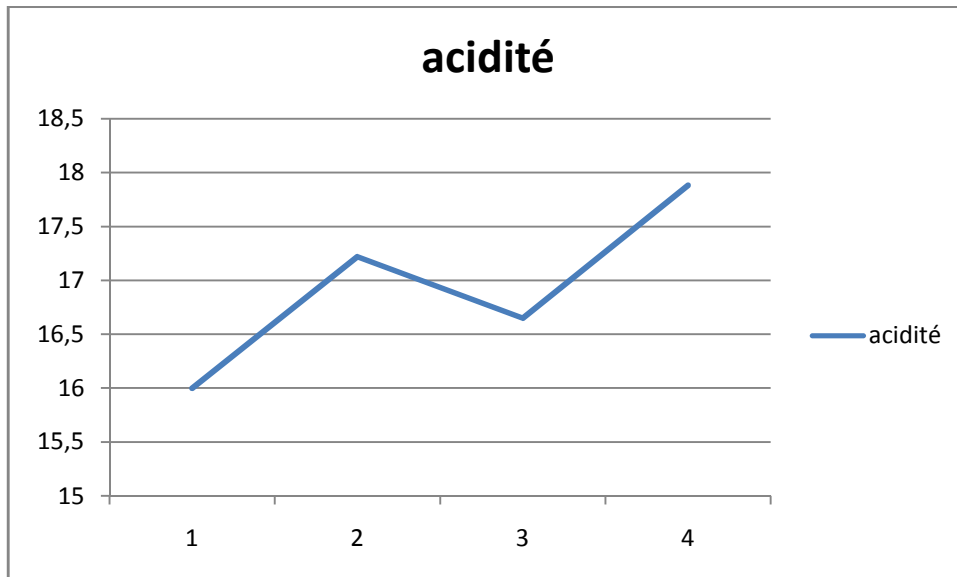


Figure 18: Variation de l'acidité dans les 4 essais de confiture.

Ils varient de 16,00 à 17,88 még.Acide citrique / 100 gr confiture.

Tous les échantillons analysés renferment une grande quantité d'acide nécessaire pour une bonne conservation ; La comparaison des moyennes des échantillons comparées deux à deux ne font ressortir aucune différence significative.

Les résultats pour l'acidité exprimés en gr d'Acide citrique/100gr de produit et pour le test de pH montrent la relation nette et claire qui existe entre le pH et l'acidité totale. Plus le pH est faible, plus l'acidité est élevée dans un produit.

e-Variation de sucre réducteurs et sucres totaux

Les deux courbes illustrant l'évolution de sucre réducteurs et sucres totaux de 4 essais d'une confiture est représentées par la figure (20 et 21)

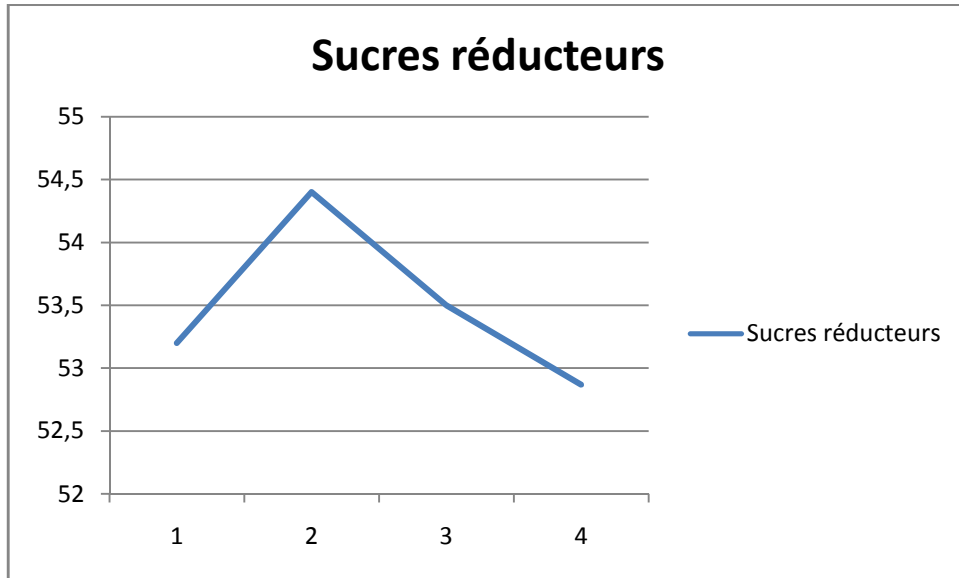


Figure 19: Variation de Variation de sure réducteur dans les 4 essais de confiture.

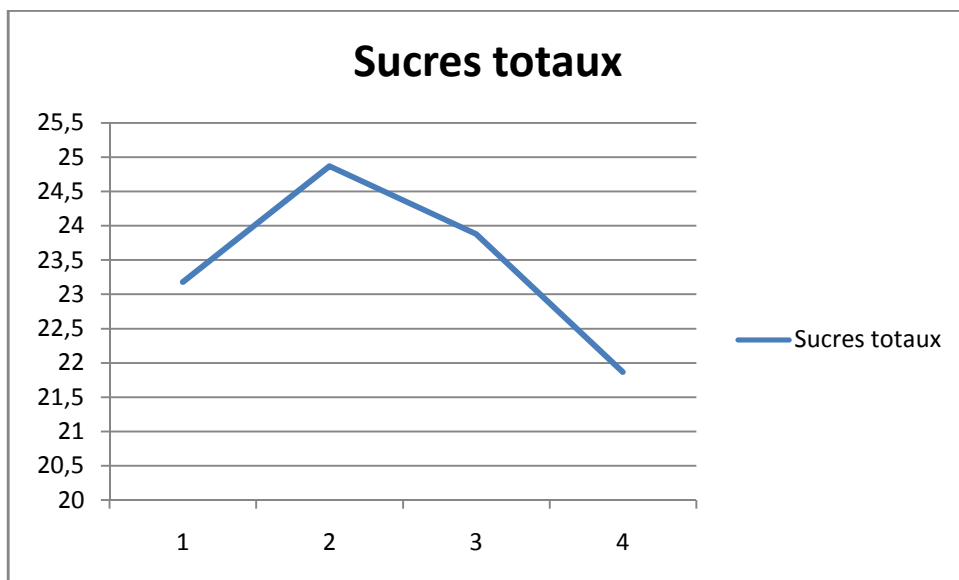


Figure 20: Variation de sure totaux dans les 4 essais de confiture.

Les moyennes suivies de la même lettre d'un sucre réducteur n'ont pas de différence significative ; à partir des résultats; la présence de la pectine industrielle entraînerait une diminution de sucres réducteurs dans le produit fini qui accusent les faibles taux de sucres. Ce qui permet de confirmer que la pectine n'exerce pas une trop grande influence sur la teneur en sucres réducteurs du produit fini parce qu'elle est ajoutée en fin de cuisson.

L'analyse de la courbe du sucre total ne fait pas ressortir de différence significative entre les moyennes des échantillons.

Les résultats laissent dire que l'ajout de pectine aux différents traitements quelque soit la dose n'exerce aucune influence sur la quantité de sucres totaux contenus dans la confiture.

II.3. Résultats d'analyses microbiologiques du produit fini (confiture)

Les résultats d'analyses microbiologiques du produit fini sont donnés sur le tableau 21

Tableau n°18 : Résultats d'analyses microbiologiques du produit fini.

| Germes recherchés | Produit fini (confiture) | | | | Normes |
|--------------------------------------|--------------------------|---------|---------|---------|-----------------|
| | Essai 1 | Essai 2 | Essai 3 | Essai 4 | |
| Germes aérobies Mésophiles totaux | 00 | 00 | 00 | 00 | 10 ² |
| Levures | abs | abs | abs | abs | abs |
| Moisissures | abs | abs | abs | abs | abs |

Abs : absence

*Journal officiel de la république algérienne N°35 daté le 27 mai 1998.

D'après les résultats de l'analyse microbiologique on observe une absence totale des germes pathogènes quelque soit le % d'incorporation de la pectine

Ce qui implique la bonne qualité microbiologique des matières premières et par les bonnes conditions de stockage avec des précautions et une grande attention portée sur l'hygiène tout au long de la manipulation.

Les traitements thermiques réalisés (pasteurisation) possèdent une efficacité sur la destruction de tous germes pathogènes.

Selon Bourgeois et al, (1996) la pasteurisation a pour but d'une part de réduire les risques pour la santé publique liées aux microorganismes pathogènes, d'autre part allongé la durée de vie commerciale des produits.

II.4.Evaluation organoleptique

Les résultats du gélifiant ayant un effet sur la texture de confiture formulé sont regroupés dans le tableau(25) ci-dessous.

Tableau n°19 : Résultats de texture des produits finis

| Essais | La texture |
|---------------|------------------------|
| 1 | gélifiante |
| 2 | Moyennement gélifiante |
| 3 | gélifiante |
| 4 | Très gélifiante |

D'après ces résultats on montre que les deux essais (1et 3) ont une bonne texture comparativement à deux essais 2 et 4.

Les résultats de l'analyse organoleptique évaluée par le jury de dégustation sont présentés dans le tableau (26) ci-dessous.

Tableau n°20 : Résultats de l'évaluation de la qualité organoleptique.

| Essais | Texture | Odeur | Goût | Couleur |
|--------|-----------------------|----------|------------------|---------|
| 1 | gélifiante | agréable | sucré | caramel |
| 2 | moyennement gélifiant | agréable | légèrement amère | miel |
| 3 | bonne gélification | agréable | sucré | caramel |
| 4 | Très gélifiante | agréable | Arrière-goût | brune |

D'après les résultats de l'évolution organoleptique, on constate que :

-L'essai 1 : à une meilleure texture gélifiante, un goût sucré, une couleur caramel et une odeur agréable.

L'utilisation de la dose 0,4% de pectine conduit à une texture agréable, gélifiante, une belle couleur ce qui montre la bonne qualité de produit fini.

- L'essai 2: texture moyennement gélifiant, un goût légèrement amère, une couleur miel et une odeur agréable.

L'utilisation de la dose 0,6 % de pectine conduit à une texture désagréable et n'est pas gélifiante malgré l'utilisation de la même quantité du (sel, sucre, vanille et bicarbonate de sodium).

- L'essai 3: représente une bonne texture gélifiant, une couleur caramel, un goût sucré et une odeur agréable.

L'utilisation de la dose 0,8 % de pectine conduit à une texture agréable, gélifiante, une belle couleur ce qui montre la bonne qualité de produit fini

- **L'essai 4:** représente une texture très gélifiante, odeur agréable, couleur brune et un arrière-goût.

L'augmentation de la dose de pectine (1%) conduit à une texture très gélifiante ce qui rend la confiture désagréable, ainsi on élimine l'essai(4) (sa texture très gélifiante). (Voir le profil organoleptique)

II.5. Profil organoleptique

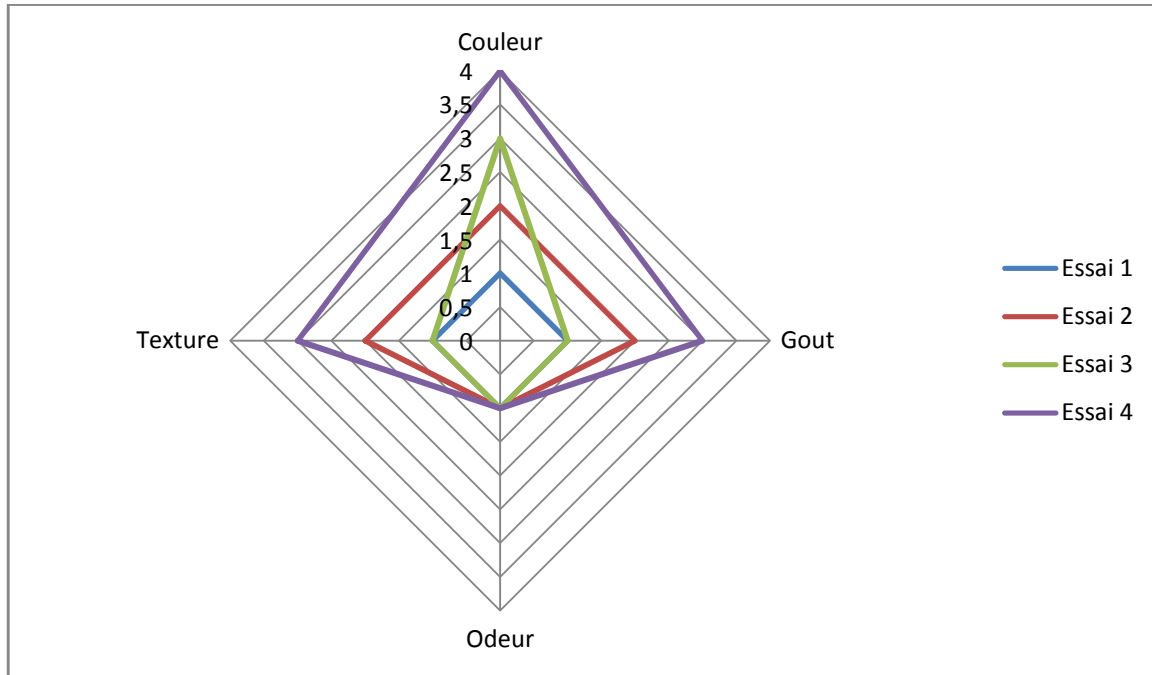


Figure 21 : profil organoleptique d'un 4 essai de confiture de lait enrichie en pectine d'agrumes

D'après ces résultats on montre que les deux essais (1 et 3) ont une bonne texture comparativement à deux essais 2 et 4.

Analyse physico-chimique et microbiologique :

Appareillage :

- Agitateur magnétique.
- Autoclave.
- Bain-marie.
- Balance analytique.
- Bec bunsen.
- Centrifugeuse.
- Dessiccateur.
- Eprouvette à bec à 250 ml
- Etuves 22°, 30°C, 37°, 44°C.
- pH mètre.
- Réfrigérateur.
- Thermomètre.
- Thermo-balance-lactodensimètre de 1000-1100.

Verrerie et autre matériel :

- Fioles.
- Spatule en inox.
- Pipettes graduées (1ml, 10 ml, 11 ml).
- Pipettes pasteur.
- Boîtes de pétrie.
- Tubes à essai et flacon stériles.
- Bécher.
- Capsule à fond plat.
- coupelle en aluminium.
- Erlen-meyer.
- Eprouvette graduée.

- Burette.
- Butyromètre à lait Gerber.
- Burette à robinet.
- Centenaire de pipette.
- Portoirs.
- Coupelle en aluminium.
- Godet.
- Spatule en inox.

Réactifs et solutions :

- Solution d'acide sulfurique H_2SO_4 ($d=1,825$, $d=1,84$) à 0,02 N.
- Hydroxyde de sodium NaOH (N/9).
- Alcool iso amylique.
- Phénolphtaléine (solution alcoolique à 1%).
- Solution de nitrate d'argent $AgNO_3$ (0,1 N).
- Solution de biochromate de potassium K_2CrO_3 à 10%.
- Méthyle orange.
- Solution tampon ammoniacal (pH=10).
- Solution d'Ethyle diamine tétra acétique (EDTA).
- Réactif de Kovacs.
- Solution d'alun de fer.
- Solution de sulfite de potassium.
- Solution de tellurite de potassium.
- Noir d'ériochrome T (NET).
- Eau distillé.

Fiche Technique

PECTINE Rapid Set (RS) 150 E440i

Poudre fine de couleur blanc-crème à beige clair, d'odeur et de goût neutres.



I. Description

I.1.Composition / étiquetage

Pectine de fruits fortement estérifiée : E440. Produit standardisé par ajout de sucres.

I.2 Mode d'action / Propriétés

- Formation d'un gel en milieux aqueux sucré (Supérieur à 60% par rapport à l'extrait sec) et acide.
- Le gel se forme lors du refroidissement (de préférence rapide) et la vitesse de prise de gel est rapide (4 à 8 minutes). Si la durée de coulage de la confiture en pots dépasse ce temps, il est préférable d'utiliser la pectine médium rapide set 150° dont la vitesse de prise en gel est plus lente de 15 à 25 mn.
- La gélification optimale est obtenue pour un pH compris entre 3 et 3,2 : elle est déclenchée par l'addition d'acide en solution, juste avant la coulée. Le gel obtenu n'est pas réversible par chauffage.

I.3.Utilisations

Agent de texture

I.4.Dosage

0,25 à 0,5 %

I.5.Mode d'emploi / conseils de mise en œuvre

Afin d'éviter la formation de grumeaux prémélanger avec d'autres ingrédients secs (avec 3 à 5 fois son poids de sucre par exemple), puis verser la préparation dans le liquide chaud sous vive agitation et maintenir cette agitation jusqu'à dispersion complète. Se solubilise aisément en 15 à 20 minutes.

S'utilise dans les confitures, gelées et fourrages aux doses de 1 à 3 g/Kg de produit fini

Spa*UNITE DE SICAM*BLIDA

Département Contrôle Qualité

FICHE DE DEGUSTATION

PRODUIT : CONFITURE.

NOM :

PRENOM :

SEXE : M

FUMEUR : OUI

F

N

| Essais | Texture | Odeur | Goût | Couleur |
|---------------|--------------------------|--------------|---------------------|----------------|
| 1 | gélifiante | agréable | sucré | caramel |
| 2 | moyennement gélifiant | agréable | légèrement amère | miel |
| 3 | bonne gélification | agréable | sucré | caramel |
| 4 | Très gélifiante | agréable | Arrière-goût | brune |

NOTATION

I EXELLANT

II MAUVAIS

III BON

IV MAUVAIS

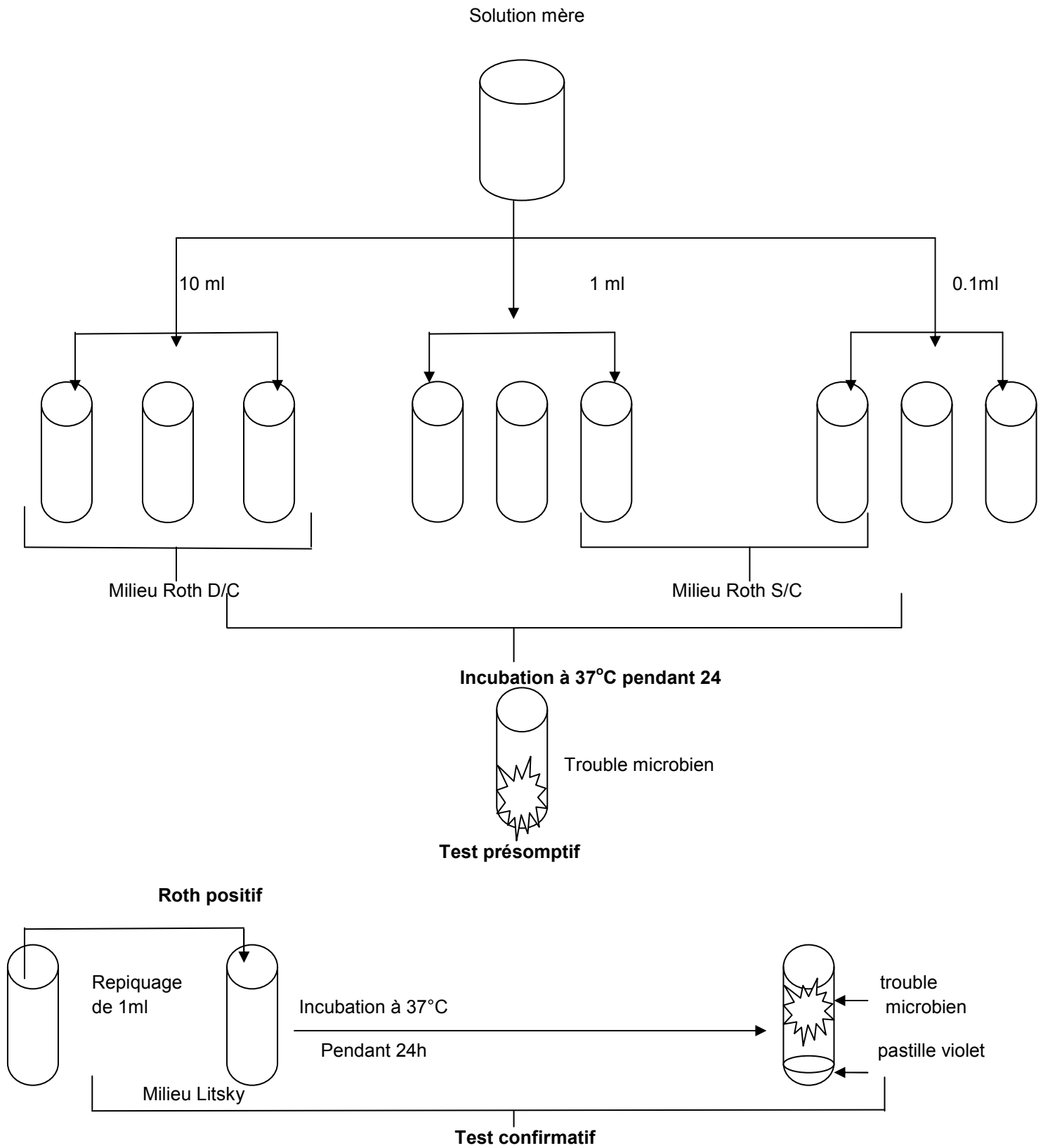
DEGUSTATEUR :

Table de Mac GRADY

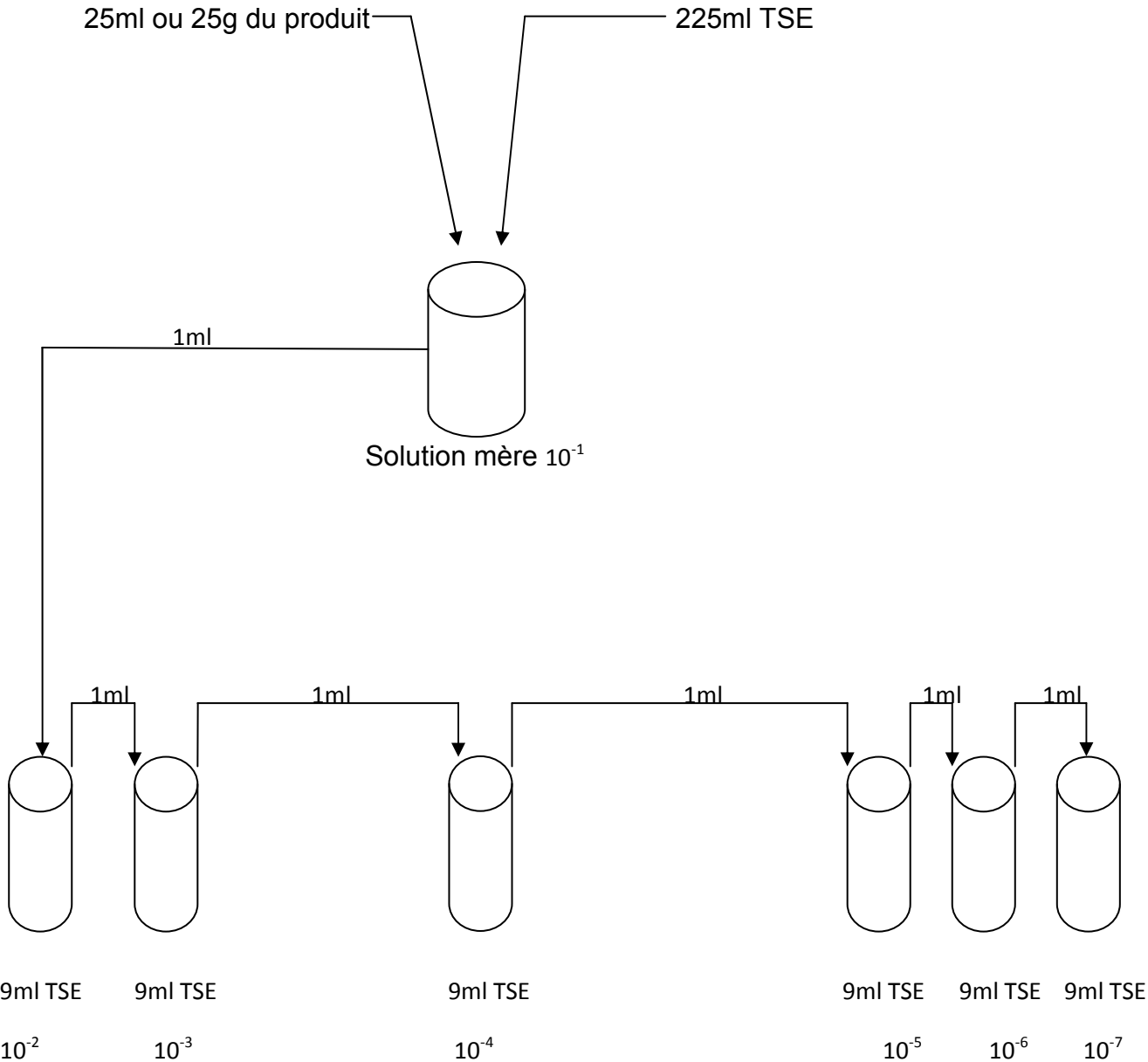
| Nombre caractéristique | Nombre de microorganisme |
|------------------------|--------------------------|
| 000 | 0,0 |
| 001 | 0,3 |
| 010 | 0,3 |
| 011 | 0,6 |
| 020 | 0,6 |
| 100 | 0,4 |
| 101 | 0,7 |
| 102 | 1,1 |
| 110 | 0,7 |
| 111 | 1,1 |
| 120 | 1,1 |
| 121 | 1,5 |
| 130 | 1,6 |
| 200 | 0,9 |
| 201 | 1,4 |
| 202 | 2,0 |
| 210 | 1,5 |
| 211 | 2,0 |
| 212 | 3,0 |
| 220 | 2,0 |
| 221 | 3,0 |
| 222 | 3,5 |
| 223 | 4,0 |
| 230 | 3,0 |
| 231 | 3,5 |
| 232 | 4,0 |
| 300 | 2,5 |
| 301 | 4,0 |
| 302 | 6,5 |
| 310 | 4,5 |
| 311 | 7,5 |
| 312 | 11,5 |
| 313 | 16,0 |
| 320 | 9,5 |
| 321 | 15,0 |
| 322 | 20,0 |
| 323 | 30,0 |
| 330 | 25,0 |
| 331 | 45,0 |
| 332 | 110,0 |
| 333 | 140,0 |

Indice NPP : combinaison de résultats positifs et négatifs obtenus avec 1 fraction de 50 ml, 5 fractions de 10 ml et 5 fractions de 1 ml.

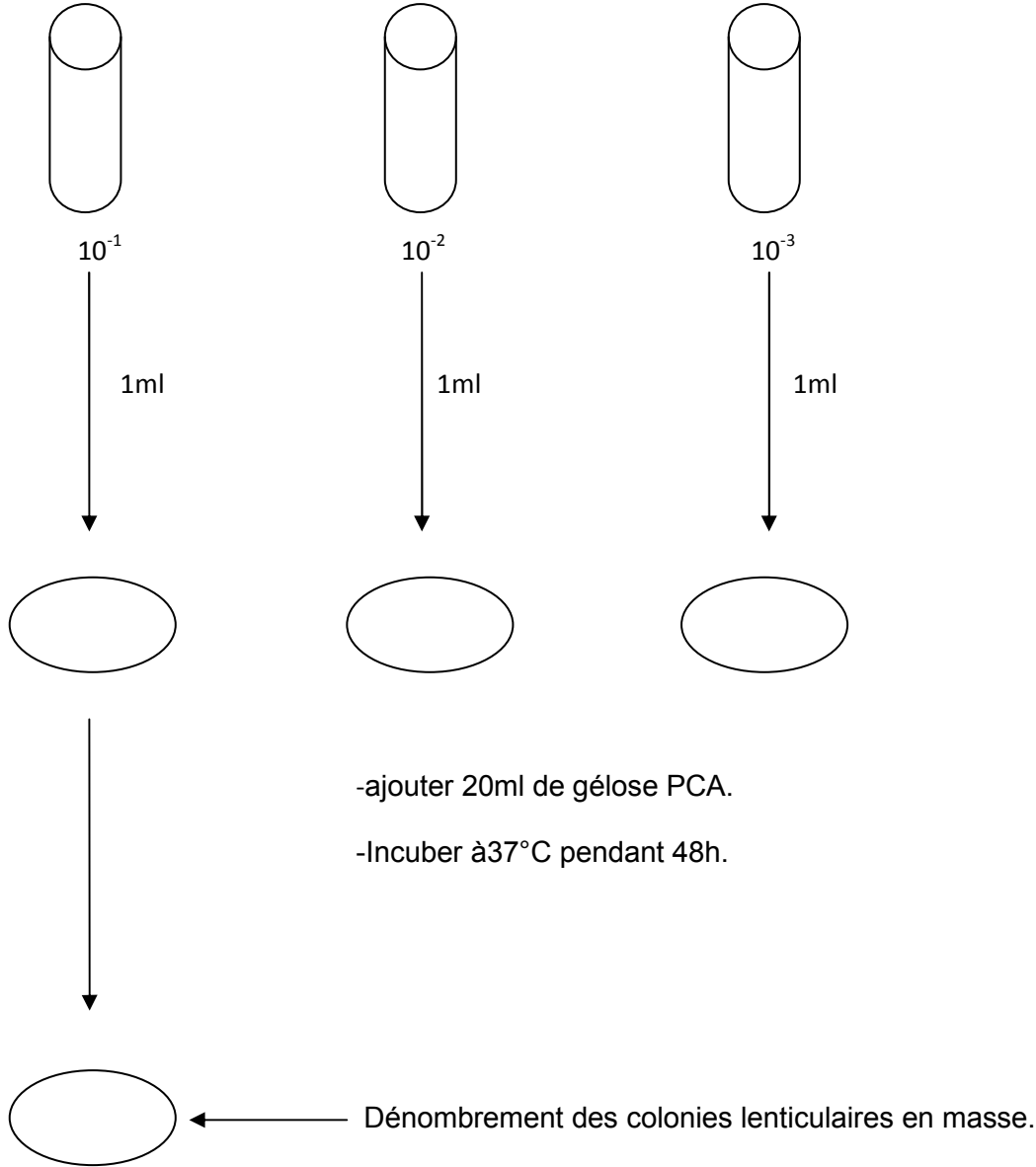
| 1 flacon de 50 ml | 5 tubes de 10 ml | 5 tubes de 1 ml | Indice NPP |
|-------------------|------------------|-----------------|------------|
| 0 | 0 | 1 | 1 |
| 0 | 0 | 2 | 2 |
| 0 | 1 | 0 | 1 |
| 0 | 1 | 1 | 2 |
| 0 | 1 | 2 | 3 |
| 0 | 2 | 0 | 2 |
| 0 | 2 | 1 | 3 |
| 0 | 2 | 2 | 4 |
| 0 | 3 | 0 | 3 |
| 0 | 3 | 1 | 5 |
| 0 | 4 | 0 | 5 |
| 1 | 0 | 0 | 1 |
| 1 | 0 | 1 | 3 |
| 1 | 0 | 2 | 4 |
| 1 | 0 | 3 | 6 |
| 1 | 1 | 0 | 3 |
| 1 | 1 | 1 | 5 |
| 1 | 1 | 2 | 7 |
| 1 | 1 | 3 | 5 |
| 1 | 2 | 0 | 9 |
| 1 | 2 | 1 | 7 |
| 1 | 2 | 2 | 10 |
| 1 | 2 | 3 | 12 |
| 1 | 3 | 0 | 8 |
| 1 | 3 | 1 | 11 |
| 1 | 3 | 2 | 14 |
| 1 | 3 | 3 | 18 |
| 1 | 3 | 4 | 21 |
| 1 | 4 | 0 | 13 |
| 1 | 4 | 1 | 17 |
| 1 | 4 | 2 | 22 |
| 1 | 4 | 3 | 28 |
| 1 | 4 | 4 | 35 |
| 1 | 4 | 5 | 43 |
| 1 | 5 | 0 | 24 |
| 1 | 5 | 1 | 35 |
| 1 | 5 | 2 | 54 |
| 1 | 5 | 3 | 92 |
| 1 | 5 | 4 | 161 |
| 1 | 5 | 5 | 240 |



Figure(22): Recherche et dénombrement des Streptocoques fécaux



Figure(23): Préparation des dilutions décimales



Figure(24): Recherche et dénombrement des germes aérobies mésophile totaux

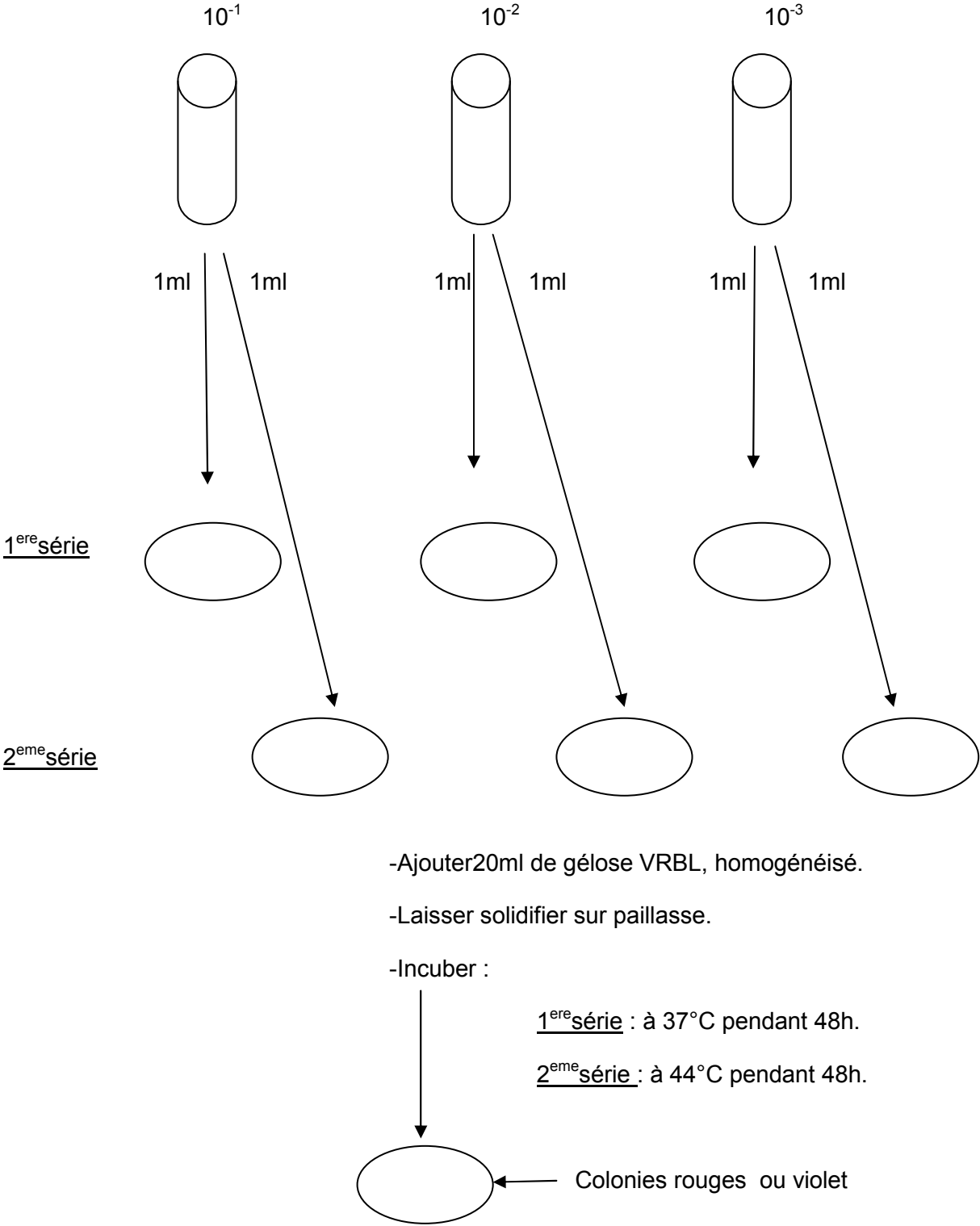


Figure 25: Recherche et dénombrement des coliformes totaux et fécaux

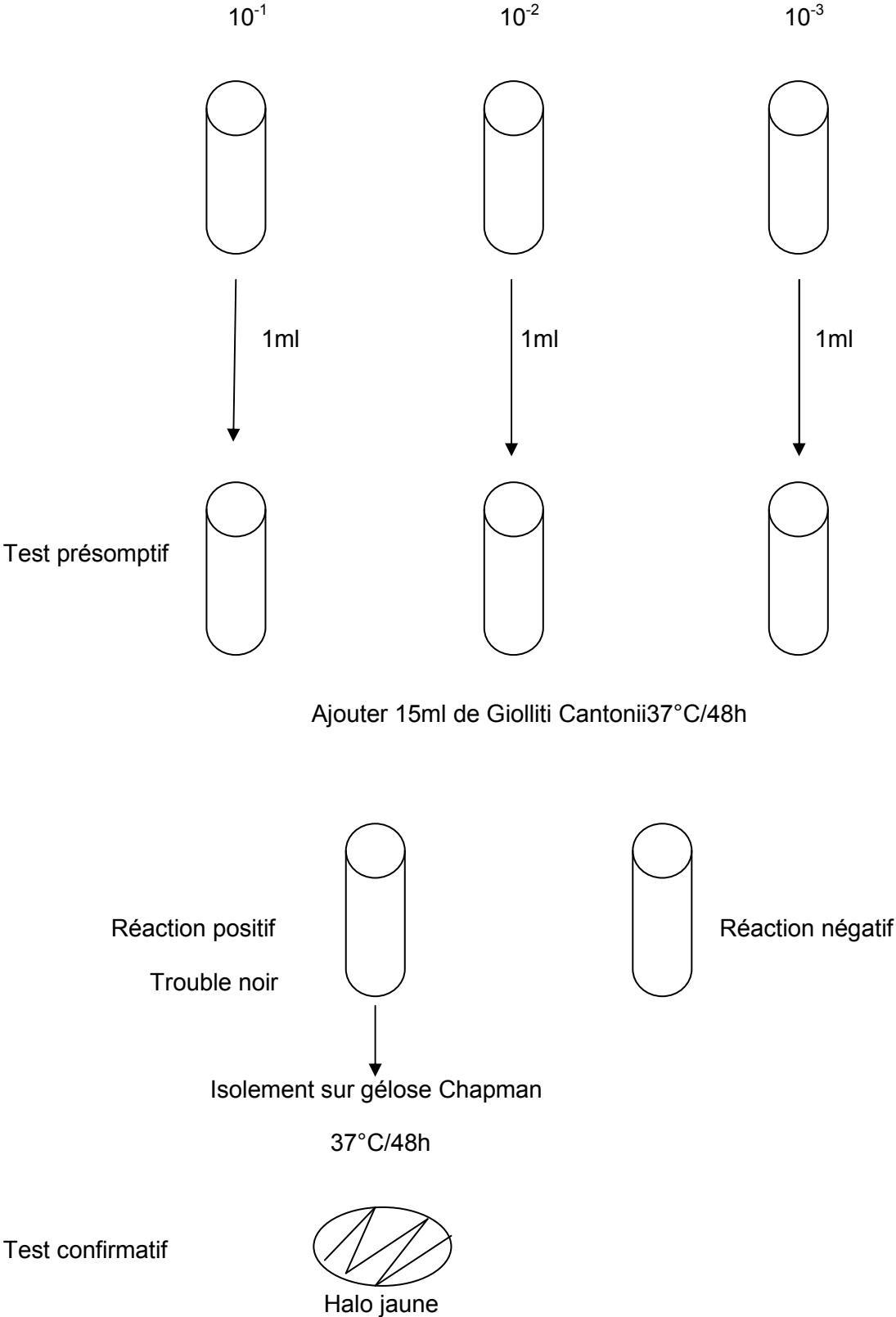
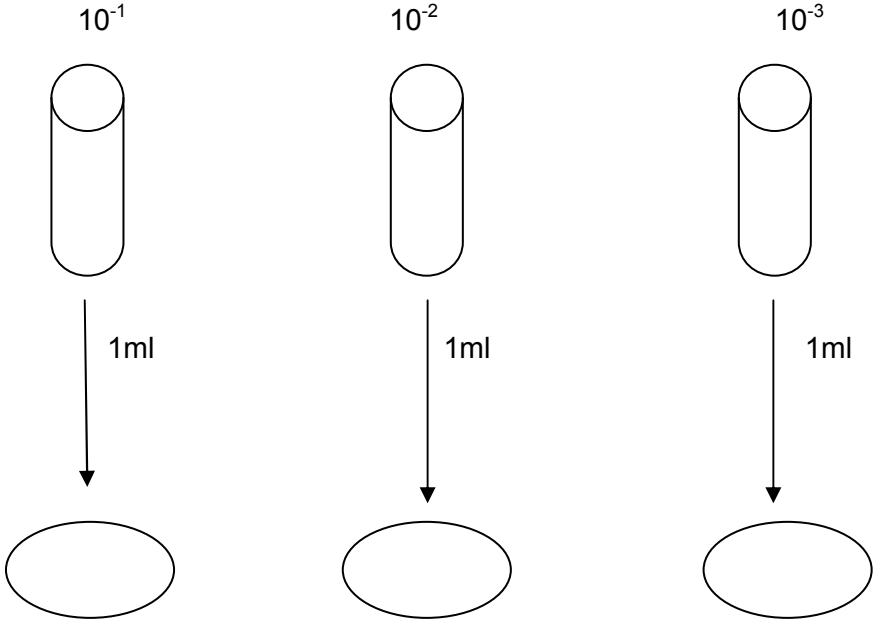


Figure 26 : Recherche et dénombrement de *Staphylococcus aureus*



- Couler avec 20ml de milieu Sabouraud
- Homogénéiser
- incuber à 22°C/48h

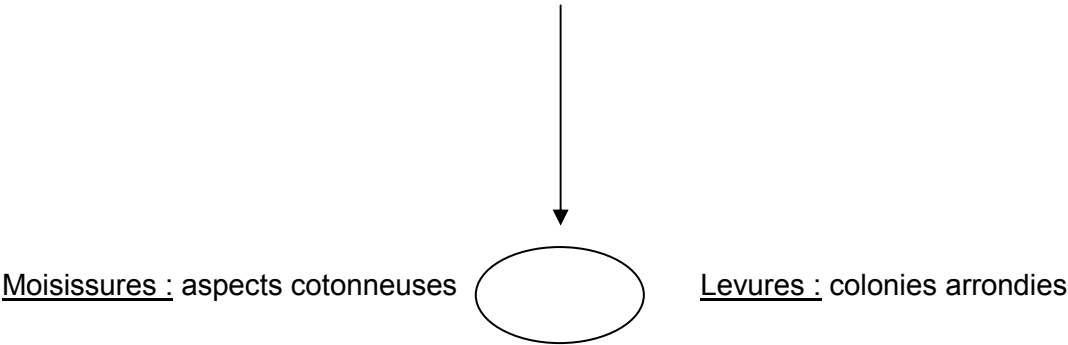


Figure 27: Recherche et dénombrement des levures et moisissures

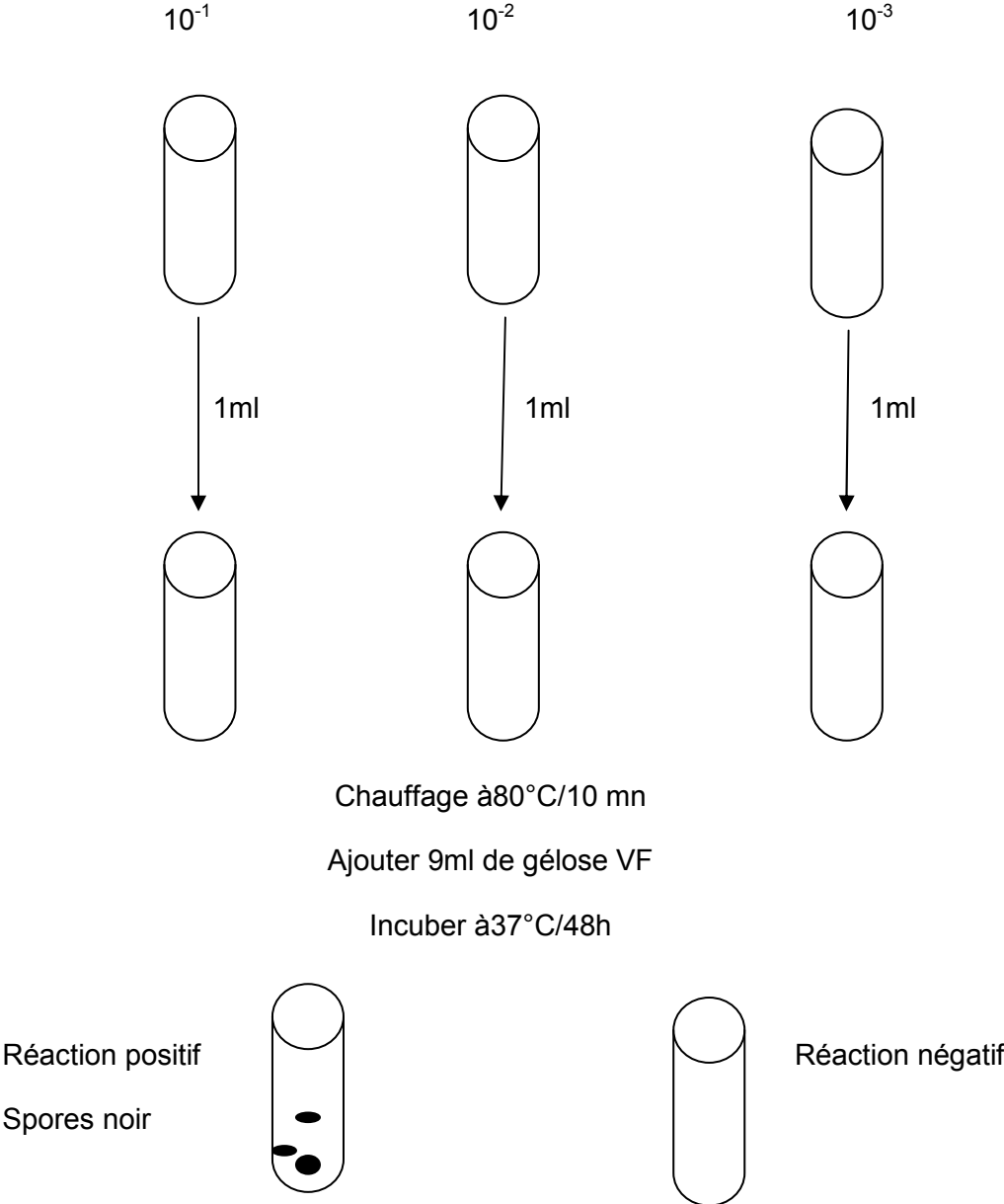


Figure 28: Recherche et dénombrement de *Clostridium* sulfito-réducteur

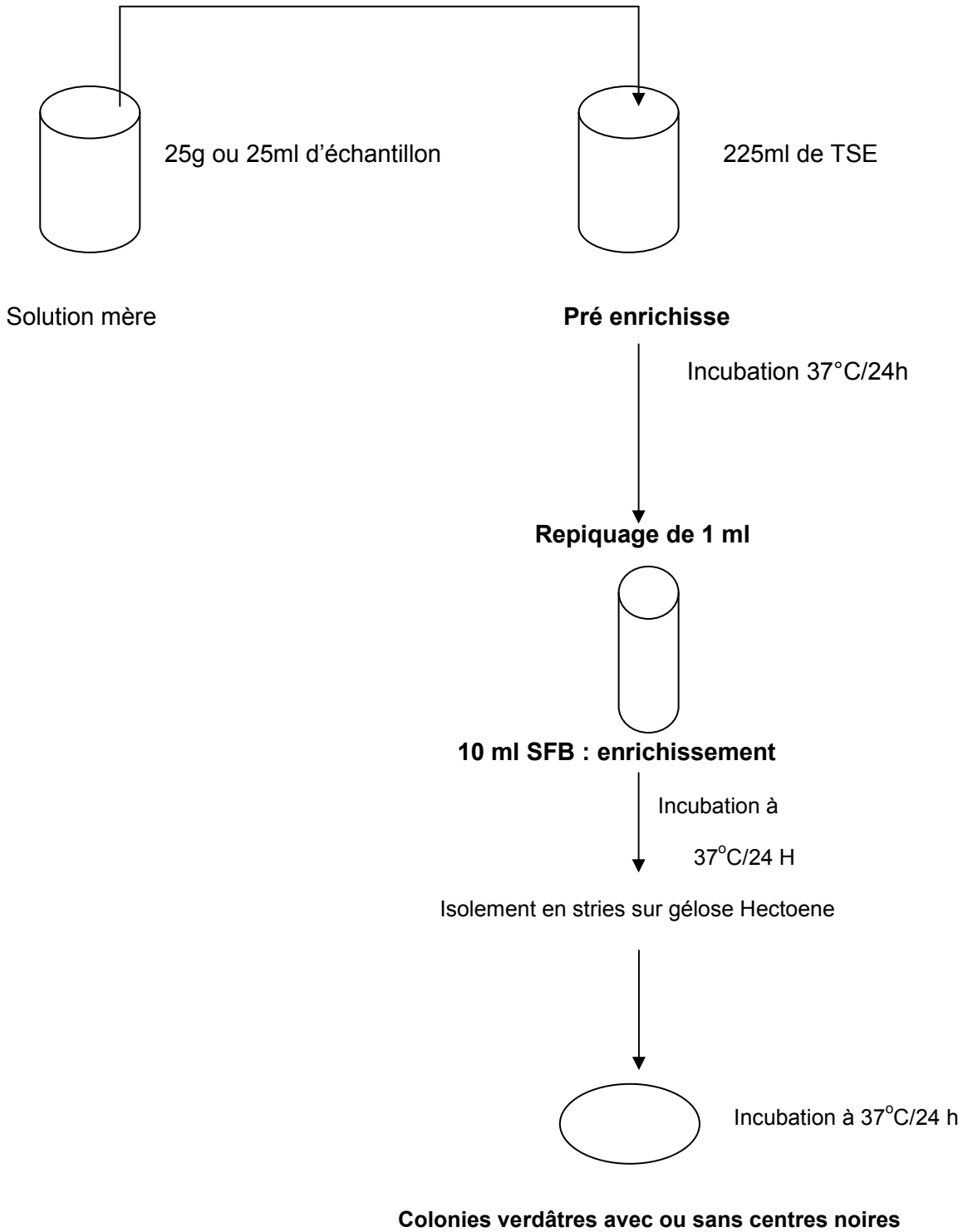


Figure 29: recherche et dénombrement des Salmonelles



Figure 30 : Balance à précision



Figure 31 : Plaque chauffante



Figure 32 : réfractomètre