

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université de Mouloud MAMMERY de Tizi-Ouzou
Faculté des Sciences Biologiques et Agronomiques.



MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme

Master en Alimentation Humaine et Qualité des Produits.

Thème

Essai de fabrication d'une boisson lactée chocolatée à différentes concentrations de carraghénanes et évaluation des paramètres physico-chimiques, rhéologiques et microbiologiques.

(Laiterie TASSILI, Tizi-Ouzou).

Réalisé par :

M^{elle} IMMOUN Samia
M^{elle} DERRIDJ Lydia

Présenté devant le jury :

D^r AMIR. Y

Président de jury

Professeur UMMT-O

D^r AMROUCHE. T

Encadreur

Maitre de conférences (A) UMMT-O

M^r SADOUDI. R

Examineur

Maitre de conférences (B) UMMT-O

M^{me} SENOUSI. C

Examinatrice

Maitre assistante UMMT-O

M^r BOURAS. R

Co-Encadreur

Maitre de conférences (A) UMMT-O

Promotion : 2014 /2015

Remerciements

Tous d'abord, nous remercions le bon Dieu, le tout puissant de nous avoir donné le courage, la force et la volonté de mener à long notre travail.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude aux personnes, qui grâce à leur aide, notre travail a vu le jour :

*Notre promoteur **D^r AMROUCHE Tahar**, pour avoir accepté de diriger ce travail et pour tous ses conseils avisés.*

*Que nos vifs remerciements aillent à **M^r AYRED**, pour nous avoir permis de réaliser notre travail au sein de son entreprise « **TASSILI**».*

*Tout le personnel de la laiterie « **TASSILI** » pour leurs aides à la réalisation de ce travail surtout **SOUHILA, JASMINE et SAMHEN**.*

*Un grand merci à **Monsieur BOURAS Rachid** maître de conférences au département de génie mécanique, pour son aide précieuse et pour sa contribution à l'avancée de ce travail, on remercie également **M^r DAHMOUS** et **M^r ANARIS**, de département génie mécanique, l'expression de nos sincères gratitude pour leur disponibilité et leur application.*

*Nous exprimons notre reconnaissance à **Monsieur AMIR.Y**, Professeur à l'UMMTO qui a accepté de présider le jury. Nous remercions également **M^{me} SENOUSSE C** et **M^r SADOUDI. R**, qui nous font l'honneur d'être les examinateurs de ce mémoire.*

Dédicace

Je dédie ce mémoire

A mes chers parents

Pour leur patience, leur amour, leur soutien et leur encouragement.

A mes frères et à ma chère sœur Sonia qui m'a épaulée et m'a énormément soutenue.

A tous les gens qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

Au très cher Lyès qui m'a aidé, soutenu, conseillé et encouragé.

Sans oublier ma binôme Samia, pour toute la patience qu'elle a eu avec moi.

A mes amis et camarades.

DERRIDJ Lydia

Résumé	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	

SOMMAIRE

Introduction	1
<i>PREMIÈRE PARTIE : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</i>	
Chapitre I : Généralités sur la boisson lactée chocolaté	3
I.1 Définition	3
I.2 Types de boisson lactée	3
I.3 Lait au chocolat	3
I.3.1 Définition	3
I.3.2 Composition	4
I.3.2.1 Lait	4
I.3.2.2 L'eau	6
I.3.2.3 Poudre de cacao	6
I.3.2.4 Sucre	7
I.3.2.5 Arome	7
I.3.2.6 Vitamines	8
I.3.2.7 Épaississants	8
I.3.3 Valeur nutritionnelle	9
I.3.4 Lait au chocolat et les enfants	10
I.3.5 Lait au chocolat et le sucre	10
I.3.6 Lait au chocolat et l'hyperactivité	11
I.3.7 Les études nutritionnelles	12
Chapitre II : Technologie de fabrication de boisson lactée chocolatée	13
II.1 Etapes de fabrication du lait au chocolat à l'échelle industrielle	13
II.2 Inconvénients et avantages du traitement UHT	16
II.3 Les altérations principalement rencontrées dans le lait chocolaté UHT	16

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments	17
III.1. Rhéologie	17
III.1.1 Les mesures rhéologiques	17
III.1.2 Types des fluides	18
III.1.2.1 Les fluides Newtoniens	18
III.1.2.2 Les fluides non Newtoniens	18
III.1.3 Facteurs influençant les propriétés rhéologiques	18
III.1.3.1 La température.....	18
III.1.3.2 Le taux de cisaillement.....	19
III.2 Carraghénane.....	20
III.2.1 définition	20
III.2.2 Origine et extraction.....	20
III.2.3 composition et structure chimique	21
III.2.4 types de carraghénanes.....	22
III.2.5 propriétés	23
III.2.6 caractéristique des carraghénanes	24
III.2.6.1 La solubilité des carraghénanes.....	24
III.2.6.2 La gélification	25
III.2.6.3 Stabilité.....	26
III.2.7 Interaction des polysaccharides avec les p rotéines	27
III.2.8 Nature des interactions dans les systèmes polysaccharides-protéines	27
III.2.9 Intéraction des carraghénanes avec le lait	30
III.3 Amidon.....	32
III.3.1 Composition	32
III.3.2 Mode d'action de l'amidon	32
III.3.3 Propriété de l'amidon	33

DEUXIÈME PARTIE : EXPERIMENTALE

I .Matériels et méthodes	35
I.1 Présentation de la laiterie DRAA BEN KHEDDA (Tassili)	35
I.2 Objectif de l'étude.....	36
1.3 Démarche expérimentale.....	37
I.4 Matières premières.....	37

I.5 Appareillage	37
I.6 Processus de fabrication du lait chocolaté	37
I.7 Composition des différents essais	39
I.8 Analyses physicochimiques du lait reconstitué (matière première).....	39
I.8.1 Mesure du ph et de la température	39
I.8.2 Détermination de la densité	39
I.8.3 Détermination de l'acidité titrable (Dornic)	40
I.8.4 Détermination de la matière grasse par la méthode acido-butyrométrique de GERBER	40
I.8.5 Détermination de l'extrait sec totale (EST) et l'extrait sec dégraissé (ESD)	41
I.8.6 Détermination de la stabilité par un test d'alcool	41
I.9 Analyses physicochimiques des produits fini	42
I.9.1 Mesure du pH et de l'EST.....	42
I.9.2 Détermination de la densité	42
I.9.3 Détermination de l'acidité.....	42
I.10 Analyse rhéologique des produits finis	42
I .10.1 Analyse de la viscosité des laits chocolatés	42
I.11 Analyses visuelles des produits fini	47
I.12 Analyses microbiologiques du produit fini (lait chocolaté).....	47
I.12.1 Recherche et dénombrement de la flore mésophile aérobie totale.....	48
I.12.2 Recherche et dénombrement des coliformes totaux et fécaux	48
I.12.3 Recherche et dénombrement des levures et moisissures	49
I.12.4 Recherche et dénombrement des clostridium	50
II. Résultats et discussions	51
II.1 Résultats des analyses physico-chimiques du lait reconstitué.....	51
II.2 Résultats des analyses physico-chimiques des produits finis	53
II.3 Résultats de l'analyse rhéologique (viscosité) des produits finis	54
II.4 Résultats de l'analyse visuelle des produits finis	66
II.5 Résultats des analyses microbiologiques des produits finis	69
Conclusion et perspectives.....	72

Références bibliographiques

Annexes

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Lait au chocolat	03
Figure 2 : Diagramme des différentes étapes de fabrication du lait chocolaté à l'échelle industrielle.....	14
Figure 3 : Les différentes couches de l'emballage aseptique.....	15
Figure 4 : La poudre de carraghénane	20
Figure 5 : La structure chimique de kappa carraghénane.....	22
Figure 6 : La structure chimique de iota carraghénane	23
Figure 7 : Structure chimique le lamda carraghénane.....	23
Figure 8 : Formation de l'anhydrogalactose	25
Figure 9 : L'agrégation des hélices.....	26
Figure 10 : Différentes situations de mélanges polysaccharides – protéines dans l'eau....	28
Figure 11 : Modele d'interaction de la ~arraghknane avec les micelles de caséines dans le lait.....	30
Figure 12 : Mécanismes de gélification du K-carraghénane en présence d'ions K+.....	31
Figure 13 : Comportement de grain d'amidon en fonction de la chaleur	34
Figure 14 : Organigramme des différents services	36
Figure 15 : Chauffage et agitation du mélange	38
Figure 16 : Rheostress 1	43
Figure 17 : Le rhéomètre lié au logiciel RheoWin.....	43
Figure18 : Composition du rhéomètre de type HAAKE Rheostress 1	44
Figure 19 : La contrainte de cisaillement en fonction du temps lors du précisaillement et de cisaillement.....	46
Figure 20 : Ensemencement des échantillons dans les milieux de culture	47
Figure 21 : Valeurs obtenus par le logiciel RheoWin Data Manager	55
Figure 22 : Transfert des données sur le logiciel KaleidaGraph	56
Figure 23 : La courbe du taux de cisaillement en fonction de la contrainte	57
Figure 24 : Calcul du taux de la viscosité	58
Figure 25 : Rhéogramme pour l'échantillon 1 (Essai 1)	59
Figure26 : Rhéogramme pour l'échantillon 1 (Essai 2).....	59
Figure 27 : Rhéogramme pour l'échantillon 1 (Essai 3)	60
Figure 28 : Rhéogramme pour l'échantillon 2 (Essai 1)	60
Figure 29 : Rhéogramme pour l'échantillon 2 (Essai 2).....	61

LISTE DES FIGURES

Figure 30 : Rhéogramme pour l'échantillon 2 (Essai 3)	61
Figure 31 : Rhéogramme pour l'échantillon 3 (Essai 1)	62
Figure 32 : Rhéogramme pour l'échantillon 3 (Essai 2)	62
Figure 33 : Rhéogramme pour l'échantillon 3 (Essai 3)	63
Figure 34 : Rhéogramme pour l'échantillon 4 (Essai 1)	63
Figure 35 : Rhéogramme pour l'échantillon 4 (Essai 2)	64
Figure 36 : Rhéogramme pour l'échantillon 4 (Essai 3)	64
Figure 37 : Le taux de la viscosité en fonction de la concentration des caraghénanes	65
Figure 38 : Photos illustrant l'aspect visuel des préparations de lait chocolatées obtenues à différentes concentrations de carraghénanes. (A) : 0,00% Carg ; (B) : 0,02% Carg ; (C) : 0,04% Carg; (D) : 0,06%	67
Figure 39 : Dénombrement de la FTAM sur milieu PCA.....	70
Figure 40 : Dénombrement des levures et moisissures sur milieu Sabouraud.....	70
Figure 41 : Dénombrement des coliformes sur milieu VRBL	70
Figure 42 : Dénombrement des Clostridium sur milieu VF	70

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Constituants de la poudre de cacao non sucré pour 100 g	7
Tableau 2 : Les quantités des différentes vitamines ajoutées dans 100ml de lait chocolaté...8	8
Tableau 3 : Apports nutritionnels moyens pour 100 ml de lait chocolaté	9
Tableau 4 : Teneur en caféine de certaines boissons	11
Tableau 5 : Profile de l'entreprise « Laiterie TASSILI »	35
Tableau 6 : Les ingrédients et leurs proportions dans la formulation utilisée dans les différents essais réalisés.....	39
Tableau 7: Analyses microbiologiques effectuées sur les produits obtenus.....	48
Tableau 8 : Les résultats des analyses physico- chimiques du lait reconstitué.....	51
Tableau 9 : Résultats des analyses physico-chimiques des produits finis.....	53
Tableau 10 : La moyenne de la viscosité de chaque échantillon	65
Tableau 11: Résultats des analyses microbiologiques des produits finis.....	69

LISTE DES ABREVIATIONS

Carg : carraghénane

% : Pourcentage

°C : degré Celsius

°D : degré Dornic

T° : température

AFNOR : Association Française de Normalisation

ESD : extrait sec dégraissé

EST: extrait sec total

FTAM: Flore Totale Aérobie Mésophile

g: gramme

J.O.R.A.: Journal Officiel de la République Algérienne

l : litre

MG : matière grasse

ml : millilitre

PCA : Plate Conte Agar

SAB : Sabouraud

pH : potentiel Hydrogène

TSE : Tryptone-Sel-Eau

UFC : Unité Formant Colonies

VRBL : Gélose Lactosée Biliée au Cristal Violet et au Rouge neutre

VF : viande de foie.

UHT : Ultra Haute Température

CMC : Carboxy-méthylcellulose

RESUME

La préparation des boissons lactées chocolatées met en jeu plusieurs paramètres technologiques affectant, tant les caractéristiques physico-chimiques et rhéologiques qu'organoleptiques. Même si dans l'ordre d'importance, la première place est accordée à la saveur, pour ce type de produit, les propriétés rhéologiques parce qu'elles déterminent la texture, sont à évaluer par des mesures appropriées.

Le présent travail, a pour objectif de déterminer l'influence de la concentration en carraghénane (épaississant) sur les propriétés physico chimiques, microbiologiques et rhéologiques de la boisson lactée chocolatée préparée au laboratoire.

L'ensemble des analyses physico-chimiques, microbiologiques et rhéologiques, montrent que la concentration de carraghénanes à 0,04% permet non seulement d'obtenir la texture recherchée mais aussi d'avoir un produit stable, le carraghénane est le principal constituant qui joue un rôle dans la stabilité du produit. Ce dernier permet de créer un gel d'aspect et de consistance différents ainsi que d'épaissir l'aliment.

Les résultats obtenus laissent suggérer une possibilité de la production d'une nouvelle boisson lactée chocolatée à l'échelle industrielle laitière.

Mots clés : Boisson lactée chocolaté, lait chocolaté. Carraghénane. Rhéologie, physico-chimique, microbiologique.

ABSTRACT

The preparation of chocolate milk drinks involves several technological parameters affecting both the physical and chemical characteristics and rheological organoleptic. Even though in the order of importance, the first place is given to the flavor for this type of product, the rheological properties because they determine the texture that is to be assessed by appropriate measures.

This work aims to determine the influence of the concentration of carrageenan (thickener) on physicochemical properties, microbiological and rheological of chocolate milk drink prepared in the laboratory.

The set of physico-chemical, microbiological and rheological, show that the concentration of carrageenan 0.04% not only to obtain the desired texture but also to have a stable product, the carrageenan is the major constituent playing a role in the stability of the product. This allows to create a different appearance and gel consistency and to thicken the food.

The results suggest a possibility to allow the production of a new milky chocolate drink the dairy industrial scale.

Keywords: Chocolate milk drink, hocolate milk. Carrageenan. Rheology, physico-chemical, microbiological.

INTRODUCTION

L'évolution de nos habitudes alimentaires, a conduit l'industrie alimentaire à proposer au consommateur des aliments de plus en plus élaborés, qui répondent au mieux à ces besoins tant sur le plan nutritionnel et organoleptique que de service. Ceci a permis la naissance de nouvelles boissons obtenues par différentes combinaisons, parmi lesquelles on trouve la boisson lactée qui est une boisson à base de lait vache dit parfois aromatisé.

Les boissons lactées sont destinées surtout aux enfants et aux adolescents. Au cours des dernières années, une large gamme de laits UHT aromatisés à différents parfums (fraise, vanille, banane, chocolat, etc.) s'est développée sur le marché algérien ; le plus répandu est aromatisé au chocolat.

Les boissons lactées à teneur garantie en vitamines, protéines, minéraux, etc., sont en forte progression sur un marché encore largement dominé par le lait demi-écrémé de longue conservation. Malgré ses nombreuses années d'existence et son apparente banalisation d'usage dans la vie actuelle, le lait demeure un produit recherché sur le plan nutritionnel. En effet, les industriels ont su s'adapter à l'évolution des besoins des consommateurs. Le lait peut de ce fait apparaître comme un produit innovant et plein d'avenir.

Le succès de ces produits lactés s'explique par l'image de santé, de forme d'équilibre qu'ils véhiculent. Ils participent à une alimentation équilibrée et présentent d'une manière générale les mêmes qualités nutritionnelles que le lait.

Les boissons lactées ne sont pas indispensables. Cependant, elles contribuent à l'hydratation quotidienne et apportent vitamines et minéraux. Certaines boissons sont complémentées en vitamines et en fer (**J. Romain et al, 2008**).

Par ailleurs, elles sont idéales pour récupérer ses forces à la suite d'un effort physique. En effet, le lait apporte environ 20 % de protéines de lactosérum qui fournissent à l'organisme les acides aminés dont il a besoin. Les 80 % restant sont constitués de caséines, une protéine « lente » qui délivre les acides aminés de façon prolongée.

Pour bien récupérer, il est important de compléter l'apport de protéines avec des sucres simples, comme le saccharose. Ainsi, les boissons lactées apportent un mélange idéal de protéines et de glucides pour la récupération après le sport.

Les boissons lactées présentent différents avantages: ce sont des sources de précieux éléments nutritifs et elles ont bon goût. Disponibles partout et faciles à consommer, elles offrent une grande diversité car de nouveaux types de produits et de nouveaux parfums sont régulièrement lancés sur le marché: une conception taillée sur mesure pour les jeunes et qui commence à faire de plus en plus d'adeptes dans les autres classes d'âge. Par ailleurs,

INTRODUCTION

l'onctuosité est considéré comme argument de vente procurant une sensation de plaisir au consommateur.

Cependant, les progrès accomplis dans la diversification des produits élaborés sont dus aux formulations complexes qui contribuent à donner aux produits finis des caractéristiques constantes. De ces formulations, découle celle des épaississants possédant la propriété de se disperser aisément dans l'eau ou dans le milieu aqueux pour aboutir à une augmentation assez conséquente de la viscosité, et quelque fois à un effet gélifiant (**Doublier et al, 2003**).

Ce projet de fin d'étude réalisé au sein de la laiterie Draa Ben Khedda (TASSILI) de Tizi Ouzou a pour objectif de fabriquer une boisson lactée chocolatée, et de déterminer l'impact des carraghénanes (épaississants) sur ses propriétés physico chimiques et rhéologiques.

Chapitre I : Généralités sur la boisson lactée chocolatée

I.1 Définition de la boisson lactée :

Le terme boisson lactée désigne toute boisson prête à la consommation à base de lait liquide nature ou aromatisés écrémé, partiellement écrémé, à faible teneur en matières grasses ou entier.

I.2 Types de boisson dite lactée:

Quelques exemples de boissons dites lactées :

- lait de vache
- Lait fermenté
- Yaourt liquide
- Jus au lait
- Lait au chocolat

I.3 Lait au chocolat :

I.3.1 Définition :

Le lait au chocolat a été créé par Hans Sloane en Jamaïque à la fin des années 1680, il peut être réalisé par mélange du sirop de chocolat (ou la poudre de chocolat) avec du lait (de vache, de chèvre, de soja, de riz, etc.). Il peut être acheté pré-mélangé ou fait à la maison avec soit la poudre de cacao et un édulcorant (comme le sucre ou un substitut de sucre), ou avec du chocolat fondu. D'autres ingrédients sont incorporés à l'échelle industrielle, tels que l'amidon, les carraghénanes, la vanille, arôme artificiel pour donner au consommateur un gout meilleur avec la bonne texture, il est généralement servi froid.



Figure 1 : Lait au chocolat

Chapitre I : Généralités sur la boisson lactée chocolatée

I.3.2 Composition du lait chocolaté industriel :

I.3.2.1 Lait : C'est le principal composant de toutes boissons lactées qui peut être utilisé comme en étant liquide ou sous forme de poudre :

a) Lait liquide :

Le lait est un liquide de couleur blanche, produit par les glandes mammaires des mammifères femelles, dont la composition et les caractéristiques physico-chimiques varient sensiblement selon les espèces animales, et même selon les races. Ces caractéristiques varient également au cours de la période de lactation, ainsi qu'au cours de la traite ou de l'allaitement.

Le lait de vache a une densité moyenne égale à 1,032. C'est un mélange très complexe et très instable. Il contient une forte proportion d'eau, environ 87 %. Le reste constitue l'extrait sec qui représente 130 g par litre, dont 35 à 45 g de matières grasses.

Le lait contient les différents groupes de nutriments. Les substances organiques se répartissent en éléments bâtisseurs (les protéides), et en éléments énergétiques (les glucides et les lipides). À cela s'ajoutent des éléments fonctionnels, c'est-à-dire des sels minéraux (Ca, P, K, Na, Mg, etc.), des vitamines et de l'eau.

Le pH du lait est légèrement acide (pH compris entre 6,4 et 6,8 pour le lait de vache). L'acidité du lait augmente avec le temps. En effet, le lactose va être dégradé en acide lactique, ce qui permettra d'avoir un indicateur du degré de conservation. Pour cela, on utilise le degré Dornic (°D).

- 100 g de lait contiennent 87 g d'eau et 13 g de matière sèche. Les principaux constituants de la matière sèche du lait sont :
 - La **matière grasse** : constituée d'un mélange de lipides simples (98,5 %) qui se trouvent en suspension dans le lait sous forme de minuscules gouttelettes (globules gras) et forment une émulsion.
 - Les **protéines**. On distingue deux groupes :
 - Les caséines, qui représentent 80 % des protéines totales du lait et qui sont des polypeptides complexes, résultats de la polycondensation de différents acides aminés,
 - les séroprotéines, minoritaires (20 %), mais qui possèdent une valeur nutritive plus élevée que les premières. Les micelles de caséines ont un diamètre de l'ordre de 0,1 µm. Les séroprotéines se trouvent dans le lactosérum ;

Chapitre I : Généralités sur la boisson lactée chocolatée

- Le **lactose** : c'est un sucre disaccharide présent en solution dans le lait, et généralement le principal élément solide du lait. Son pouvoir sucrant est six fois plus faible que celui du saccharose.
- **les composants secondaires** du lait sont constitués par les sels minéraux, les enzymes, les vitamines et les oligo-éléments. Sa richesse en calcium et en phosphore fait du lait un aliment très adapté à la croissance des jeunes enfants. Le phosphore y est fixé sous forme de phosphates. Le calcium s'associe au phosphate et à la caséine pour donner le complexe phosphocaséinate de calcium et forme un colloïde. On y trouve également du magnésium, du potassium et du sodium mais il est, du moins pour le lait de vache, pauvre en oligoéléments ;
- **Les vitamines** apportées sont surtout les vitamines B₂, B₁₂ (hydrosolubles) ainsi que les vitamines A, D et E (liposolubles). La vitamine C, présente à hauteur de 8 mg/l dans le lait frais.

La dénomination « lait » sans indication de l'espèce animale de provenance, est réservée au lait de vache. Tout lait provenant d'une femelle laitière autre que la vache doit être désigné par la dénomination « lait » suivie de l'indication de l'espèce animale dont il provient : « lait de chèvre », « lait de brebis », « lait d'ânesse »

Les adultes et les enfants de nombreuses régions du monde préfèrent consommer du lait animal transformé en produits laitiers (fromage, yaourts, boissons lactées etc.). Le lait le plus consommé et le plus utilisé dans les industries laitières est issu de la traite des vaches.

b) Poudre de lait :

La poudre de lait autrefois appelé « *farine de lait* » est constituée de lait déshydraté. La poudre peut provenir de lait entier, demi-écrémé ou écrémé (allégé). Il peut aussi être sucré ou contenir des additifs (vitamines D ajoutées au lait par exemple).

Le lait est composé d'environ 87,5 % d'eau (avec des variations selon la période de lactation, l'animal, l'espèce). Sa déshydratation permet d'abaisser ce taux à 3 % pour ne conserver que très peu d'eau et de protéines, des sels minéraux et des matières grasses du lait (s'il n'a pas été totalement écrémé).

Chapitre I : Généralités sur la boisson lactée chocolatée

Il existe plusieurs types de poudres de lait et les deux variétés principalement utilisées au sein des laiteries sont :

- L'une à une teneur en matière grasse 26% appelé la poudre entier.
- L'autre appelée la poudre écrémé dont la teneur ne dépasse pas 1,25% de matière grasse (elle est sous appellation la poudre de 0% en matière grasse). La teneur en eau pour les deux types de poudre est environ de 0,3 à 4%

I.3.2.2 L'eau : L'eau est un élément essentiel dans la reconstitution du lait en poudre. Elle doit être potable. Sur le plan physico-chimique, elle ne doit pas contenir ni pesticides, ni nitrate, avoir une dureté totale comprise entre 0 et 15 °F et un pH voisin de la neutralité.

Elle doit être de bonne qualité microbiologique afin de contribuer à élaborer un produit dépourvu de micro-organismes nuisibles (**Gosta, 1995 ; Lupein, 1998**).

I.3.2.3 Poudre de cacao :

La poudre de cacao est formée à partir de la pâte de cacao. Des presses sont utilisées pour éliminer une partie des graisses et laisser un matériel solide appelé tourteau de cacao de torsion. Le traitement peut être modifié pour produire des poudres de cacao de différentes compositions et à différents taux de graisse.

La poudre de cacao contient une grande quantité de substances chimiques antioxydantes (les flavonoïdes, de la famille des polyphénols). Elle contient aussi des glucides, des lipides, des vitamines et des sels minéraux. La poudre de cacao est très riche en théobromine, et enfin d'autres substances présentes en très faible quantité, comme l'alcaloïde, le phenylethylamine, tryptophane, théophylline. La composition chimique de la poudre de cacao est indiquée dans le Tableau 1.

Chapitre I : Généralités sur la boisson lactée chocolatée

**Tableau 1 : Constituants de la poudre de cacao non sucré pour 100 g
(E.Vierling. 2002)**

Composants	Quantité
Eau	3 g
Protides	18-22 g
Lipides	25-30 g
Glucides	40 g
Glucides assimilables	11 g
K cal	500
Minéraux	6,5 g
Calcium	100-120 mg
Magnésium	400-500 mg
Potassium	1500 mg
Phosphore	650 mg
Zinc	3.5 mg
Fer	10–12 mg
Acide Oxalique	470 mg
Théobromine	2300 mg
Caféine	68 mg
Vitamine B1	0.13 mg
Vitamine B2	0.40 mg
Vitamine B3	2.70 mg
Vitamine B6	0.14 mg
Vitamine B9	0.038 mg

I.3.2.4 Sucre :

Le sucre ajouté est celui qui a été additionné aux aliments transformés et aux boissons industrielles lorsqu'ils sont fabriqués. Il s'agit aussi de la matière sucrée que vous pouvez ajouter à vos aliments à la maison. Les fabricants alimentaires peuvent ajouter à la fois des sucres présents à l'état naturel (le fructose et le saccharose) comme c'est le cas pour le lait chocolaté au quel on ajoute du saccharose.

I.3.2.5 Arôme :

La législation européenne, comme définie par le règlement 1334/2008, entend par arômes des produits non destinés à être consommés en l'état, qui sont ajoutés aux denrées

Chapitre I : Généralités sur la boisson lactée chocolatée

alimentaires pour leur conférer une odeur et/ou un goût ou modifier ceux-ci. Ils sont issus ou constitués des catégories suivantes : substances aromatisantes naturelles ou non, arômes de fumée, arômes obtenus par traitement thermique, précurseurs d'arômes et autres arômes. Et pour le lait chocolaté les industriels lui ajoutent un arôme saveur chocolat généralement artificiel.

I.3.2.6 Vitamines :

10 vitamines essentielles sont ajoutées pour les préparations du lait chocolaté qui sont la vitamine B (B1, B2, B3, B5, B6, B8, B9, B12) ; la vitamine D et E.

Le tableau 2 indique les quantités de vitamines incorporées pour 100ml de produit

La vitamine	Quantité
B1	0,17 mg
B2	0,21 mg
B3	2,4 mg
B5	0,90 mg
B6	0,21 µg
B8	7,5 µg
B9	30 µg
B12	0,38 µg
D	0,75 µg
E	1,8 mg

Tableau 2 : Les quantités des différentes vitamines ajoutées dans 100ml de lait chocolaté.

I.3.2.7 Épaississants :

Un épaississant est une substance ou additif destiné à épaissir, en augmentant la viscosité, des préparations alimentaires liquides aqueuses, telles que les soupes, produits laitiers

Les épaississants sont obtenus en général par extraction à partir des fruits, agrumes, graines ou algues. Et parmi les épaississants ajoutés dans les préparations des laits au chocolat on cite l'amidon et le carraghénane et parfois on trouve aussi la CMC (carboxyméthylcellulose).

Chapitre I : Généralités sur la boisson lactée chocolatée

I.3.3 Valeur nutritionnelle :

La saveur agréable du lait au chocolat, sa grande disponibilité et son excellent profil nutritionnel en font un excellent choix par rapport à d'autres boissons sucrées moins nutritives comme les boissons gazeuses et les boissons aux fruits.

Dans le cadre d'une saine alimentation, le lait au chocolat et d'autres laits aromatisés peuvent aider tous les membres de la famille à consommer le nombre de portions recommandé par le *Guide alimentaire canadien* pour le groupe lait et substituts.

Les apports nutritionnels du lait chocolaté sont indiqués dans le Tableau 3.

Tableau 3 : Apports nutritionnels moyens du lait chocolaté.

Valeur énergétique	82Kcal (334 Kj)
Protéines	2,66 g
Glucides	13,2 g
Lipides	2,3 g
Calcium	84 mg

Cependant, le lait nature et le lait au chocolat contiennent tous deux une combinaison unique de 16 éléments nutritifs, dont le calcium et la vitamine D, qui contribuent à la santé des os, en l'occurrence:

- **Protéines** : participent à la formation et à la réparation des tissus corporels, y compris les os, de même qu'à la formation des anticorps qui luttent contre les infections.
- **Vitamine A** : contribue au développement des os et des dents. Contribue aussi au maintien d'une bonne vision nocturne et d'une peau en santé.
- **Vitamine B12** : sert à la formation des globules rouges.
- **Vitamine B6** : contribue à convertir les aliments en énergie et à régénérer les tissus, y compris les os.
- **Riboflavine** : aide à convertir les aliments en énergie et à régénérer les tissus.
- **Niacine** : favorise une croissance normale. Contribue à convertir les aliments en énergie et à régénérer les tissus, y compris les os.
- **Thiamine** : transforme les glucides en énergie et favorise une croissance normale.
- **Acide pantothénique** : contribue à convertir les aliments en énergie et à régénérer les tissus, y compris les os.

Chapitre I : Généralités sur la boisson lactée chocolatée

- **Folate** : aussi connu sous le nom d'acide folique et de folacine, contribue à la formation des globules rouges.
- **Vitamine D** : améliore l'absorption du calcium et du phosphore, dont dépendent la solidité des os et la santé des dents.
- **Calcium** : favorise la formation et le maintien de bons os et de dents saines.
- **Magnésium** : contribue à la santé des os et des dents, à la conversion des aliments en énergie et à la régénération des tissus.
- **Phosphore** : participe à la formation et au maintien de bons os et de dents saines.
- **Potassium** : sert au bon fonctionnement des nerfs et des muscles.
- **Zinc** : joue un rôle dans la formation des tissus, y compris les os, et transforme les aliments en énergie.
- **Sélénium** : il s'agit d'un antioxydant impliqué dans la formation des protéines.

I.3.4 Lait au chocolat et les enfants

Le goût exquis du lait au chocolat aide les enfants et les adolescents à consommer le nombre de portions recommandé pour le groupe Lait et substituts. Il contribue aussi à fournir les éléments nutritifs essentiels à la santé des os qu'ils pourraient ne pas obtenir autrement.

Selon la dernière enquête gouvernementale menée à l'échelle internationale (**Québec, 2013**) ; 37 % des enfants de 4 à 9 ans ne consomment pas le nombre minimum de portions de produits laitiers recommandé quotidiennement. De plus, en vieillissant, leur consommation de produits laitiers diminue à un point tel que 61 % des garçons et 83 % des filles de 10 à 16 ans ne consomment pas quotidiennement le nombre minimum de portions de produits laitiers recommandé.

Les recherches indiquent que les enfants et les adolescents qui intègrent du lait au chocolat et d'autres laits aromatisés à leur alimentation ont tendance à consommer plus de lait au total que ceux qui ne boivent que du lait nature. Globalement, ils ont également tendance à avoir une meilleure alimentation que ceux qui ne boivent pas de lait au chocolat.

I.3.5 Le lait au chocolat et le sucre

De façon générale, le lait au chocolat ne contient pas plus de sucre qu'un jus de pomme non sucré, et une bonne quantité de ce sucre se trouve sous forme de *lactose*, qui est aussi naturellement présent dans le lait nature.

Par ailleurs, les études démontrent que l'alimentation des enfants qui boivent du lait au chocolat ou d'autres laits aromatisés ne comporte pas plus de sucre ajouté que celle des

Chapitre I : Généralités sur la boisson lactée chocolatée

enfants qui ne consomment pas de lait au chocolat. Il semble également que les enfants et les adolescents ne consomment pas du lait au chocolat à la place du lait nature, mais que lorsqu'ils en ont le choix, ils optent pour du lait au chocolat plutôt que pour des boissons sucrées moins nutritives telles que les boissons gazeuses et les boissons aux fruits.

Selon l'American Heart Association (2000).

« En fait, lorsque des sucres sont ajoutés à des aliments déjà riches en éléments nutritifs, notamment les produits laitiers avec sucre ajouté tels que le lait aromatisé et le yogourt et les céréales avec sucre ajouté, la qualité de l'alimentation des enfants et des adolescents s'accroît, et dans le cas des laits aromatisés, aucun effet indésirable en ce qui concerne le poids n'a été observé »

I.3.6 Le lait au chocolat et l'hyperactivité

Parce que le lait au chocolat contient du sucre et de la caféine, on pourrait penser, à tort, qu'il risque de causer l'hyperactivité chez les enfants. Or, selon Les diététistes du Canada, les recherches n'ont pas démontré de relation entre le sucre et l'hyperactivité chez les enfants. Certaines personnes se demandent si l'hyperactivité pourrait être causée par la caféine présente naturellement dans le lait au chocolat. La réponse est *NON*. Le lait au chocolat contient trop peu de caféine pour que le comportement de l'enfant soit affecté. La teneur en caféine du lait chocolaté comparée à celle des autres boissons est indiquée dans le Tableau 4.

Tableau 4 : Teneur en caféine de certaines boissons Frary CD et all. (2005).

Boisson	Teneur en caféine
Café (250 ml)	80 à 110 mg
Boisson énergisante (1 canette/taille variable)	46 à 375 mg
Thé (250 ml)	35 à 50 mg
Cola (250 ml)	25 à 35 mg
Lait au chocolat (250 ml)	5 mg

L'apport quotidien maximum recommandé en caféine pour les enfants de 12 ans et moins, tel qu'établi par Santé Canada 2007, est de 2,5 mg par kilogramme de poids corporel. À titre d'exemple, un enfant de 30 kg pourrait consommer un maximum de 75 mg de caféine par jour, ce qui est largement supérieur à la quantité présente dans un verre de lait au chocolat.

Chapitre I : Généralités sur la boisson lactée chocolatée

I.3.7 Les études nutritionnelles

Une étude de l'université de Loughborough (2007) indique que le lait au chocolat peut stimuler la reprise lorsqu'elle est prise après l'entraînement d'athlétisme. L'étude a révélé que le lait est une boisson de réhydratation efficace, et elle est considérée comme la meilleure boisson de récupération post-exercice.

Une étude menée en 2009 par les scientifiques à Barcelone (Espagne) suggère que la consommation régulière de lait écrémé de cacao riche en flavonoïdes peut réduire l'inflammation et ralentir ou empêcher le développement de l'athérosclérose.

Pourtant, une autre étude en 2011 à l'Université de Kean dans le New Jersey a rapportée des résultats similaires chez les joueurs de soccer masculin indiquant qu'il y avait une diminution du temps de fatigue quand le lait au chocolat a été consommé.

L'étude de l'Université Kean a révélé les effets de lait au chocolat sur les joueuses de soccer subissant les pratiques du matin et de l'après-midi lors de la pré-saison. L'étude a conclu que le lait au chocolat est tout aussi bénéfique que la boisson glucidique électrolyte dans la promotion de la récupération chez les femmes.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

II.1 Etapes de fabrication du lait au chocolat à l'échelle industrielle :

Le diagramme indiquant les différentes étapes de fabrication industrielle du lait au chocolat avec 100% lait de vache est illustré dans la Figure 2.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

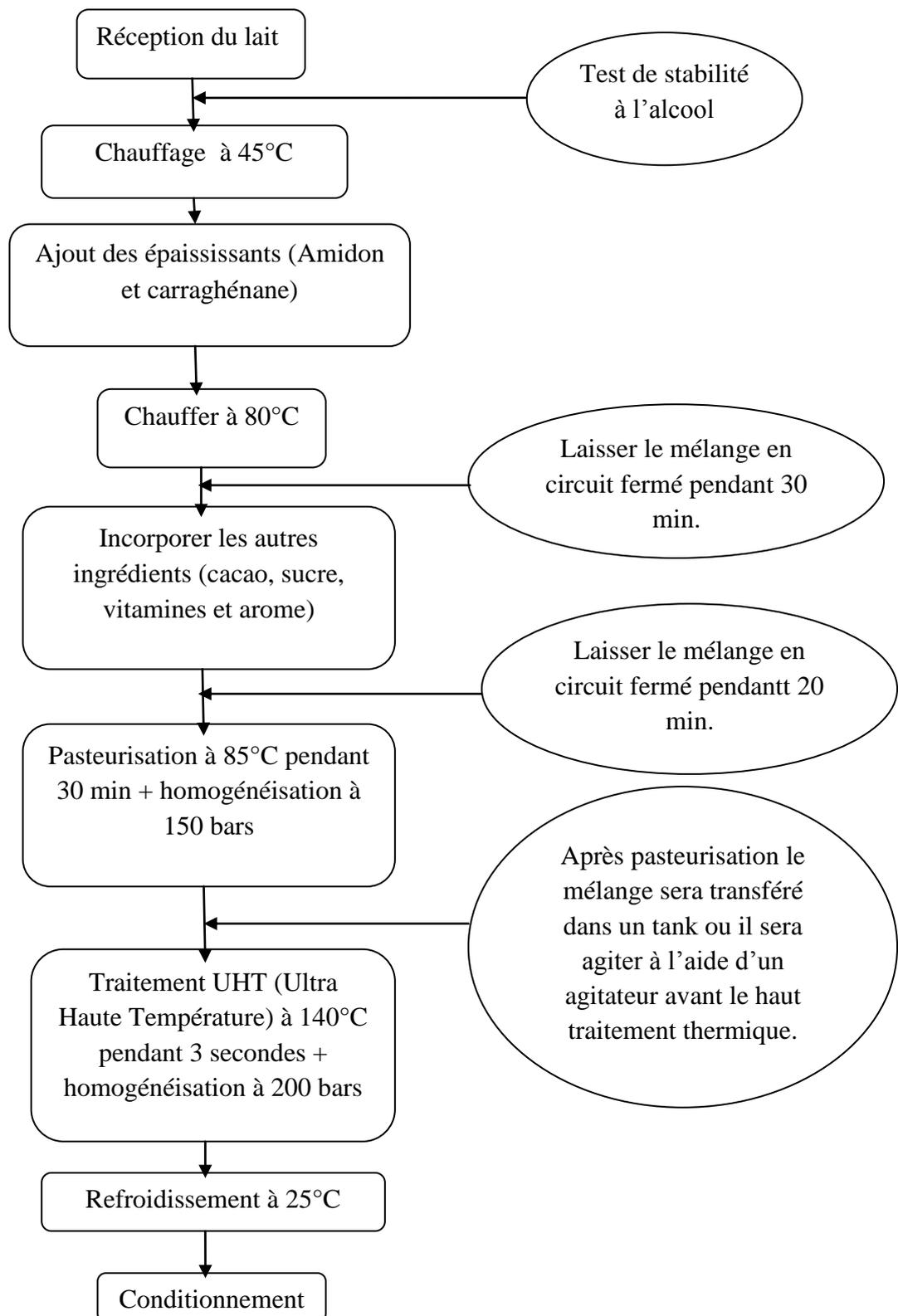


Figure 2 : Diagramme de fabrication du lait chocolaté à l'échelle industrielle.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

Conditionnement :

Il faut noter que le **Conditionnement** du lait chocolaté UHT s'effectue à l'aide d'une conditionneuse aseptique TETRA PAK qui permet de maintenir la sécurité alimentaire, la fraîcheur et le goût du produit pendant près de six mois, sans réfrigération ni conservateurs. La boisson conserve sa couleur, sa texture, son goût et sa valeur nutritive.

Grâce au processus aseptique, l'absence de bactéries nocives dans les aliments et les matériaux d'emballages est garantie au moment du conditionnement du produit. Tous les éléments de la chaîne de production doivent être stériles, y compris les aliments et les matériaux d'emballage, les machines et l'environnement dans lequel le conditionnement est effectué.

Quant à l'emballage aseptique, il est stérilisé avant remplissage du produit UHT (ultra haute température).

Le conditionnement aseptique fait passer le matériau d'emballage plat et sans forme dans un bain de peroxyde d'hydrogène d'une concentration de 30 %, chauffée à 70°C, pendant six secondes. Le peroxyde d'hydrogène est ensuite éliminé du matériau d'emballage par des rouleaux presseurs ou de l'air chaud.

L'environnement de traitement et de scellement de la boisson doit également être exempt de toute bactérie pouvant provoquer une contamination. Les machines de remplissage et de scellement doivent donc être stériles avant le conditionnement et pendant la production. Pour cela, il faut utiliser de l'air chaud ou de la vapeur, ou associer un traitement thermique à une stérilisation chimique au peroxyde d'hydrogène.

Le conditionnement du lait au chocolat se fait dans des mini briques en carton de 20 cl constituée de plusieurs couches qui sont illustrées dans la Figure 3

- Carton

Le composant principal de nos emballages est le carton. Il garantit la stabilité, la résistance et la texture lisse de la surface d'impression.

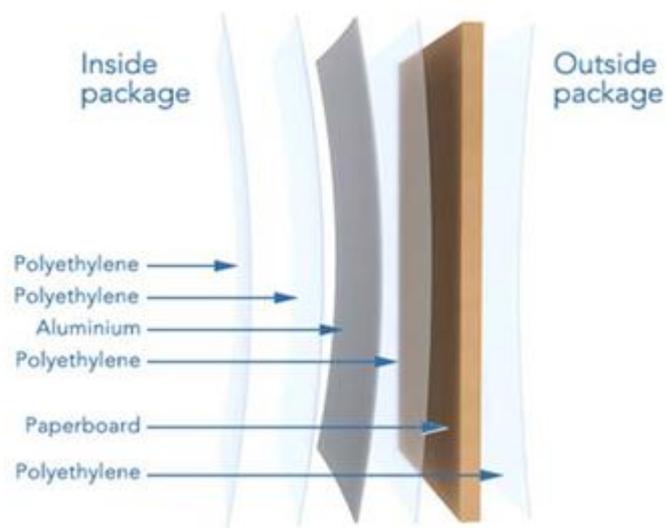


Figure3: Les différentes couches de l'emballage aseptique.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

- Polyéthylène

Le polyéthylène protège l'emballage de l'humidité extérieure et permet au carton d'adhérer au film d'aluminium.

- Film d'aluminium

Le film d'aluminium protège de l'oxygène et de la lumière, afin de maintenir la valeur nutritionnelle et la saveur des aliments contenus dans un emballage à température ambiante.

II.2 Inconvénients et avantages du traitement UHT :

Le traitement à ultra haute température présente des avantages et des inconvénients :

a) **Inconvénients** : Les traitements technologiques peuvent modifier la composition du lait et influencer sur sa valeur nutritive, et provoquer la réaction de Maillard.

En effet, au cours de stockage le lait traité par traitement UHT présente deux types d'instabilité :

- La formation des sédiments dont une couche de nature protéique.
- L'augmentation de la viscosité jusqu'à la formation éventuelle d'un gèle **(Dagleach, 1992 cités par Cayot et Lorient, 1998)**.

b) **Avantages** : Le traitement UHT est considéré comme une révolution importante en technologie laitière de puis l'avènement de la pasteurisation HTST « High Temperature Short Time » **(Vignola, 2002)**.

Une stérilisation UHT bien conduite permet une conservation de la plupart des vitamines du lait, même pour les vitamines thermosensibles B1, B12 et l'acide folique sont peu détruites (au maximum 20 % des vitamines sont détruites lors du chauffage).

Le traitement UHT limite aussi la modification de la matière grasse, une faible dénaturation des protéines et une précipitation partielle des sels minéraux, ajoutant qu'il améliore la digestibilité des protéines dans l'estomac.

La stérilisation du lait chocolaté permet une conservation de longue durée. Ce secteur des laits de consommation connaît avec le procédé UHT un développement important.

II.3 Les altérations principalement rencontrées dans le lait chocolaté UHT :

- La séparation des phases ;
- Sédimentation du cacao ;
- Formation d'une fine couche d'eau à la surface;

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

- Coagulation du produit.

III.1. Rhéologie

La rhéologie est l'étude des changements de forme et de l'écoulement de la matière, comprenant l'élasticité, la viscosité et la plasticité. Dans ce chapitre, nous nous intéresserons principalement à la viscosité, qui est définie comme étant la friction interne d'un fluide, causée par les interactions moléculaires, qui le rend résistant à l'écoulement. Un viscosimètre ou un rhéomètre mesure cette friction et fonctionne donc comme un outil de rhéologie.

La viscosité est l'un des principaux paramètres mesurés lors de l'étude de l'écoulement des fluides. Les mesures de viscosité sont, en général liées à la qualité et aux performances d'un produit. Toute personne ayant à caractériser un flux, en recherche, ou en développement, sera, à un moment ou à un autre, confronté à une mesure de viscosité.

Les données rhéologiques permettent de comprendre ou savoir comment les fluides se comportent, ou comment les forcer à se comporter de la façon désirée.

Il existe de nombreuses techniques différentes pour mesurer la viscosité, chacune adaptée à des cas et matériaux spécifiques. Le choix du viscosimètre adéquat pour les besoins de l'utilisateur, parmi les nombreuses possibilités qui s'offrent à lui, est un problème complexe. Les instruments actuels varient du plus simple au plus complexe : du chronométrage du temps nécessaire à un liquide pour s'écouler le long d'une tige, jusqu'à des équipements de contrôle et d'enregistrement automatisés très sophistiqués.

III.1.1. Les mesures rhéologiques

Les mesures rhéologiques, montrent que de nombreuses informations comportementales et prédictives utiles peuvent ainsi être obtenues pour différents produits, autant que la connaissance des effets d'un procédé, de variations de formulation, des facteurs qui peuvent influencer à la variation de la texture de produit.

Une raison courante pour effectuer des mesures de propriétés rhéologiques peut être trouvée dans le domaine du contrôle de qualité, où les matières premières doivent être de qualité constante, de lot en lot. Dans ce cadre, le comportement d'écoulement est une mesure indirecte de la constance et de la qualité du produit.

Les mesures rhéologiques permettent l'étude de traitements chimiques, mécaniques et thermiques, les effets d'additifs.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

III.1.2. Types des fluides

En général, les mesures rhéologiques peuvent être effectuées sur différents types de fluides.

III.1.2.1 Les fluides Newtoniens

Le comportement d'écoulement suppose que la viscosité du fluide reste constante lorsque le taux de cisaillement varie. Comme exemple typique de fluides newtoniens, on trouve l'eau et les huiles de moteur fines. Ce qui signifie en pratique, qu'à une température donnée, la viscosité d'un fluide newtonien va rester constante, quel que soit le modèle de viscosimètre utilisé.

Ces fluides sont les plus simples à mesurer, mais ils ne sont malheureusement pas aussi communs que le groupe des fluides plus complexes, non-newtoniens.

III.1.2.2 Les fluides non Newtoniens

La viscosité des fluides non-newtoniens varie à mesure que le taux de cisaillement change. Donc, les paramètres expérimentaux du viscosimètre peuvent avoir un impact sur la mesure de la viscosité d'un fluide non-newtonien.

Un flux non-newtonien peut être imaginé en pensant à tout fluide comme étant un mélange de molécules avec différentes formes et tailles. Lorsqu'elles passent l'une près de l'autre, comme cela arrive durant un écoulement, leur taille, forme et cohésion va déterminer quelle force est nécessaire pour les faire bouger. A chaque taux de cisaillement spécifique, l'alignement peut être différent et une force plus ou moins importante peut être requise pour maintenir le mouvement.

III.1.3 Facteurs influençant les propriétés rhéologiques

Les données de viscosité sont souvent utilisées comme une fenêtre à travers laquelle d'autres caractéristiques d'un matériau peuvent être observées. La viscosité peut être mesurée plus facilement que certaines propriétés qui l'affectent, la transformant en un outil efficace pour la caractérisation des matériaux.

III.1.3.1. La température

Un des facteurs, le plus évident qui puisse avoir un effet sur le comportement rhéologique d'un matériau, est sa température. Certains matériaux sont relativement sensibles

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

à la température, dont une variation assez faible peut alors provoquer un changement significatif de viscosité.

D'autres, par contre, sont relativement insensibles. Prendre en compte l'effet de la température sur la viscosité est essentiel dans l'évaluation d'un matériau qui sera soumis à des variations de température lors de son utilisation ou de sa fabrication, comme l'huile de moteur, les graisses et les colles thermo-fusibles.

III.1.3.2. Le taux de cisaillement

Lorsque l'on prévoit qu'un matériau soit soumis à différents taux de cisaillement, que ce soit lors de son utilisation ou de sa fabrication, il est essentiel de connaître sa viscosité aux taux de cisaillement projetés. Des mesures de viscosité doivent alors être réalisées à des taux de cisaillement aussi proches que possible des valeurs estimées.

Des exemples de matériaux qui sont sujets à de larges variations du taux de cisaillement durant les procédés de fabrication et l'utilisation sont : les peintures, les cosmétiques, le latex liquide, les enrobages, certains produits alimentaires et le sang dans le système circulatoire.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

III.2 Les épaississants à usage alimentaire

III.2.1. Carraghénane

III.2.1.1. Définition

Les carraghénanes sont des polysaccharides sulfatés extraits d'algues rouges. Ces polysaccharides sont constitués de motifs galactoses sulfates de configuration D, liés alternativement en α (1-3) et β (1-4).

Ces composants sont des polysaccharides anioniques qui peuvent réagir avec des polyélectrolytes cationiques.



Figure 4 : La poudre de carraghénane

D'après **Doublier et al. (1992)** et **amado et al. (1993)**, l'utilisation des carraghénanes dans les produits laitiers engendre une interaction par absorption du carraghénane à la surface des micelles de caséines. Ceci explique l'une des principales causes de son utilisation dans l'industrie laitière, mais en général, cette utilisation est associée à celle du agar et du caroube.

Ces polysaccharides sont utilisés dans la préparation des desserts lactés, laits gélifiés aromatisés, laits chocolatés, sauces, produits de pâtisseries et les produits carnés (**Manfred et Moll, 1998**).

Son code européen est le E407.

III.2.1.2 Origine et extraction

a) Origine

Dans un comté du sud de l'Irlande, appelé Carragheen, les habitants avaient pour habitude d'utiliser une " mousse d'Irlande ", algue qu'ils trouvaient sur les rochers des côtes, pour faire des pommades et des flans. Vers 1700, au cours de la colonisation de l'Amérique du Nord, les Irlandais constatèrent que leur " mousse d'Irlande " poussait également sur les côtes du Massachusetts. Ils se sont par la suite rendus compte que cette algue appartenait à la famille des Rhodophycées (ou algues rouges), et était appelée *Chondrus crispus*.

L'intérêt économique et l'abondance de l'algue, a éveillé l'intérêt des industriels. Ainsi en 1871, le polysaccharide pur, à l'origine des vertus de la " mousse d'Irlande ", est extrait aux Etats-Unis. Il est logiquement appelé carraghénane en référence à son comté d'origine,

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

l'expansion de l'industrie alimentaire a engendré une utilisation accrue des carraghénanes en tant que stabilisateurs, épaississants et gélifiants.

b) **Extraction**

Le processus d'extraction se déroule en plusieurs étapes :

- 1- La récolte s'effectue à la main, sur les côtes, les jours de grandes marées ou par bateaux à l'aide de râteaux ;
- 2- Les algues sont ensuite séchées afin d'obtenir un taux d'humidité inférieur à 20%, ceci afin de préserver la qualité de l'algue et faciliter son transport jusqu'à l'usine ;
- 3- Puis, les algues sont mélangées à de l'eau plus ou moins alcaline et sont chauffées à de hautes températures ;
- 4- Après filtration, on obtient un liquide contenant des carraghénanes non raffinés ;
- 5- Ce liquide est ensuite centrifugé et le culot obtenu est séché donnant une poudre blanche ;
- 6- Les carraghénanes purs sont obtenus par précipitation dans l'alcool : la poudre est dissoute à chaud dans l'alcool, les impuretés sont solubilisées tandis que les carraghénanes purs sont recristallisés, lors du refroidissement. Différents alcools sont utilisés : méthanol, éthanol et isopropanol.

Les polysaccharides utilisés dans l'alimentation sont extraits par une précipitation sélective avec de l'isopropanol : le produit obtenu est alors plus pur et plus concentré.

III.2.1.3 Composition et structure chimique

Les carraghénanes sont des polysaccharides linéaires constitués de molécules de galactoses plus ou moins substitués. La chaîne est constituée de sous-unités appelées carrabioses comprenant deux galactoses liés par une liaison β (1-4). Ces carrabioses sont liés entre eux dans la chaîne par des liaisons α (1-3). De plus, les galactoses sont soit estérifiés par de l'acide sulfurique, soit porteurs d'un pont oxygène entre les carbones 3 et 6 (anhydrogalactose). La présence d'acide sulfurique confère aux carraghénanes un caractère acide marqué. Les carraghénanes sont des polymères constitués de plus de 1000 résidus galactoses, la probabilité de variations de structures est énorme.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

III.2.1.4 Types de carraghénane

Les carraghénanes sont des copolymères alternés du type (AB)_n (**Anderson et al, 1968**).

Il existe différents types de carrabioses dont trois principaux :

- Le kappa (k) carrabiose
- Le iota (i) carrabiose
- Le lambda (l) carrabiose

On appelle k-carraghénane un polysaccharide constitué de n unités de k-carrabiose. Il en est de même pour les i-carraghénanes et les l-carraghénanes.

a) Le k-carraghénane

Le k-carraghénane est issu des espèces *Eucheuma cottonii*, *Chondrus crispus* et *Gigartina*. Il a pour formule :

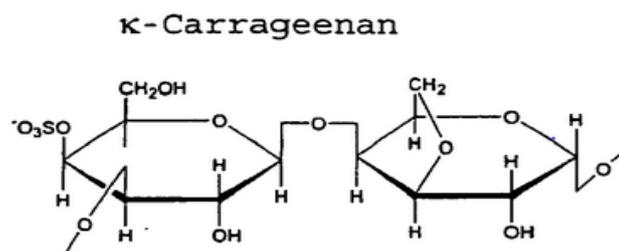


Figure 5 : La structure chimique de kappa carraghénane

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

b) Le i-carraghénane

Le i-carraghénane est issu de l'espèce *Eucheuma spinosum*. Il a pour formule :

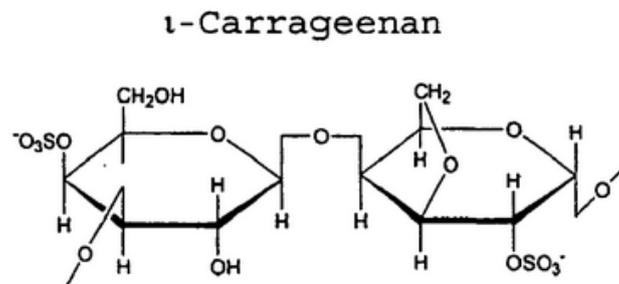


Figure 6 : La structure chimique de iota carraghénane

b) Le λ-carraghénane

Il a pour formule :

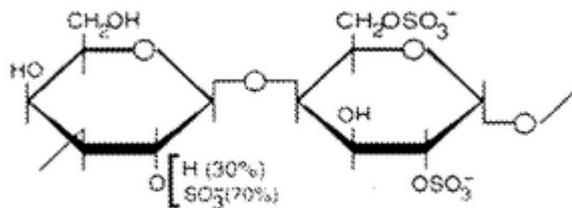


Figure 7 : structure chimique le lamda carraghénane

Les différents types de carrabioses confèrent aux carraghénanes des propriétés différentes. Ainsi le k-carraghénane est très gélifiant, le λ-carraghénane est stabilisant et épaississant, et le i-carraghénane crée des produits flasques et malléables.

III.2.1.5 Propriétés

Les carraghénanes ont trois propriétés principales, elles dépendent à la fois de la température et de l'environnement ionique, ces propriétés sont (Morris, 2007; Piculell, 2006):

- **La gélification** permet la formation d'un gel, c'est à dire une substance colloïdale, de consistance visqueuse qui a tendance à gonfler en absorbant de l'eau.
- **L'épaississement** consiste à augmenter la viscosité d'un liquide sans le rendre solide.
- **La stabilisation** rend un produit stable (ne subissant pas de réactions spontanées).

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

III.2.1.6 Les caractéristiques des carraghénanes :

III.2.6.1.1 La solubilité des carraghénanes :

Les carraghénanes sont solubles dans l'eau (le plus souvent à chaud) et insolubles dans la plupart des solvants organiques.

La solubilité des carraghénanes est influencée par différents facteurs :

- le type de carraghénanes
- la force ionique
- la présence de divers solutés
- la température et le pH

a) Le type de carraghénanes

La solubilité de ces macromolécules est fonction du nombre de groupements sulfate présents dans la molécule: plus il y a de groupements sulfate, plus la molécule est soluble. La présence du pont 3,6 anhydrogalactose, résultant de la désulfatation du carbone 6 du carrabiose, diminue donc la solubilité. Les l-carraghénanes ne possédant pas de pont 3,6 anhydrogalactose, sont plus solubles que k et i. Les i-carraghénanes, ayant un groupement sulfate supplémentaire, sont plus solubles que les k-carraghénanes.

b) La force ionique

Les sels de carraghénanes à Na^+ sont généralement plus solubles que les sels à K^+ . Les k^- carraghénanes additionnés d'ions K^+ sont considérés comme insolubles dans l'eau froide mais sont solubles à chaud. Avec du sodium, ils se dissolvent aisément dans l'eau froide. Il en est de même pour les i-carraghénanes. Par contre, les l-carraghénanes sont solubles dans l'eau froide quelle que soit la force ionique.

c) La présence de divers solutés

L'introduction d'autres solutés dans la solution crée une compétition entre ceux-ci afin d'obtenir une hydratation maximale. Les k-carraghénanes sont les plus sensibles à cette compétition. Les solutés altérant le plus l'hydratation des carraghénanes sont les sels inorganiques. Le saccharose a peu d'effet sur l'hydratation à des concentrations inférieures à 50 %. De même, le glycérol doit être présent en grande quantité pour que ses effets soient visibles. Dans le cas où plusieurs solutés sont présents, leurs effets s'additionnent. Les i-carraghénanes se dissolvent, après chauffage, dans des solutions à concentrations en sels élevées et sont capables de gélifier, alors que les k-carraghénanes en sont incapables.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

d) Dispersion

Les carraghénanes sont difficilement dispersables dans l'eau car les interactions hydrophobes contribuent à la formation d'agrégats que les molécules d'eau ne peuvent pénétrer. La chaleur, fournissant de l'énergie, permet la dispersion et la solubilisation.

III.2.6.1.2 La gélification

Les k et les i-carraghénanes ont la particularité de pouvoir former une hélice gauche en présence de cations (potassium et calcium), ceci leur permet de créer un gel (il se forme lors du refroidissement de la solution). Les l-carraghénanes en sont incapables. Les k et i-carrabioses possèdent un pont oxygène entre les carbones 3 et 6 du D Galactose. Ce pont résulte de la désulfatation du carbone 6 par une enzyme végétale (isolée de *Gigartina stellata*), formant alors un anhydrogalactose, et il semble que ce soit ce pont qui est à l'origine de la gélification. On peut également effectuer cette transformation industriellement par une réaction de type SN2 en milieu alcalin.

La formation de l'anhydrogalactose est schématisée dans la Figure 8.

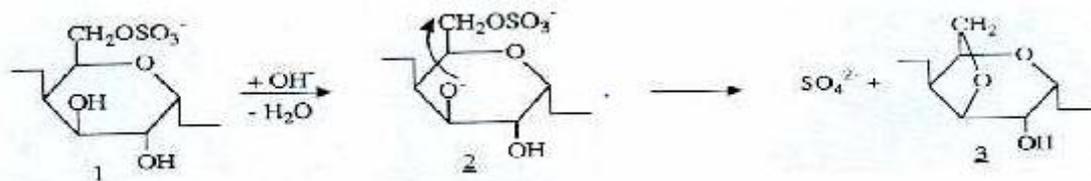


Figure 8 : Formation de l'anhydrogalactose

Dans le cas du k-carrabiose, il faut admettre l'existence de deux conformères sous la forme chaise: un où les substituants sont équatoriaux et un où ils sont axiaux. Le pont 3,6 oblige le plan 3,4,5 à se rabattre et le plan 1,2,0 à se relever. La molécule est alors sous la forme du conformère où les substituants sont axiaux. Pour que la liaison osidique α (1-3) puisse se réaliser avec le k-carrabiose suivant il faut qu'il pivote autour de son axe. Il se forme alors une hélice gauche où tous les groupements sulfates se retrouvent du même côté, à l'extérieur de l'hélice. Les chaînes hélicoïdales parallèles s'agrègent grâce à la présence de cations dans la solution, formant une double hélice à l'origine d'un réseau tridimensionnel : le gel.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

L'agrégation des hélices gauche forme le gel, comme le montre la Figure 10.

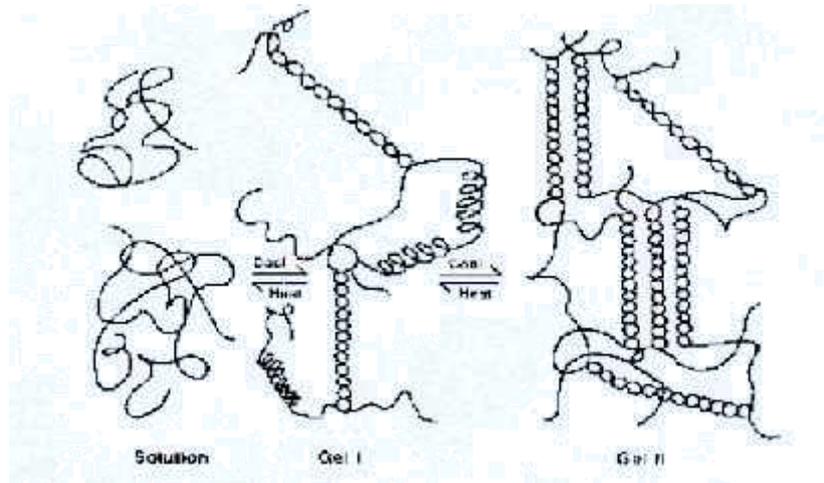


Figure 9 : L'agrégation des hélices

Le l-carrabiose, ne possédant pas ce pont oxygène 3,6, ne nécessite pas de réarrangement stérique pour réaliser la liaison α (1-3) avec le carrabiose suivant. Il ne forme donc pas d'hélice gauche mais une chaîne où les groupements sulfate sont répartis des deux côtés de celle-ci : il ne peut donc pas être à l'origine d'un gel.

III.2.6.1.3 Stabilité

Un pH acide ou des agents oxydants peuvent rompre les liaisons osidiques du polysaccharide. Cette hydrolyse acide dépend du pH, de la température et du temps. Afin d'altérer le moins possible les carraghénanes, le chauffage doit s'effectuer à haute température et être très rapide. Les solutions de carraghénanes ont une stabilité maximale à pH 9 et le processus de gélification ne peut avoir lieu à des pH inférieurs à 3,5.

L'hydrolyse acide des carraghénanes n'a lieu que lorsque ceux-ci sont en solution et elle est accélérée avec l'augmentation de la température et la diminution du temps de chauffage. La dénaturation des carraghénanes par l'hydrolyse acide ne peut donc pas avoir lieu lorsque ceux-ci sont sous la forme gélifiée.

Les groupements sulfate des carraghénanes sont chargés négativement dans la gamme de pH des produits alimentaires. Ces polysaccharides peuvent donc interagir avec d'autres molécules chargées positivement comme des protéines. Ce qui peut stabiliser le gel. Cette interaction avec des protéines dépend du pH du milieu et du pH isoélectrique de la protéine.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

III.2.7 Interaction des polysaccharides avec les protéines :

Protéine et polyoside sont deux des constituants essentiels responsables de la structure et de la texture des denrées alimentaires. Ils se trouvent le plus souvent mis en présence les uns des autres et il est essentiel de comprendre les propriétés des mélanges de ces deux types de biopolymères. Le fait de mélanger en milieu aqueux une solution de polyoside et une solution de protéine conduit le plus souvent à des phénomènes de séparation de phase : deux phases aqueuses se séparent, chacune étant concentrée en l'un des polymères.

Ainsi, (**Tolstoguzov.,1999**) recensé plus de 200 mélanges différents présentant des séparations de phase. Deux mécanismes peuvent être à l'origine de ce phénomène : soit l'incompatibilité thermodynamique qui provient du fait que deux biopolymères présentent des interactions répulsives et ne peuvent pas «cohabiter » dans la même phase, soit le phénomène de déplétion-floculation qui est observé lorsque la protéine est sous forme agrégée comme pour les micelles de caséine dans le lait par exemple.

Assez paradoxalement, les phénomènes de séparation de phase entre protéines et polyosides épaississants et gélifiants sont en fait mis à profit dans de nombreux secteurs de l'industrie alimentaire: dans la mesure où la séparation des phases peut être ralentie ou bloquée par d'autres mécanismes comme une augmentation consécutive de la viscosité du milieu voire sa gélification, on peut obtenir des systèmes suffisamment stables.

III.2.8 Nature des interactions dans les systèmes polysaccharides-protéines

Les polysaccharides et les protéines peuvent interagir par l'intermédiaire d'interactions répulsives ou attractives.

Les interactions répulsives résultent majoritairement des effets de volume exclu ou des interactions électrostatiques.

Les interactions attractives peuvent être des interactions électrostatiques, hydrogènes, hydrophobes (**Dickinson, 1998; Schmitt et al., 1998; Turgeon et al., 2003**)

En général, ce sont des interactions de type électrostatique qui prédominent. Ces interactions électrostatiques sont fortement affectées par les paramètres qui modifient la densité de charge électrique et donc le pH, ainsi que la force ionique par écrantage des charges.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

➤ Mécanismes

Dans l'eau, le mélange de protéines et de polysaccharides peut conduire à 3 situations : la co-solubilité, l'incompatibilité thermodynamique et la co-agrégation (**De Kruif et al., 2004; Schmitt et al., 1998; Syrbe et al., 1998; Tolstoguzov, 2003**). Ces différentes situations sont illustrées schématiquement dans la Figure 11.

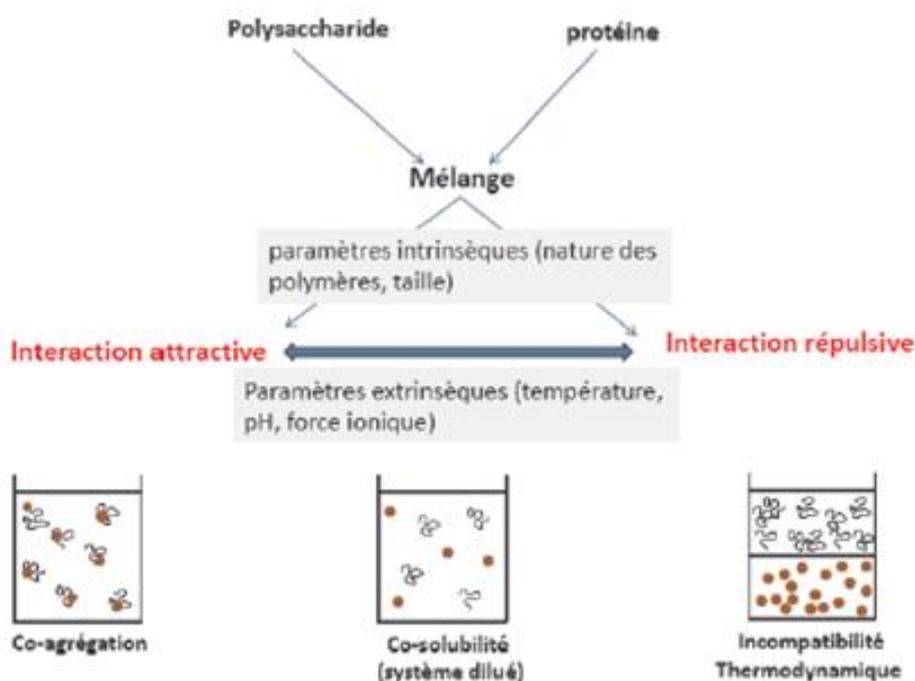


Figure 10 : Différentes situations de mélanges polysaccharides – protéines dans l'eau.

Les mécanismes d'interactions moléculaires peuvent être décrits comme suit :

a) Co-solubilité :

Dans les solutions diluées et en absence d'interactions fortes. Les biopolymères sont cosolubles. (**Tolstoguzov, 2003 ; McClements, 2005; Tolstoguzov, 2007**);

b) Séparation de phase ségrégative :

La séparation de phase est due à la préférence de chaque biopolymère d'être entourée par des molécules de même nature plutôt que par celles de l'autre biopolymère. Le mélange se sépare alors en deux phases distinctes au-delà d'une concentration critique et chacune des deux phases contient principalement un des deux biopolymères (**Grinberg and Tolstoguzov,**

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

1997; Polyakov, Grinberg and Tolstoguzov, 1997; Schmitt et al. 1998; Tolstoguzov, 2003)

La séparation de phase est fortement influencée par la force ionique, le pH, la concentration des biopolymères, la viscosité et la gélification (Doublier, 2000; Kim et al. , 2006; McClements, 2005; Norton and Frith, 2001).

La séparation de phase ségrégative est due à une incompatibilité thermodynamique ou au phénomène de déplétion – floculation.

➤ **Incompatibilité thermodynamique**

La séparation de phase ségrégative due à l'incompatibilité thermodynamique se produit si les interactions protéines-protéines (ou polysaccharides-polysaccharides) sont favorisées par rapport aux interactions protéines-polysaccharides (Piculell and Lindman, 1992), conduisant ainsi à deux phases : une phase riche en protéine et une autre phase riche en polysaccharide (Doublier et al, 2000).

➤ **Phénomène de déplétion- floculation**

Une autre origine de la séparation de phase ségrégative est le phénomène de déplétion–floculation. Ce phénomène est dû au fait que le centre de masse des polymères est exclu de la zone de déplétion. Quand deux particules s'approchent l'une de l'autre, leurs couches de déplétion commencent à se chevaucher, ce qui permet aux polymères d'avoir plus d'espace et donc de gagner de l'entropie, ce qui entraîne des interactions attractives entre particules conduisant à une séparation de phase (Doublier et al., 2000; De Bont et al., 2002).

Le phénomène de déplétion peut être influencé par le rapport entre les tailles des 2 biopolymères et leur concentration (Hemar et al., 2001). Il se manifeste généralement dans les suspensions colloïdales en présence de polymères non adsorbants.

➤ **Co-agrégation**

La Co-agrégation se fait souvent dans un mélange de polymères de charges opposés. Les agrégats formés restent en suspension dans la solution quand ils sont de petites tailles. Mais, lorsqu'ils sont grands, ils peuvent précipiter et conduire au phénomène communément appelé coacervation complexe (Schmitt et al, 1998; Turgeon et al., 2003; Turgeon and Laneuville, 2009).

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

III.2.9 Interaction des carraghénanes avec le lait

Les carraghénanes sont employés dans la préparation d'une grande gamme de produits laitiers (**Langendroff. V. et al., 2000**). C'est ainsi que la stabilité d'un lait chocolaté peut être assurée par la présence de K-carraghénane en faible quantité. Les mécanismes, mis en jeu peuvent être très différents, dans le cas où le pH est voisin de 7, carraghénane et caséine portent une charge nette négative. L'existence d'interactions ioniques entre ces biopolymères est donc difficilement explicable. Un modèle largement accepté suppose la présence d'une zone chargée positivement sur la fraction K de la caséine. En effet, celle-ci comporte une zone suffisamment riche en résidus polaires pour être chargée positivement même au voisinage de la neutralité.

On attribue donc ces mécanismes à l'existence d'interactions électrostatiques entre le carraghénane et la K-caséine qui est de plus située à la périphérie des micelles de la caséine. La stabilisation est renforcée dans une seconde étape par la formation d'un réseau tridimensionnel par l'intermédiaire des doubles hélices du carraghénane.

(Figure 11 et 12)

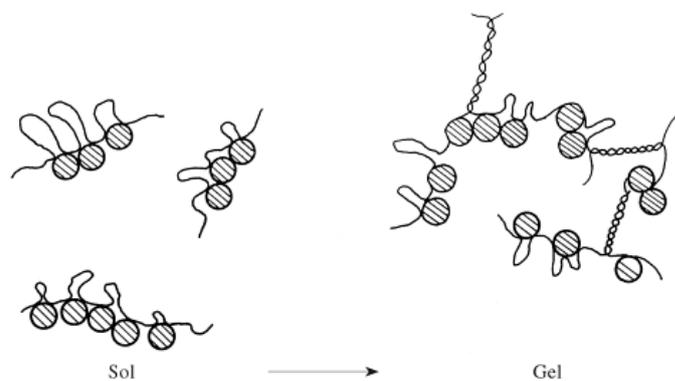


Figure 11: Modèle d'interaction des carraghénanes avec les micelles de caséines dans le lait ; Adaptation de Snoeren (1976).

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

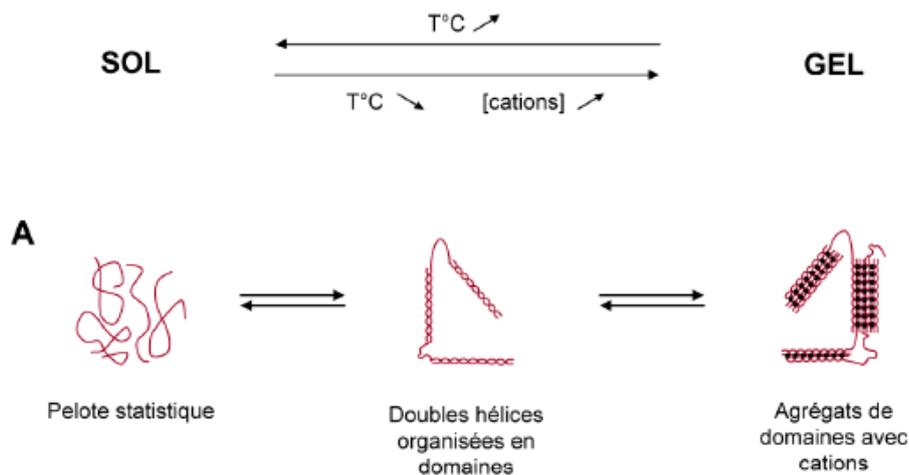


Figure 12: Mécanismes de gélification du K-carraghénane en présence d'ions K⁺ (Bourriot *et al.*, 1999).

La stabilisation est renforcée dans une seconde étape par la formation d'un réseau tridimensionnel par l'intermédiaire des doubles hélices du carraghénane (Snoeren, 1976).

Des travaux (Bourriot *et al.*, 1999) basés sur des mesures rhéologiques et d'observations microscopiques ont montré que les gels carraghénane-caséine sont en fait des systèmes biphasiques avec une phase continue enrichie en carraghénane et une phase dispersée dans la quelle les micelles de caséine sont agrégées. Ces résultats bien que ne remettant pas totalement en cause le modèle de Snoeren suggèrent que l'essentiel des synergies observées dans les systèmes carraghénanes-lait relève des mécanismes de séparation de phase conjugués à des phénomènes de gélification qui ont pour effet de figer le système avant que les deux phases ne se soient séparées complètement.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

III.3 Amidon :

III.3.1 Composition

L'amidon est un homopolymère de D-glucose (98-99%) présenté en chaînes hautement organisées et densément compactées qui forment des grains blancs de 2 à 150 μm de diamètre (**Sivak et preiss, 1998**). Les unités monomériques sont liées majoritairement (95-96%) par des liaisons de type α (1-4) et dans une moindre mesure (4-5%) par des liaisons de type α (1-6). La fraction glucidique est un mélange de 2 polymères : l'amylose, molécule essentiellement linéaire et l'amylopectine, molécule ramifiée (**Schoch, 1945**) qui sont liés entre eux par des ponts hydrogènes. Il y a cependant des molécules intermédiaires (5 à 7% pour l'amidon de maïs) entre les polymères strictement linéaires et ceux fortement ramifiés (**Shannon et Garwood, 1984**). L'amylose est un polymère linéaire associant jusqu'à 6000 molécules de D-glucose par des liaisons α (1,4). De courtes branches de 3 à 20 molécules de glucose fixées par une liaison α (1,6) sont parfois présentes (**Colonna et al., 1995**). La part de l'amylose dans l'amidon augmente avec l'âge du tissu végétal et la taille des grains d'amidon (**Shannon et Garwood, 1984**). L'amylose représente normalement jusqu'à 20% (**Kotarski et al, 1992**) voire 30% (**Swinkels, 1985**) de l'amidon des céréales.

L'amylopectine est un polymère ramifié de D-glucose avec des chaînes principales courtes d'amylose (10 - 60 molécules de glucose) et de nombreuses branches secondaires reliées par des liaisons α -(1,6). Ces ramifications représentent environ 4 à 5% des liaisons et se situent sur la chaîne principale à intervalle régulier de 20 à 25 molécules de glucose (**French, 1973**). D'après **Shannon et Garwood (1984)** il s'agit d'amylose ramifié.

III.3.2 Mode d'action de l'amidon

Contrairement aux autres polysaccharides utilisés comme agents stabilisants, le mode d'action expliquant les propriétés fonctionnelles de l'amidon est différent. L'habileté des polysaccharides autres que l'amidon à améliorer la viscosité et la rétention d'eau est associée au volume occupé en solution (**Whistler et BeMiller, 1997**). Ce volume est fonction de la forme et de la conformation (ramification, rigidité) de la chaîne du polysaccharide (**Whistler et BeMiller, 1997**). La structure hautement organisée en granules des amidons ne permet pas de relier leurs propriétés fonctionnelles au volume occupé en solution. C'est plutôt le processus de gélatinisation qui en est à l'origine (**Oh et al., 2007**). L'amidon natif est insoluble dans l'eau froide (**Appelqvist et Debet, 1997**). L'amylose et l'amylopectine qui le

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

constituent se trouvent sous forme cristalline dans le granule. Un traitement thermique est essentiel afin d'hydrater le granule et permettre à l'amidon d'augmenter la viscosité de la solution ou de l'aliment. Le mode d'action de l'amidon passe par deux phénomènes : la gélatinisation et la rétrogradation. La gélatinisation est l'ensemble des changements physiques des granules d'amidon en milieux aqueux et en présence de chaleur (**Eliasson, 2004**). Lorsque que la température s'élève, les liaisons hydrogène assurant la cohésion entre les molécules d'amidon s'affaiblissent. Les granules d'amidon sont peu à peu dispersés dans l'environnement permettant leur hydratation. Les groupements hydroxyles libres sur les molécules de glucose composant l'amylose et l'amylopectine permettent l'absorption d'une grande quantité d'eau résultant en un gonflement du granule d'amidon et conséquemment, une augmentation de viscosité. La rétrogradation s'entame au refroidissement des solutions d'amidon, (**Eliasson, 2004**). Lors de la gélatinisation, les molécules d'amylose diffusent hors du granule. L'abaissement de température cause l'association des chaînes d'amylose par des liens hydrogène. Cet effet est accompagné d'une augmentation significative de la viscosité des solutions. Éventuellement, la formation d'un précipité (à faible concentration) ou d'un gel (à forte concentration) est possible. Les gels d'amidon ont tendance à présenter de la synérèse, après quelques jours, en raison de la contraction du gel causée par les liaisons hydrogène.

III.3.3 Propriété de l'amidon :

Selon l'origine de l'amidon, les pourcentages d'amylose et d'amylopectine peuvent varier ; il est donc plus exact de parler d'amidons. On sait par exemple qu'en panification, tous les amidons n'ont pas forcément les mêmes propriétés et ne sont pas tous panifiables.

L'amidon, bien que très hydrophile (présence de très nombreux groupements hydroxyles polaires), il est insoluble dans l'eau froide : en dessous de 60°C, sa dispersion dans l'eau est réversible et on obtient alors une suspension d'amidon instable, blanche encore appelée lait d'amidon (**Figure 13**).

Il devient soluble après chauffage au dessus de 60°C, température à laquelle on obtient la gélatinisation qui est un processus de dispersion irréversible. Au cours du chauffage les grains d'amidon s'hydratent et gonflent. Ensuite, il se forme un gel, solution colloïdale translucide appelée emploi d'amidon, qui prend un aspect plus au moins visqueux après refroidissement. Ce gel peut se rétrograder, sa viscosité diminue puis il précipite.

Chapitre III : Intérêt des épaississants en rhéologie des aliments.

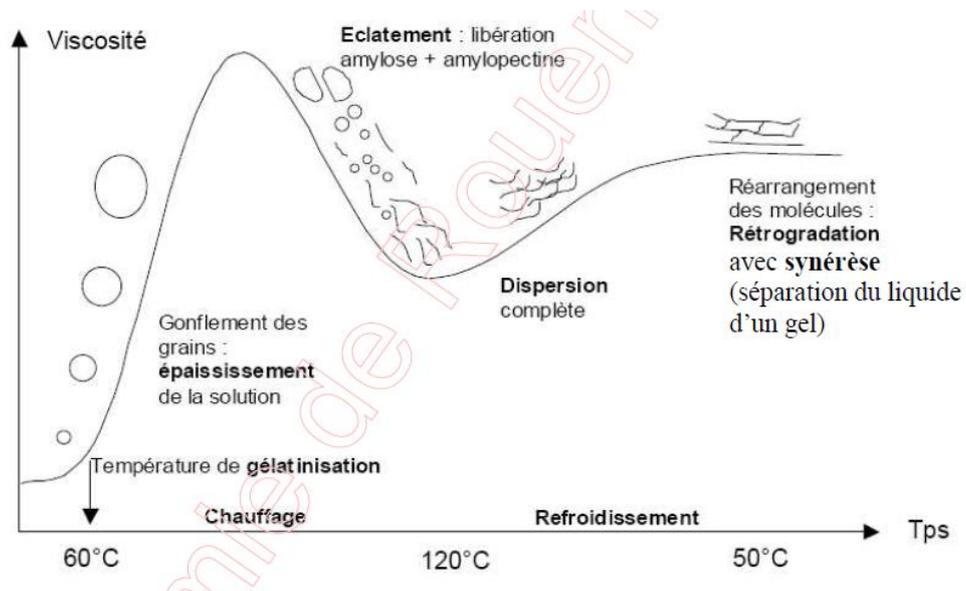


Figure 13 : Comportement du grain d'amidon en fonction de la chaleur, (Buléon, et al., 1995).

MATERIELS ET METHODES

Le présent travail est réalisé en grande partie à la laiterie Draa Ben Khedda (TASSILI), située à la sortie de la wilaya de TIZI OUZOU en allant vers Alger..

I.1 Présentation de la laiterie Draa Ben Khedda :

- **Dénomination de l'epe** : LAITERIE DE DRAA BEN KHEDDA (TASSILI)
- **Localisation** : Boulevard Kasri Ahmed Draa-Ben-Khedda (W. Tizi-Ouzou)
- **Activité** : Production et Commercialisation de Laits & Produits Laitiers.
- **Capital Social** : 200 000 000 DA

Le profile et l'organigramme des différents services de l'entreprise sont présentés respectivement dans le Tableau 5 et la Figure 14.

Tableau 5 : Profile de l'entreprise.

Raison sociale	Laiterie de Draa Ben Khedda
Forme juridique	Société par action
Création	1971
Début d'activité	1974 → privatisée en 2008
Propriétaires	Famille AIRED
Nombre d'employés	319
Production	-lait pasteurisé, lait UHT, lait fermenté, lait caillé, camembert, crème fraiche, yaourt, lait chocolaté, cherbet.
Capacités de production installées	-laiterie : 400 000 litres/jour -fromagerie : transformation 45 000 litres de lait/jour
Clients principaux	-350 distributeurs agréés
Certification	Certifiée ISO 9001: 2000

MATERIELS ET METHODES

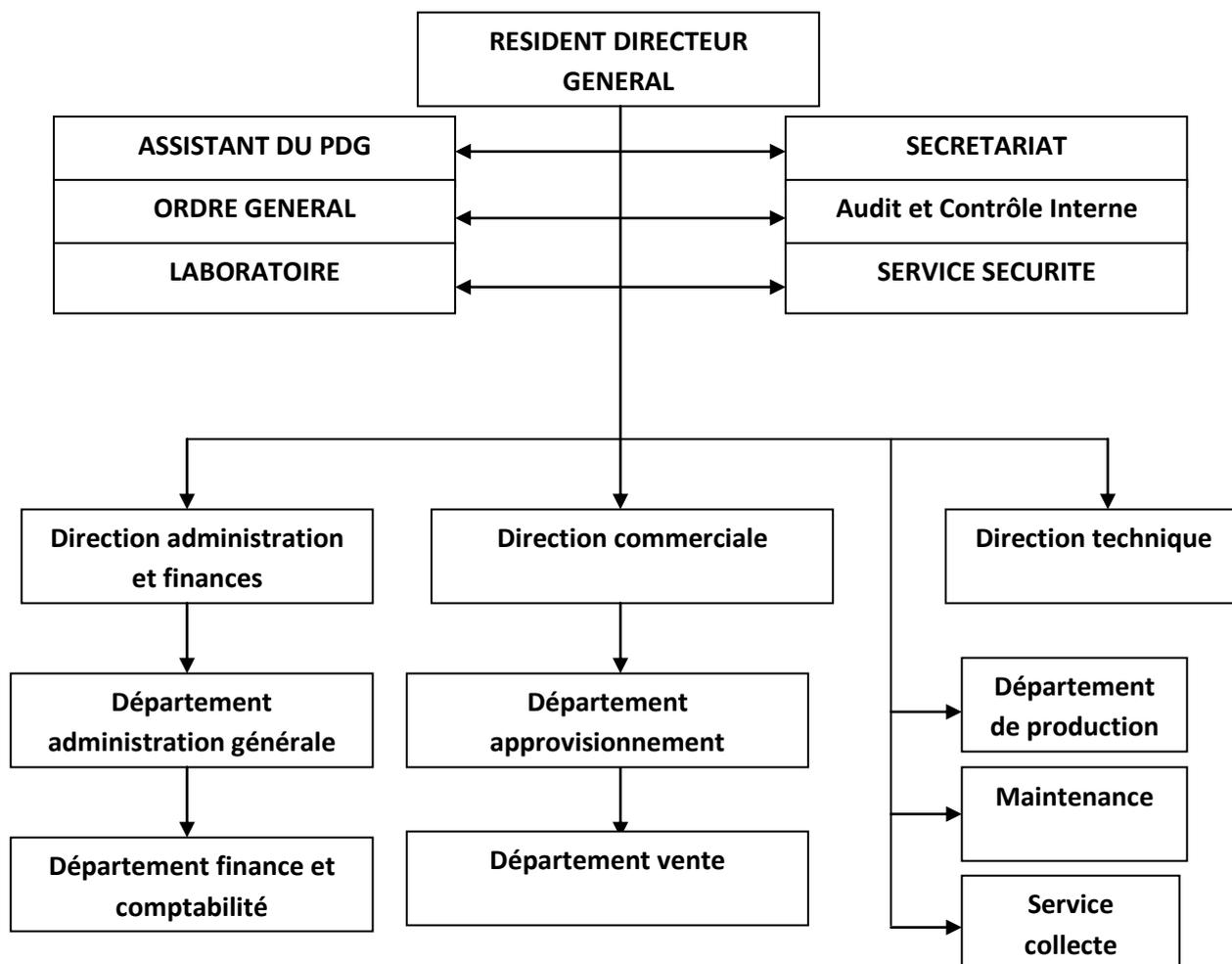


Figure 14: Organigramme des différents services

I.2 Objectif de l'étude :

L'objectif visé par notre étude expérimentale consiste dans un premier temps, en un essai de fabrication d'une boisson lactée chocolatée à base de lait en poudre à 26% de MG en variant la concentration de l'un des épaississants « le carraghénane » de 0,00%, 0,02%, 0,04% et 0,06%. Les conditions de préparation sont les mêmes (standardisées). Dans un second temps, étudier les différents paramètres physico-chimiques, rhéologiques et microbiologiques des différents produits obtenus.

MATERIELS ET METHODES

I.3 Démarche expérimentale :

Pour atteindre notre objectif, nous avons adopté la démarche expérimentale suivante :

- 1- Reconstitution du lait en poudre à 26% de MG ;
- 2- Analyses physicochimiques du lait ;
- 3- Préparation du lait chocolaté selon les quatre concentrations en carraghénane précédemment citées ;
- 4- Détermination des caractéristiques physico-chimiques, rhéologiques et microbiologiques des produits obtenus ;
- 5- Déduire la concentration idéale en carraghénane conférant une meilleure stabilité au produit avec une viscosité adéquate à la nature de la boisson.

I.4 Les matières premières :

Les matières premières utilisées pour la fabrication d'une boisson lactée chocolatée sont les suivantes :

- **Poudre de lait à 26 % MG** hydratée avec l'eau de procès ;
- **Les épaississants** : les carraghénanes (type kappa) ;
- **Poudre de cacao** importé de la suisse ;
- **Sucre** : saccharose ;
- **Arôme industriel**: le chocolat.

I.5 L'appareillage, les réactifs, les milieux de culture, et le petit matériel utilisé dans notre expérimentation sont présentés en Annexe 1.

I.6 Processus de fabrication du lait chocolaté :

1- Reconstitution du lait à base de la poudre à 26% de MG :

100g de poudre sont mélangés avec 500 ml d'eau, le mélange est ensuite agité et chauffé jusqu'à 45°C. Après chauffage, le mélange est retiré et laissé dans une étuve à 44°C pendant 20min pour une bonne hydratation de la poudre.

2- Peser les ingrédients pour un volume de 1 litre (produit fini) :

- Sucre : 82g ;
- Cacao : 12g ;
- Epaississants : Carraghénane (**0g/l, 0,2g/l, 0,4g/l, 0,6g/l**) ;
- Arome chocolat: 1ml ;

MATERIELS ET METHODES

- 3- Placer le lait sur une plaque chauffante magnétique puis ajouter les épaississants et la moitié du sucre ;
- 4- Laisser agiter et chauffer jusqu'à 80°C pendant 20min ;
- 5- Le mélange ainsi obtenu est retiré, la température est laissée diminuer jusqu'à 45°C. Puis rajouter le cacao, le sucre restant et l'arome, et ajuster jusqu'à 1000ml avec l'eau de process ;
- 6- Le mélange est remis sur la plaque chauffante (Figure 15). Laisser agiter et chauffer encore jusqu'à 80°C pendant 30 min (pasteurisation) ;
- 7- Refroidissement à température ambiante ;
- 8- Le lendemain, un deuxième chauffage est effectué à 80°C pendant 30min (double pasteurisation).



Figure15 : Chauffage et agitation du mélange.

MATERIELS ET METHODES

I.7 Composition des différents essais

Les proportions des différents ingrédients utilisés sont indiquées dans le Tableau 6.

Tableau 6 : Les ingrédients et leurs proportions dans la formulation utilisée dans les différents essais réalisés.

Composition Essais	Lait (ml)	Sucre %	Cacao %	Carra %	Arome (ml)
Essai 1	900	8,2	1,2	0,00	1
Essai 2	900	8,2	1,2	0,02	1
Essai 3	900	8,2	1,2	0,04	1
Essai 4	900	8,2	1,2	0,06	1

I.8 Analyses physico-chimiques de la matière première (lait reconstitué)

I.8.1 Mesures du pH et de la température

Le principe consiste en la mesure de la différence de potentiel entre une électrode de mesure et une électrode de référence réunies en un système d'électrode combiné. Le pH et la température sont déterminés directement en utilisant un pH- mètre électronique et ce, après avoir plongé l'électrode dans un bêcher contenant un échantillon du lait à analyser.

- **Mode opératoire :**

Calibrage de l'électrode du pH mètre :

- ✓ Rincer l'électrode avec de l'eau distillée puis l'essuyer ;
- ✓ Plonger l'électrode dans une solution à pH4 puis rincer à l'eau distillée et essuyer ;
- ✓ Plonger l'électrode dans une solution à pH 7 ;
- ✓ Lire les résultats sur l'afficheur du pH mètre.

- **Expression des résultats :**

La valeur du pH de l'échantillon est indiquée sur le pH-mètre.

I.8.2 Détermination de la densité

La densité est un paramètre physico-chimique qui définit le poids en kilos d'un litre de lait à 15°C, mesuré avec un Lactodensimètre. L'analyse consiste à immerger dans un volume de lait un lactodensimètre qui donne directement la densité du lait à 20°C.

- **Mode opératoire**

Le mode opératoire et l'expression des résultats sont décrits en Annexe 2.

MATERIELS ET METHODES

I.8.3 Détermination de l'acidité titrable (Dornic)

L'acidité titrable du lait est exprimée conventionnellement en gramme d'acide lactique par litre du lait (LUQUET 1985).

Il s'agit d'un titrage acido-basique, l'acide lactique est neutralisé par une solution d'hydroxyde de sodium NaOH en présence de phénolphaléine comme indicateur coloré.

- **Mode opératoire :**

- ✓ Introduire dans un Becher 10 ml d'échantillon à analyser, auxquels sont ajoutées 2 à 3 gouttes de l'indicateur coloré.
- ✓ Titrer avec la solution NaOH (0,1N) et agiter jusqu'à l'apparition d'une coloration rose.

Expression des résultats

Le résultat est exprimé en °D : 1 °D correspond à 0,1 g d'acide lactique, elle est donnée par la formule suivante :

$$A (\text{°D}) = V \cdot 10$$

Où :

A (°D) : Acidité titrable en degré Dornic (°D).

V : volume en ml de la solution sodique utilisée pour le titrage.

I.8.4 Détermination de la teneur en matière grasse par la méthode acido-butyrométrique de GERBER

La détermination est basée sur l'ajout de l'acide sulfurique qui dissout les protéines du lait. La séparation de la matière grasse des autres constituants est réalisée après centrifugation du butyromètre en présence d'alcool iso-amylque.

- **Mode opératoire :**

- Introduire 10 ml d'acide sulfurique (90%) dans le butyromètre.
- Ajouter 1 ml d'alcool iso amylique et fermer avec un bouchon.
- Après, agiter soigneusement jusqu'à homogénéisation, puis tourner le butyromètre du haut en bas cinq à six fois.
- Centrifugé pendant 3 minutes.
- Enfin, faire la lecture directement sur le butyromètre

Lecture et expression des résultats

MATERIELS ET METHODES

Tout en tenant le butyromètre verticalement, on examine le plan inférieur de la colonne. Il est amené en coïncidence avec une manœuvre du bouchon et on effectue la lecture directement sur les graduations du butyromètre.

La teneur en matière grasse est exprimée en pourcentage.

➤ Remarque

L'acide sulfurique est ajouté afin de dégrader la matière organique contenue dans le lait sans toucher à la matière grasse. Par contre l'alcool iso amylique est utilisé afin d'isoler la matière grasse.

I.8.5 Détermination de l'extrait sec totale (EST) et l'extrait sec dégraissé (ESD)

La teneur en matière sèche totale du lait est le produit résultant de la dessiccation de ce lait. Elle est exprimée en g/l ou en % massique.

Le principe consiste en une dessiccation par évaporation d'un certain volume du produit à analyser et une pesée du résidu obtenu. Alors que l'ESD est l'extrait sec total privé de la matière grasse, soit **ESD=EST-MG**

• Mode opératoire

- Prendre une coupelle, la peser à l'aide du dessiccateur puis tarer ;
- Ajouter 3 g d'échantillon et déposer sous forme de gouttelettes sur la coupelle afin de faciliter la déshydratation ;
- Remettre la coupelle à l'appareil ;
- La fin d'évaporation se manifeste lorsque la perte du poids reste constante.

I.8.6 Détermination de la stabilité du lait (test alcool)

Il consiste à mélanger dans un tube, le lait et l'alcool éthylique un à 60° et un autre à 72° et à examiner la présence des grumeaux (coagulation) ;

Le test est dit négatif si e aucun grumeau n'est constaté pendant au moins une minute (**Odet et al. 1984**).

• Mode opératoire

- ✓ Introduire 2ml du lait à examiner dans un tube à essai.
- ✓ Ajouter un même volume d'alcool éthylique, puis fermer le tube ;
- ✓ Tourner le tube deux à trois fois sans agitation (**Odet et all 1995**).

Expression des résultats

Si le mélange s'écoule le long des parois sans laisser de traces, alors le lait est stable ;

MATERIELS ET METHODES

Si des grumeaux se forment (coagulation), il faut donc refuser le lait parce que cela va déstabiliser notre produit fini qui doit être stable.

I.9 Analyses physicochimiques des produits finis

I.9.1 Mesure du pH et l'EST

La mesure du **pH et de l'EST** pour les quatre préparations a été réalisée selon les mêmes protocoles utilisés pour l'analyse du lait.

I.9.2 Mesure de la densité

Sur une balance électronique, nous avons séparément pesé 10 ml de chaque préparation (L.C) et 10ml d'eau.

Expression des résultats

La densité du L.C = poids de 10ml du L.C / poids de 10ml du l'eau.

I.9.3 Détermination de l'acidité

Pour le test **de l'acidité**, il est impossible de l'effectuer, à cause de la couleur marron foncé du cacao dans la boisson empêchant de voir le virage de la couleur. Idem pour **la MG**, il est impossible de lire le résultat sur le butyrimètre, le produit se brule empêchant de voir la phase grasse du produit.

I.10 Analyse rhéologique des produits finis

I.10.1 Analyse de la viscosité des laits chocolatés

L'analyse de la viscosité des produits finis est effectuée à l'aide d'un rhéomètre (type HAAK RHEOSTRESS 1)

Principe :

Un **rhéomètre** est un appareil de laboratoire capable de faire des mesures relatives à la rhéologie d'un fluide. Il applique un cisaillement à l'échantillon. Généralement de faible dimension caractéristique, il permet d'étudier fondamentalement les propriétés d'écoulement d'un liquide, d'une suspension, d'une pâte, etc., en réponse à une force appliquée.

MATERIELS ET METHODES

Un rhéomètre est plus sophistiqué et plus cher qu'un viscosimètre. Il permet de connaître les grandeurs fondamentales taux de cisaillement , contrainte de cisaillement $\tau(t)$ et viscosité.

Cet appareil fonctionne à l'aide d'un logiciel sur ordinateur qui est le HAKKE RheoWin Data Manager, c'est un logiciel convivial de mesure et d'évaluation pour les rhéomètres et viscosimètres, qui permet de commander manuellement les tests préliminaires, d'affichage des paramètres sélectionnés et d'enregistrement des données acquises.



Figure 17 : le rhéomètre lié au logiciel RheoWin.



Figure 16 : Rheostress 1

MATERIELS ET METHODES

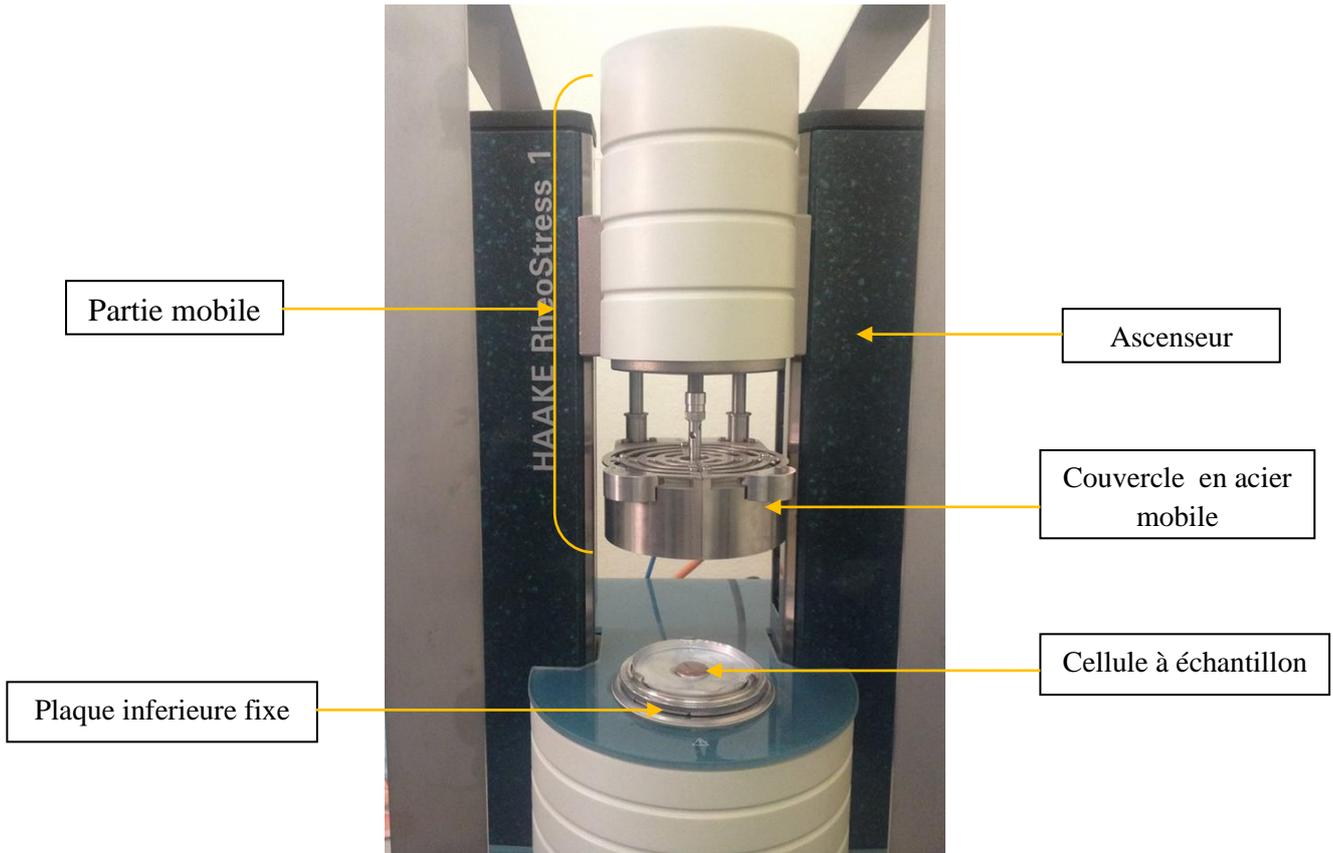


Figure 18 : Composition du rhéomètre de type HAAKE Rheostress 1

➤ **Protocole expérimentale :**

Pour chaque échantillon on effectue 3 essais :

Echantillon 1 à 0,00% de Carg	$\left\{ \begin{array}{l} E1 \\ E2 \\ E3 \end{array} \right.$	Echantillon 2 à 0,02% de Carg	$\left\{ \begin{array}{l} E1 \\ E2 \\ E3 \end{array} \right.$
Echantillon 3 à 0,04% de Carg	$\left\{ \begin{array}{l} E1 \\ E2 \\ E3 \end{array} \right.$	Echantillon 4 à 0,06% de Carg	$\left\{ \begin{array}{l} E1 \\ E2 \\ E3 \end{array} \right.$

E : essai

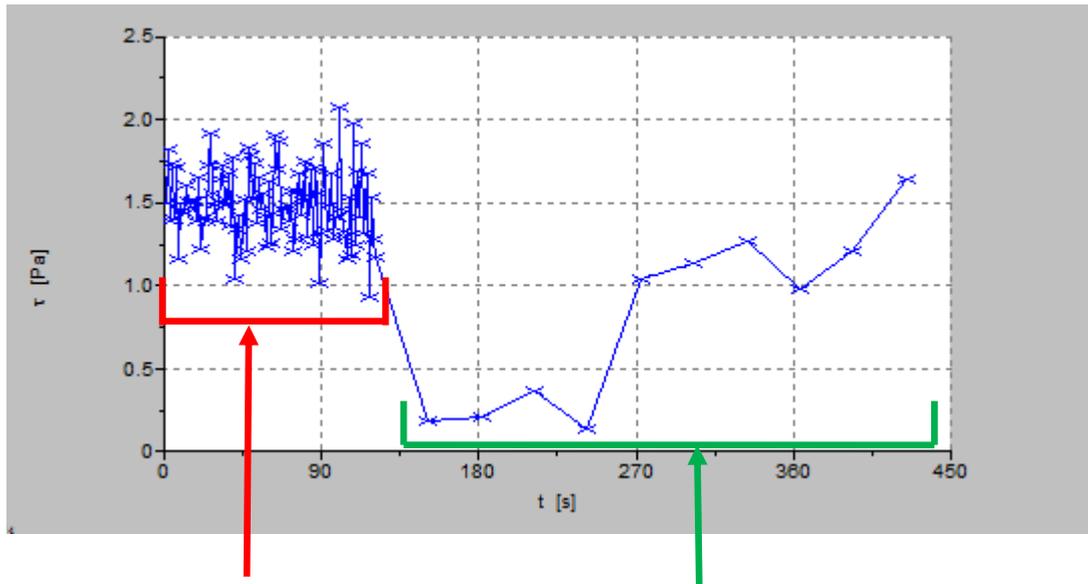
MATERIELS ET METHODES

Ces essais sont effectués dans les mêmes conditions (même appareil, T°) et avec un même traitement (la même vitesse de cisaillement).

Pour déterminer la viscosité de chaque échantillon on a suivi les étapes suivantes :

- 1- Mettre en place le rhéomètre et saisir les données sur le logiciel HAAKE RheoWin Data Manager :
 - Vitesse de pré-cisaillement = 100 s^{-1}
 - Temps de pré-cisaillement = 120 s
 - Vitesse du cisaillement allant de 0 s^{-1} jusqu'à 100 s^{-1}
 - Le temps du cisaillement 300 secondes.
 - T° du laboratoire = 30°C
- 2- Mettre ensuite 2 à 3 gouttes de l'échantillon dans la cellule en acier de l'appareil et on met en marche le rhéomètre (faire avancer la partie mobile du rhéomètre vers la plaque fixe, elle couvre l'échantillon)
- 3- Lancer le pré-cisaillement à la vitesse constante de 100 s^{-1} pendant 120s. Une fois que les 2 min du pré-cisaillement sont achevée, un graphe de 100 points s'affiche sur notre logiciel, (**comme le montre la figure 20**)
- 4- Démarrer le cisaillement juste après les 2 min en allant d'une vitesse de 0 s^{-1} jusqu'à 100 s^{-1} pour 5 minutes de temps ; après chaque 30 seconde on obtient un palier, donc après 300 secondes et on aura 10 paliers au total, chaque palier est représenté par un point, on aura un graphe de 10 point lié au premier graphe du pré-cisaillement, (**voire la figure 20**)

MATERIELS ET METHODES



Le précisaillement

Le cisaillement

Figure 19 : la contrainte du cisaillement en fonction du temps lors du précisaillement et de cisaillement.

Le fluide étudié est alors cisailé par les deux plaques parallèles;

5- Un tableau de toutes les données souhaitées à calculer sera affiché au dessous du graphe dont la T° , le temps, la vitesse de cisaillement, la contrainte et le taux de cisaillement... etc. (voir le Figure 22)

6- Grace aux données qu'on obtient, on peut tracer n'importe quelle courbe,

Et pour calculer la viscosité il faut tracer la courbe du taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$) en fonction de la contrainte de cisaillement (τ);

Ces deux données sont copiées dans un autre logiciel qui est **KaleidaGraph**; on trace une courbe linéaire, on met sur l'axe des abscices le taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$) et sur l'axe des ordonnés la contrainte de cisaillement (τ);

7- Une fois la courbe est tracée; le taux de la viscosité sera calculé avec l'équation de

Herschel Bulkley :

$$\tau = \tau_0 + k$$

Dont : τ = contrainte de cisaillement τ_0 = le seuil de la contrainte

k = viscosité $\dot{\gamma}$ = vitesse de cisaillement

n = indice de fluidité

MATERIELS ET METHODES

8- Et sur **kaleidaGaph** ce modèle on le trouve en suivant les étapes suivantes :

Curve Fit → General → Power Fit

On obtient ce modèle : $Y = m_1 + m_2 X^{m_3}$ dans un petit tableau, où toutes les valeurs (m_1 , m_2 , m_3) sont calculées, (m_2 correspond au taux de la viscosité (μ)) ;

Cette procédure est donc la même appliquée sur tout les essais qui sont 12 au totale ;

9- On obtient 3 valeurs de viscosité par échantillon, puis on calcule la moyenne de ces trois valeurs ;

10- Sur **Excel** ou **KaleidaGraph** on dessine un tableau qui représente les 4 moyennes de la viscosité déjà calculées pour chaque concentration de nos échantillons en car.

11- On fini par tracer une courbe représentative.

I.11 Analyses visuelles des produits finis :

L'analyse visuelle (ou perception visuelle) est un processus englobant l'ensemble des multiples interactions sensorielles impliquées dans la vision ou autrement dit c'est un examen effectué sur le produit à l'œil nu suivi de l'interprétation de ce qu'est vu.

Cette analyse visuelle d'apparence est effectuée sur l'ensemble des produits finis (laits chocolatés) élaborés.

I.12 Analyses microbiologiques du produit fini (lait chocolaté) :

Les analyses microbiologiques sont indispensables, voire obligatoires pour apprécier la qualité microbiologique d'un produit alimentaire. Elles permettent de détecter les microorganismes existant dans les produits alimentaires notamment les pathogènes afin de garantir au consommateur, une qualité sanitaire et un niveau appréciable de qualité organoleptique.

Les analyses effectuées dans cette étude ont portées sur la flore aérobie mésophile totale (**F.A.M.T**), les coliformes totaux et fécaux, les clostridies, les levures et moisissures.



Figure 20: Ensemencement des échantillons dans les milieux de culture.

MATERIELS ET METHODES

Les conditions opératoires sont présentées dans le Tableau 7.

Tableau 7: Analyses microbiologiques effectuées sur les produits obtenus

Germes recherchés	Milieux de culture utilisés	Type d'ensemencement	Température d'incubation	Durée d'incubation
F.M.A.T	PCA	En profondeur	30°C	72h
Coliformes totaux	VRBL	En profondeur	37°C	24h
Coliformes fécaux	VRBL	En profondeur	44°C	24h
Levures et moisissures	SAB	En surface	25 – 30 °C	3 à 5 jours
Clostridium sulfite-réducteur	VF	En profondeur	30°C	72h

I.12.1. Recherche et dénombrement de la flore mésophile aérobie totale

Les germes aérobies mésophiles correspondent à l'ensemble des germes saprophytes et pathogènes, aptes à se multiplier à l'air libre avec une croissance optimale à une température entre 25 à 45°C (VIGNOLA, 2002). Ils peuvent être des micro-organismes pathogènes ou d'altération.

Principe

Les germes aérobies mésophiles totaux peuvent se développer dans un milieu nutritif gélosé exempt d'inhibiteur et d'indicateur défini (PCA) à 30°C pendant 72 heures. Après incubation ils apparaissent sous forme de colonies lenticulaires en masse. La flore mésophile totale est un indicateur d'hygiène important. En effet, elle permet d'évaluer le nombre d'UFC (Unité Formant colonie) présent dans un produit ou sur une surface. La technique est celle de la numération sur milieu solide en boîtes de Pétri avec ensemencement dans la masse.

Le mode opératoire et la lecture des résultats sont présentés en Annexe 3.

I.12.2. Recherche et dénombrement des coliformes totaux fécaux

Les coliformes sont les Entérobactéries fermentant le lactose, il s'agit des germes : *Escherichia*, *Citrobacter*, *Enterobacter* et *Klebsella*. Lorsqu'ils sont en nombre élevé, ils peuvent provoquer des toxi-infections alimentaires (VIERLING, 2001).

Le dénombrement des coliformes fécaux dans le lait permet de mettre en évidence, une pollution fécale et donc la possibilité d'une contamination par les entérobactéries pathogènes. Ces bactéries sont sensibles à la chaleur. Elles sont donc un bon témoin de l'efficacité des traitements thermiques et/ou d'une recontamination.

MATERIELS ET METHODES

De plus, elles sont en elles-mêmes un facteur de mauvaise conservation ou d'accidents de fabrication (GUIRAUD, 1998).

Principe

Les Coliformes sont capables de se multiplier en présence de sels biliaires et capables de fermenter le lactose avec production d'acide et de gaz en 24 à 48 heures à une température de 37°C. Le milieu utilisé est le milieu (VRBL), contenant les sels biliaires, le cristal violet et le rouge neutre comme agents sélectifs, qui inhibent la croissance de la flore secondaire Gram⁺.

Mode opératoire est similaire à celui décrit dans la FMAT.

Lecture :

La présence de coliformes totaux se traduit par un virage de l'indicateur coloré du violet au jaune donc il y a dégradation du lactose et production d'acide (abaissement du pH), plus production de gaz dans un dixième de la cloche.

Le résultat contraire signifie l'absence de coliformes totaux

I.12.3. Recherche et dénombrement des levures et moisissures

Les levures et les moisissures sont des champignons microscopiques, dont la présence dans les produits alimentaires est indésirable, car ils détruisent leur qualité organoleptique et chimique (THURIAUX, 2004).

Le dénombrement de cette flore permet d'estimer l'efficacité du traitement thermique appliqué et l'état de conservation de l'aliment (GUIRAUD, 1998).

Principe

Il repose sur l'emploi d'un milieu de culture solide rendu sélectif qui est la gélose de SABOURAUD qui contient de la peptone pepsique de viande, source azotée de croissance, et le glucose qui est une source énergétique.

Mode opératoire

A partir de la dilution décimale 10^{-1} porter aseptiquement deux gouttes dans une boîte de Pétri contenant de la gélose SABOURAUD refroidie. Etaler les gouttes à l'aide d'un râteau stérile, et la même chose pour la dilution 10^{-2} , puis incuber à 25°C pendant 3 à 5 jours. Dans le souci de ne pas se trouver face à des boîtes envahies soit par les levures soit par les moisissures, le dénombrement doit être effectué tous les jours.

MATERIELS ET METHODES

Lecture

Les colonies de levure ressemblent à des bactéries, elles sont brillantes rondes et bombées, de couleurs différentes alors que celles des moisissures ont un aspect velouté et sont plus grandes de couleur blanche ou pigmentées. Les résultats sont exprimés en UFC par (g) de produit.

I.12.4 Recherche et dénombrement des clostridium sulfite-réducteurs :

Principe :

Le dénombrement des anaérobies sulfite réducteurs est réalisé en tubes de gélose profonde en utilisant des milieux sulfités : milieu VF (Viande Foie) sulfité.

La méthodologie proposée permet la destruction des formes végétatives et le seul dénombrement des spores ayant résisté au traitement thermique. Les microorganismes anaérobies sulfite réducteurs sporulent et sont capables de se développer en condition d'anaérobiose et de manifester des propriétés sulfite réductrices. Le milieu VF, contient de l'amidon qui favorise la germination des spores, du sulfite qui est réduit en sulfure qui précipite avec les ions ferriques en formant un précipité noir. Outre la thermo résistance des spores, la sélection est basée sur la culture en anaérobiose stricte.

Le mode opératoire et la lecture sont décrits en Annexe 4.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

II.1 Résultats des analyses physico-chimiques du lait reconstitué

Les résultats des analyses physico- chimiques effectuées sur le lait reconstitué sont résumés dans le Tableau 8.

Tableau 8 : Les résultats des analyses physico- chimiques du lait reconstitué.

Paramètres	T° (°C)	pH	EST (g/l)	ESD (g/l)	MG (g/l)	Densité	Acidité (°D)	Stabilité
Lait reconstitué utilisé pour nos essais.	18	6,6	97,53	72,53	25	1022,9	16,5	Stable à 60° et à 72°
Normes JORA (1998)	/	6,6- 6,8	96- 108	73-82	23-26	1020-1028	16-18	Stable

En comparant les résultats obtenus aux valeurs de référence recommandées par JORA (1998), nous constatons que :

✓ **PH :**

La valeur de pH obtenue pour le lait reconstitué est de 6,6, cette valeur est conforme à la norme JORA (1998) exigeant une teneur de 6,6-6,8 pour le lait reconstitué.

➤ **Acidité**

La valeur obtenue est de 16.5 °D, ce qui la place dans la norme qui est de 16 – 18 °D. D'après CHEFTEL (1998), le pH et l'acidité évoluent avec la composition du lait, une teneur élevée en substances acides, protéines, anions, phosphate ou acide lactique s'accompagne d'une diminution de pH et d'une acidité titrable élevée.

Il faut noter qu'une bonne acidité indique la fraîcheur du produit ainsi que la présence de facteurs favorables (hygiène, température ...)

RESULTATS ET DISCUSSIONS

➤ **Densité**

La densité obtenue est de 1022,9, ce qui la place dans la norme qui est de 1020-1028. En effet, selon MATHIEU (1998), le lait est supposé mouillé lorsque les valeurs de densité sont faibles.

Selon LEMENS (1985), la densité est sous la dépendance de deux facteurs principaux, la teneur en matière sèche et celle de la matière grasse, la densité diminue avec l'augmentation du taux butyreux.

➤ **MG**

Nous constatons que le taux de matière grasse dans le lait reconstitué est de 25g /l cette valeur est conforme à la norme JORA(1998) qui exige une teneur comprise entre 23 et 26g/l.

Le taux de matière grasse (23-26 g/l) diffère en raison de la variation de la ration alimentaire fournie à l'animal, ainsi que la période saisonnière.

En outre, le stade de lactation peut avoir aussi une influence sur le taux butyreux. Les taux les plus faibles se situent pendant la deuxième et le troisième mois de lactation et plus élevés en début et surtout en fin de lactation.

D'après Alais (1984), une alimentation rationnelle des animaux conditionne le bon rendement laitier, et peut avoir une influence plus ou moins significative sur la teneur de certains composants et donc sur la qualité du lait.

➤ **EST et ESD**

L'**EST** est d'une valeur de 97,53g/l, cette valeur est conforme à la norme JORA (1998) indiquant une teneur comprise entre (96-108g/l). Quant à l'**ESD**, la valeur obtenue est de 72,53g/l, ce dernier est conforme à la norme exigée par JORA (1998).

Toutefois, il faut souligner que si l'**EST** est inférieur ou supérieure à la norme, il est nécessaire de le corriger avant d'envoyer le lait reconstitué vers la pasteurisation, en ajoutant la quantité nécessaire de l'eau ou de la poudre.

➤ **Stabilité**

Le développement microbien qui provoque des altérations dans le lait peut être mis en évidence par le test à l'alcool. (**GUIRAUD 1998**).

RESULTATS ET DISCUSSIONS

En effet, le lait altéré présente des flocons de protéines précipitées contrairement au lait normal qui s'écoule le long des parois sans laisser de trace.

Les résultats du test de stabilité montrent l'absence d'une coagulation. En effet, le lait ne commence à coaguler que lorsque l'acidité dépasse 21D° (taux d'acide lactique élevé). L'excès d'acide lactique peut être à l'origine de l'instabilité thermique des laits crus ainsi ces derniers ne seront pas capables de subir le traitement thermique (GUIRAUD 1998).

II.2 Résultats des analyses physico-chimiques des produits finis

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les produits élaborés sont présentés dans le Tableau 9.

Tableau 9 : Résultats des analyses physico-chimiques des produits finis

Paramètres	T° (°C)	pH	EST (g /l)	Densité
Produit fini				
Lait chocolaté (LC) à 0,00% carraghénane (Carg)	21,7	6,37	168,4	1011
L.C à 0,02% (Carg)	23,1	6,78	178,7	1042
L.C à 0,04% (Carg)	20	6,91	182,4	1051
L.C à 0,06% (Carg)	24,2	7,35	189,9	1062
Normes (*)	20	6,5 – 7,5	183,4	>1040

(*) Les normes utilisées sont établies en effectuant des analyses sur les boissons chocolatées préférées des consommateurs (Candia, Soummam, Obei) et calculer la moyenne des paramètres.

Les résultats ainsi obtenus peuvent être interprétés comme suit:

➤ pH

Après l'ajout des carraghénanes, le pH augmente, le milieu devient basique comme dans le cas de la 4^{ème} préparation. Cela signifie que le potentiel d'hydrogène des carraghénanes est basique, car ils possèdent des groupements sulfate qui sont chargés négativement dans la gamme de pH des produits alimentaires. Lorsque nous avons mélangé la poudre de

RESULTATS ET DISCUSSIONS

carraghénanes à des concentrations variées avec de l'eau, la mesure du pH des solutions ainsi obtenues nous a permis de constater des fluctuations du pH allant de 7,2 à 7,9. Néanmoins, ces fluctuations restent dans la fourchette des normes.

➤ **EST :**

Les résultats rapportés dans le Tableau 9 révèlent une augmentation du du taux de l'EST résultant de l'élévation de la concentration en carraghénanes. En effet, l'apport en matières organiques comme les carraghénanes entraîne une augmentation de la quantité de matière sèche totale dans les produits élaborés.

➤ **Densité**

La densité des 4 préparations lactées a tendance à augmenter avec la concentration des carraghénanes, cela est dû à l'effet de l'épaississant. Plus la concentration des carraghénanes augmente, plus la densité de la boisson lactée augmente, ce qui nous permet d'obtenir une boisson de consistance plus visqueuse.

II.3 Résultats de l'analyse rhéologique (viscosité) des produits finis.

a) Les résultats obtenus par le rhéomètre

Les préparations à base de lait chocolaté additionnée de carraghénanes ont été soumises au teste de rhéologie pour déterminer leur comportement physique (rhéologique). Les résultats ainsi obtenus ont été traités à l'aide du logiciel KAAKE RheoWin. Le traitement des données relatives aux différents essais est illustré dans différentes figures.

A titre d'exemple, les résultats de l'échantillon 2 additionné de 0.02% de carraghénanes ont présentés dans la Figure 22.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

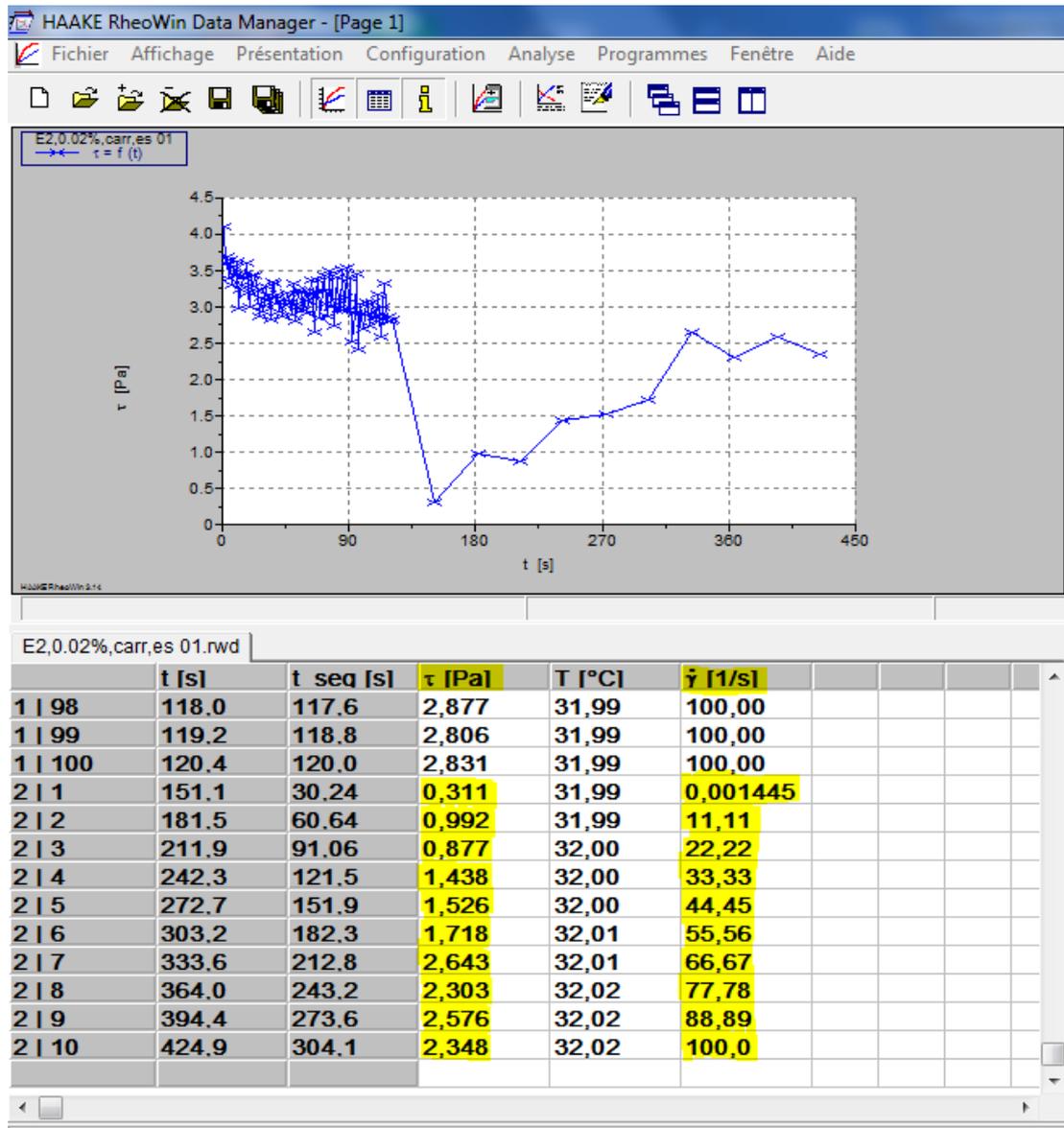
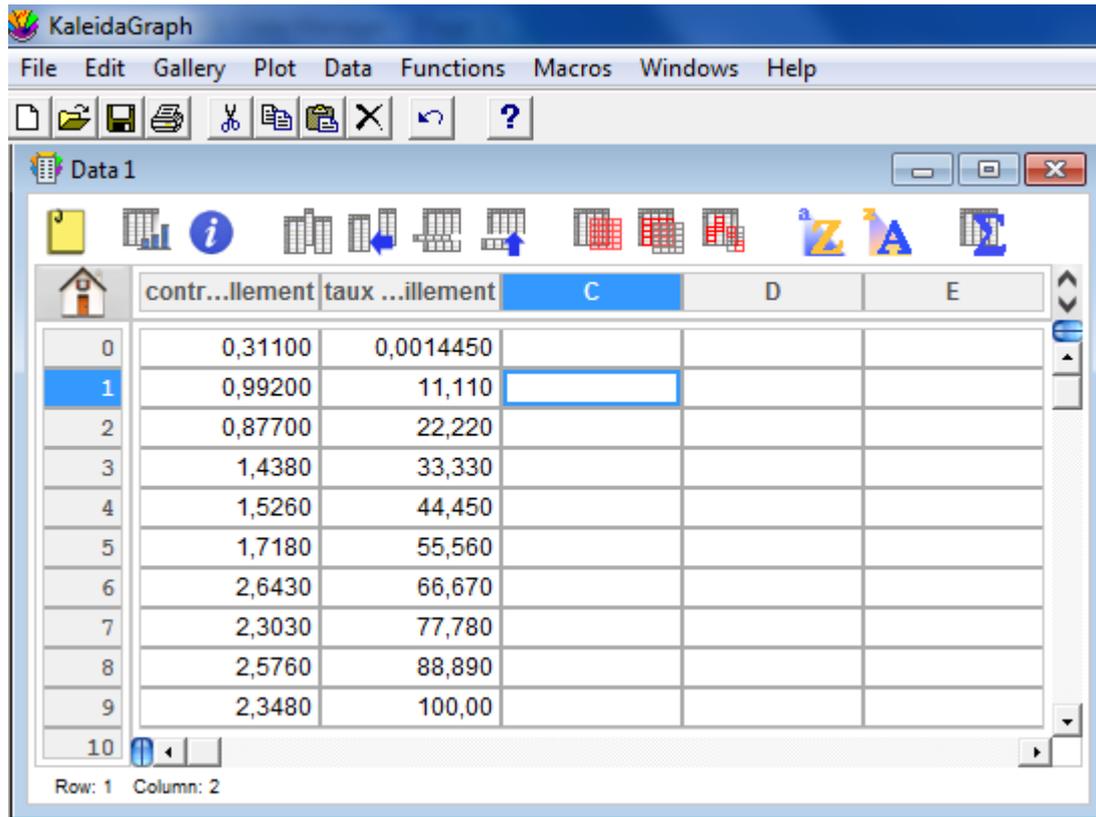


Figure 21 : Valeurs obtenues par le logiciel RheoWin Data Manager.

Les valeurs soulignées en jaunes sont transférées sur KaleidaGraph pour tracer la courbe du taux de cisaillement en fonction de la contrainte de cisaillement.

RESULTATS ET DISCUSSIONS



The screenshot shows the KaleidaGraph software window. The title bar reads 'KaleidaGraph'. The menu bar includes 'File', 'Edit', 'Gallery', 'Plot', 'Data', 'Functions', 'Macros', 'Windows', and 'Help'. Below the menu bar is a toolbar with various icons. The main window displays a data table with the following columns: 'contr...llement', 'taux ...illement', 'C', 'D', and 'E'. The rows are numbered from 0 to 10. The data values are as follows:

	contr...llement	taux ...illement	C	D	E
0	0,31100	0,0014450			
1	0,99200	11,110			
2	0,87700	22,220			
3	1,4380	33,330			
4	1,5260	44,450			
5	1,7180	55,560			
6	2,6430	66,670			
7	2,3030	77,780			
8	2,5760	88,890			
9	2,3480	100,00			
10					

At the bottom of the window, it says 'Row: 1 Column: 2'.

Figure 22 : Transfert des données vers le logiciel KaleidaGraph.

Les valeurs de la contrainte et de taux de cisaillement sont copiées dans le tableau de **kaleidaGraph** (Figure 23)

Ainsi, ces valeurs sont sélectionnées puis exploitées pour tracer une courbe représentative (Figure 24).

RESULTATS ET DISCUSSIONS

b) Le résultat obtenu par KaleidaGraph :

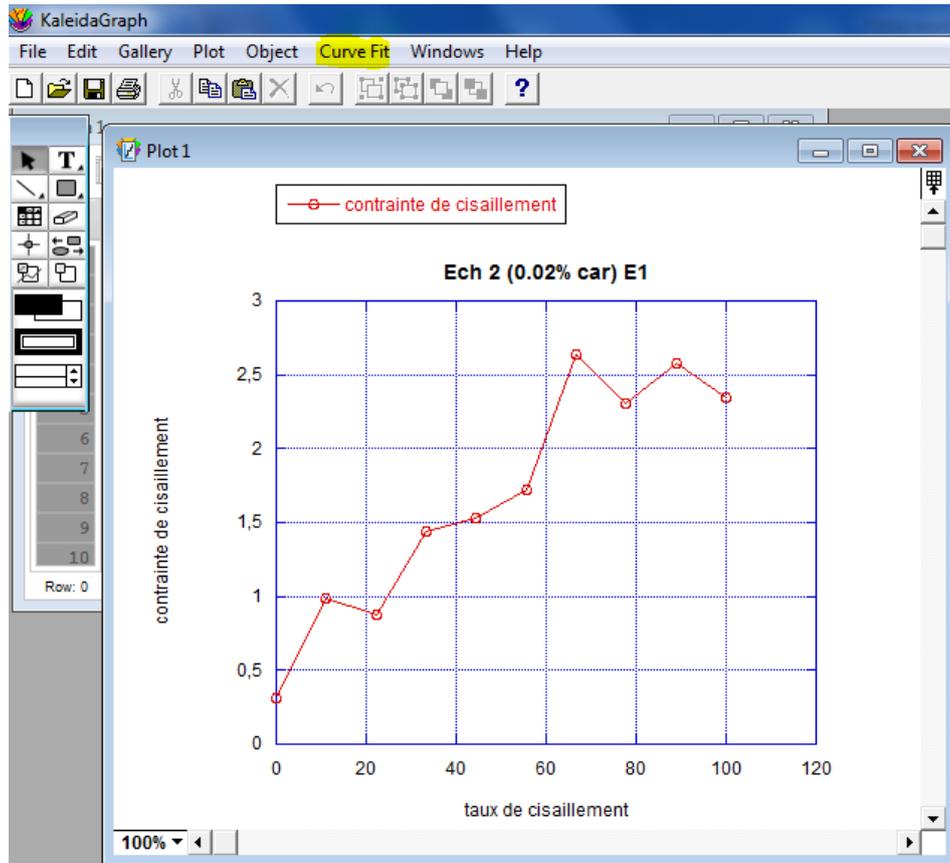


Figure 23 : La courbe du taux de cisaillement en fonction de la contrainte.

Une fois la courbe est tracée, le taux de la viscosité (μ) est calculé grâce au modèle de **Herschel Bulkly** : $Y = m_1 + m_2 X^{m_3}$

Les résultats obtenus sont illustrés dans la Figure 25.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

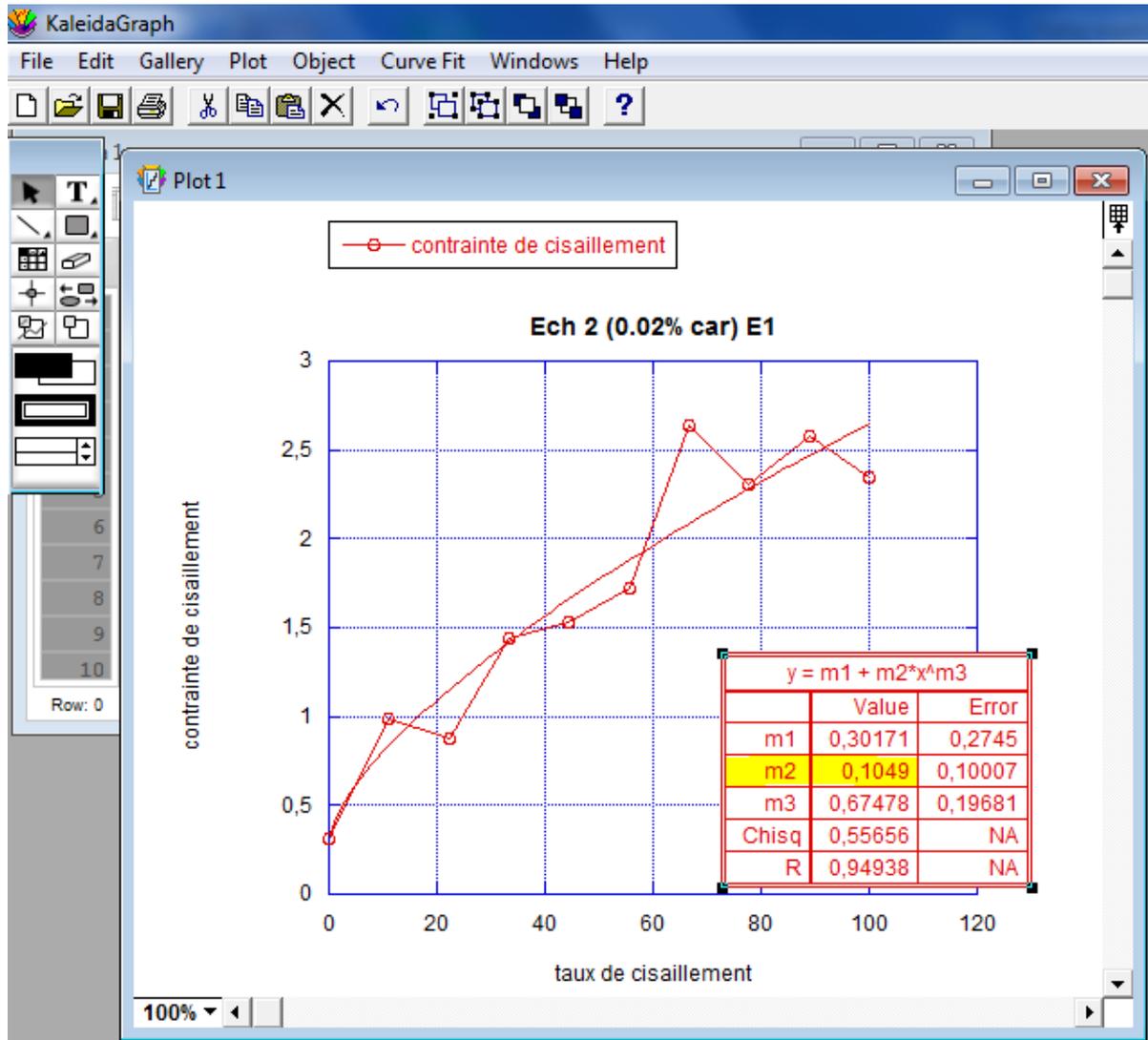


Figure 24 : calcule du taux de la viscosité.

Le taux de la viscosité est celui en jaune [$m2= 0,1049$ (Pas)]

Les résultats obtenus pour l'analyse rhéologique des quatre préparations sont représentés dans les Figures 26 – 37.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

b-1) Résultats relatifs obtenus à l'échantillon 1 à base de 0,00% de carraghénane

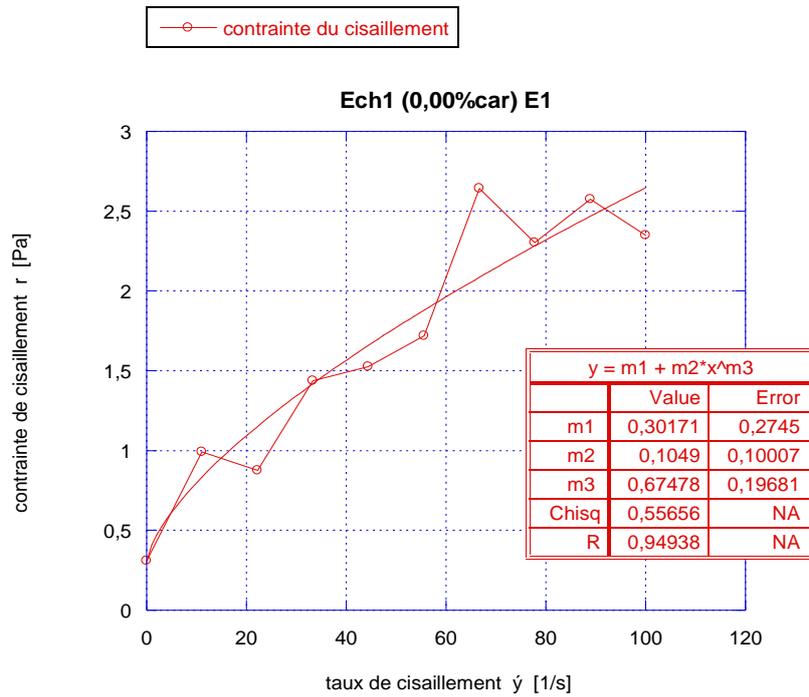


Figure 25 : Rhéogramme pour l'échantillon 1 (Essai 1)

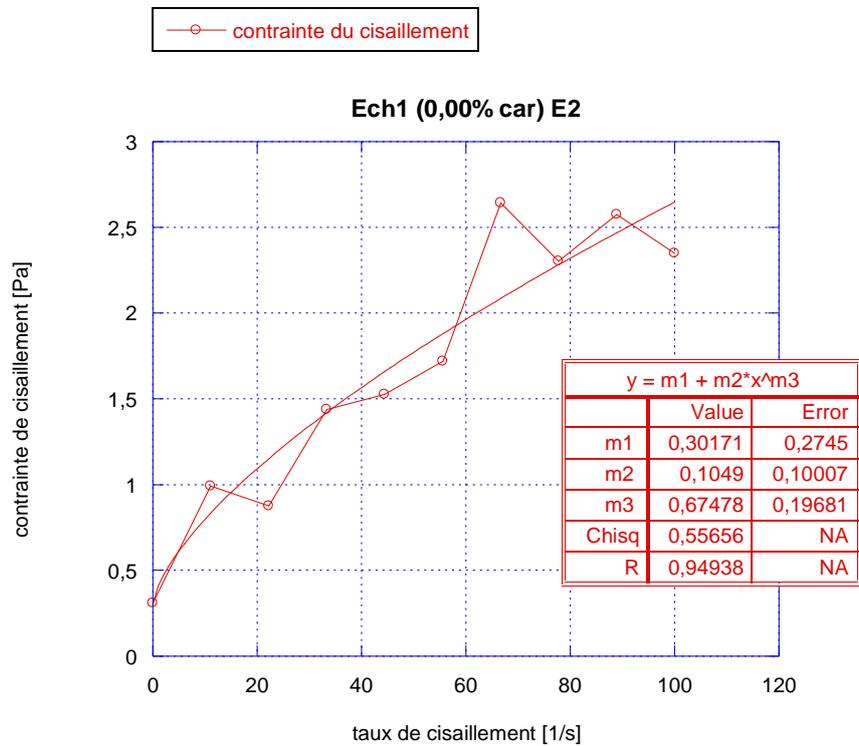


Figure26 : Rhéogramme pour l'échantillon 1 (Essai 2)

RESULTATS ET DISCUSSIONS

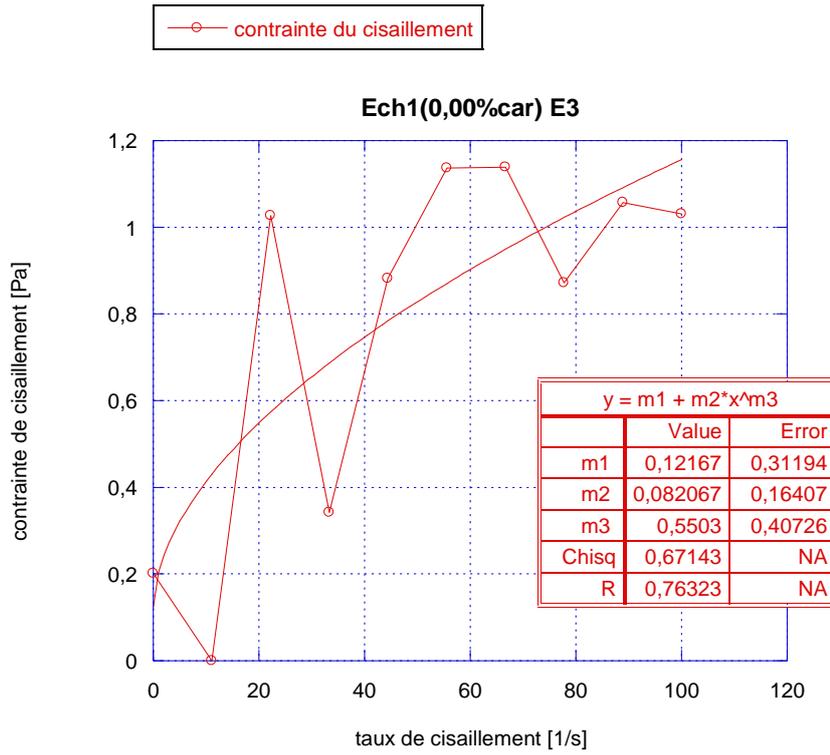


Figure 27 : Rhéogramme pour l'échantillon 1 (Essai 3)

b-2) Résultats relatifs obtenus à l'échantillon 2 à base de 0,02% de carraghénane

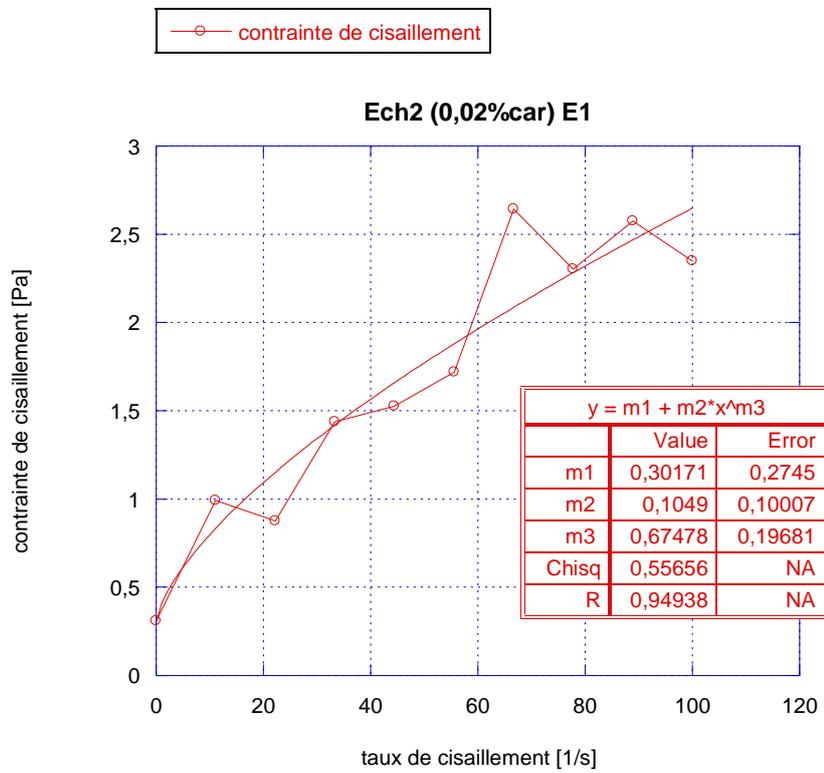


Figure 28 : Rhéogramme pour l'échantillon 2 (Essai 1)

RESULTATS ET DISCUSSIONS

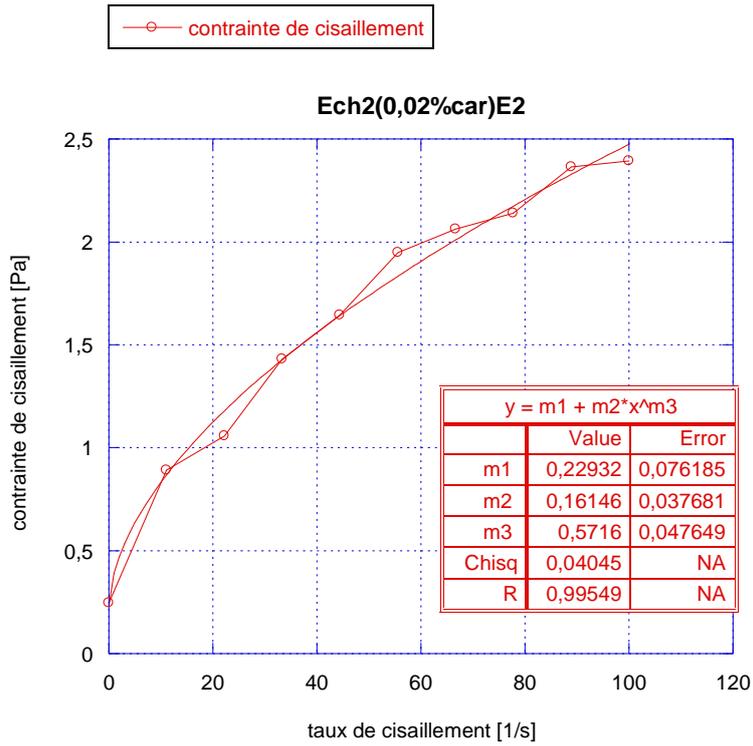


Figure 29: Rhéogramme pour l'échantillon 2 (Essai 2)

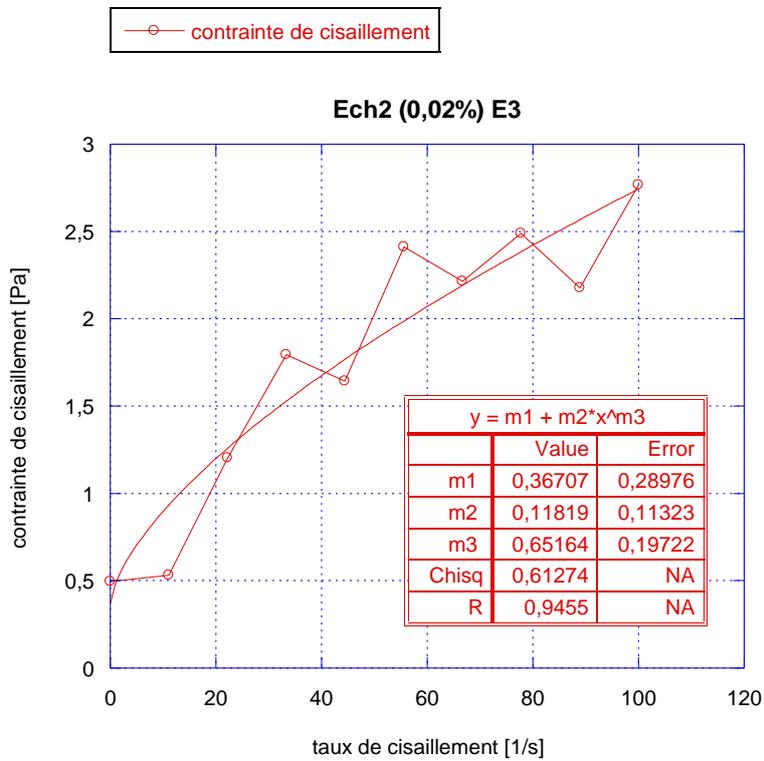


Figure 30: Rhéogramme pour l'échantillon 2 (Essai 3)

RESULTATS ET DISCUSSIONS

b-3) Résultats relatifs obtenus à l'échantillon 3 à base de 0,04% de carraghénane

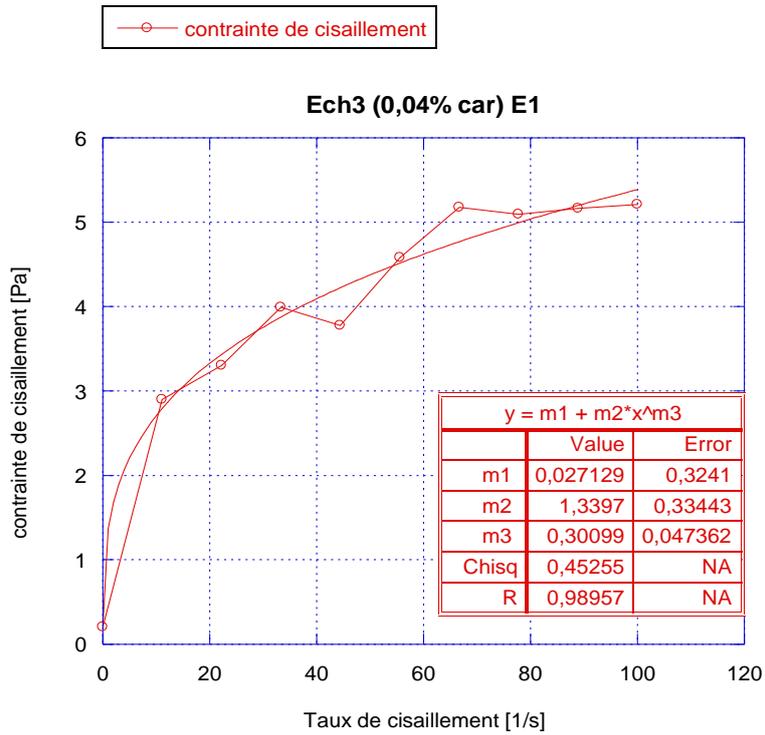


Figure 31 : Rhéogramme pour l'échantillon 3 (Essai 1)

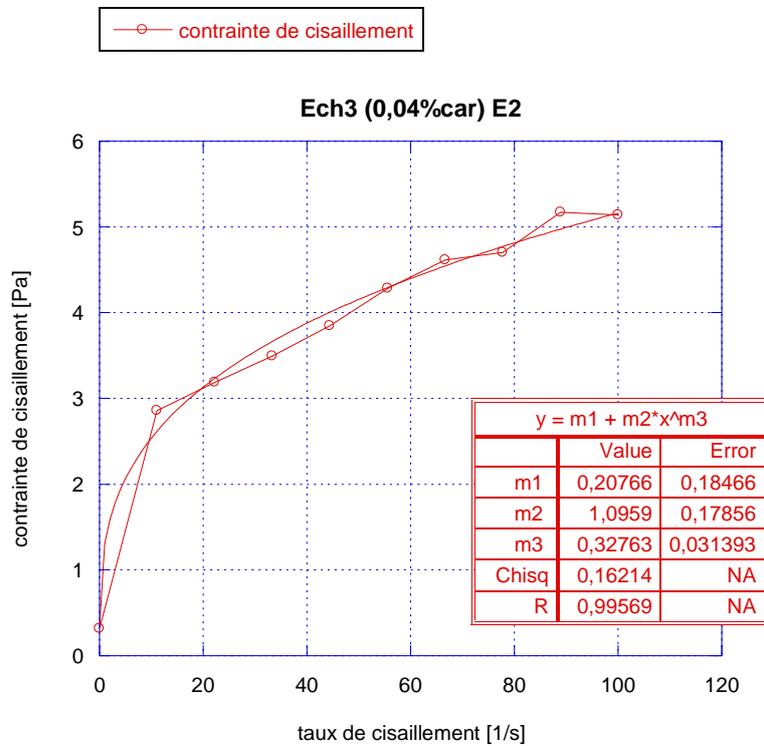


Figure 32 : Rhéogramme pour l'échantillon 3 (Essai 2)

RESULTATS ET DISCUSSIONS

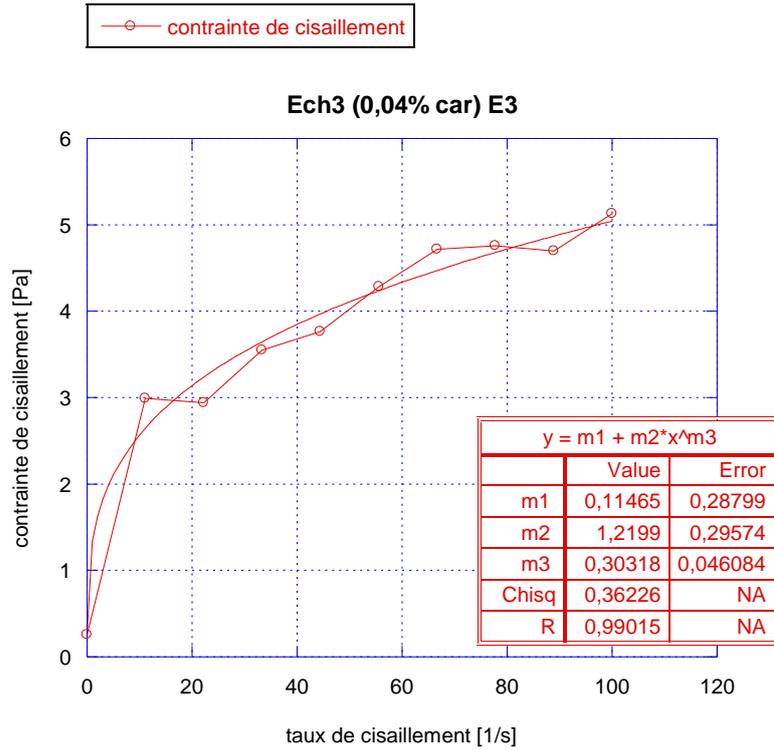


Figure 33 : Rhéogramme pour l'échantillon 3 (Essai 3)

b-4) Résultats relatifs obtenus à l'échantillon 4 à base de 0,06% de carraghénane

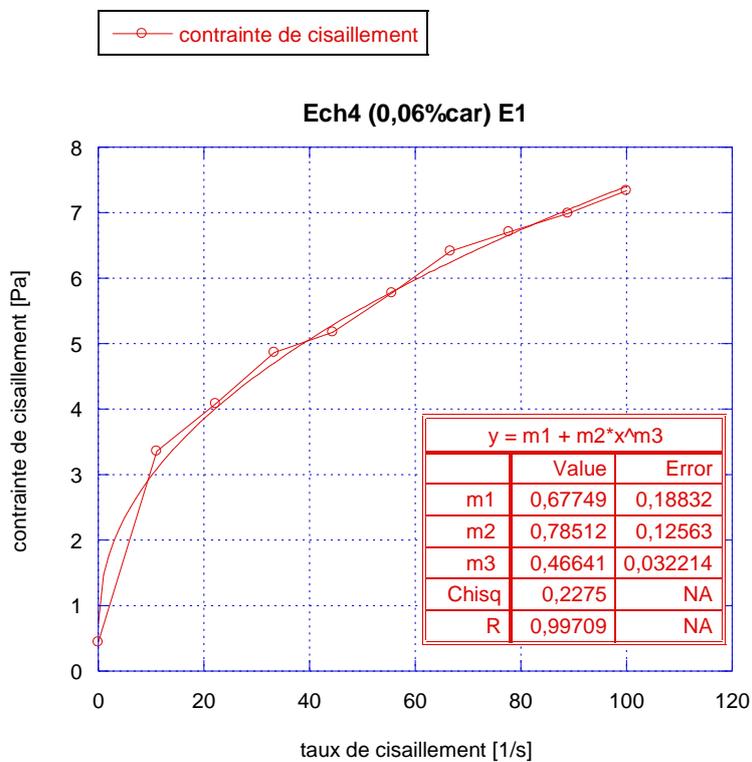


Figure 34: Rhéogramme pour l'échantillon 4 (Essai 1)

RESULTATS ET DISCUSSIONS

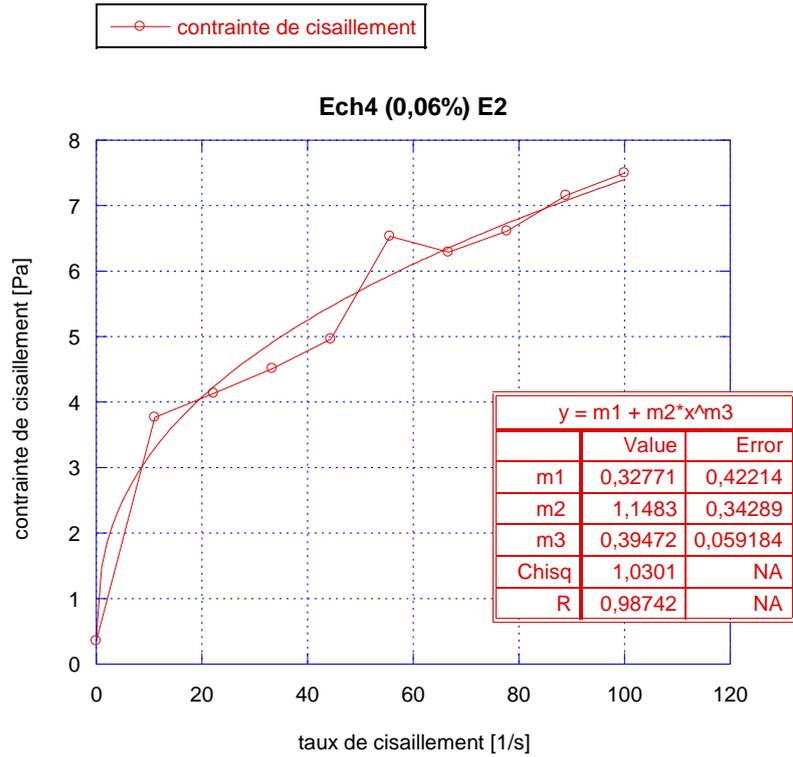


Figure 35: Rhéogramme pour l'échantillon 4 (Essai 2)

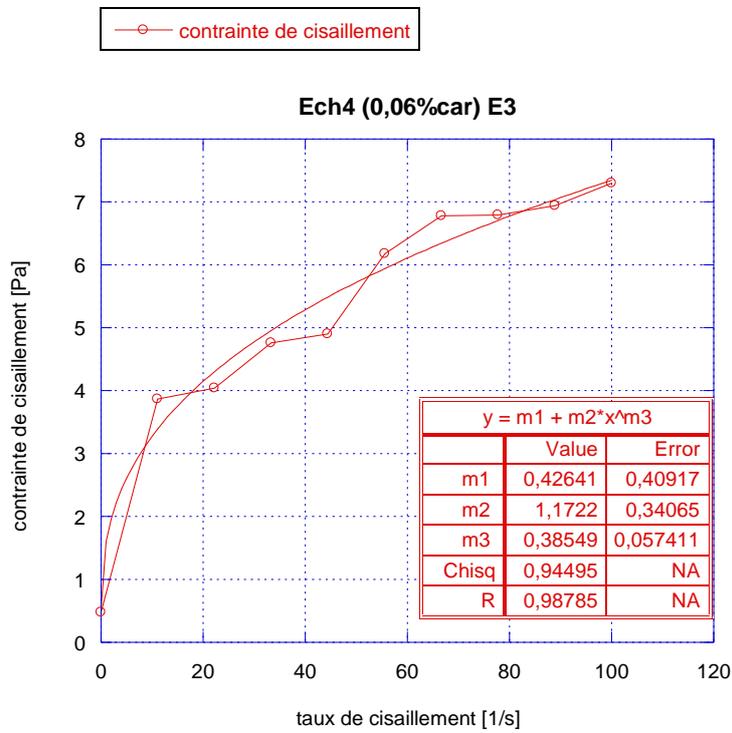


Figure 36 : Rhéogramme pour l'échantillon 4 (Essai 3)

RESULTATS ET DISCUSSIONS

c) Calcul de la moyenne de la viscosité pour chaque échantillon

Le taux de la viscosité de chaque échantillon est représenté dans le Tableau 10

Tableau 10 : La moyenne de la viscosité de chaque échantillon

	Valeur de la viscosité pour E1 [Pas]	Valeur de la viscosité pour E2 [Pas]	Valeur de la viscosité pour E3 [Pas]	MOYENNE de la viscosité [Pas]
Ech 1 (0.00% Carg)	0.1049	0.1049	0.082067	0.097289 ± 0,01
Ech 2 (0.02% Carg)	0.1049	0.16146	0.11819	0.1281833 ± 0,02
Ech 3 (0.04% Carg)	0.78512	1.1483	1.1722	1.0352067 ± 0,1
Ech 4 (0.06% Carg)	1.3397	1.0959	1.2199	1.2185 ± 0,06

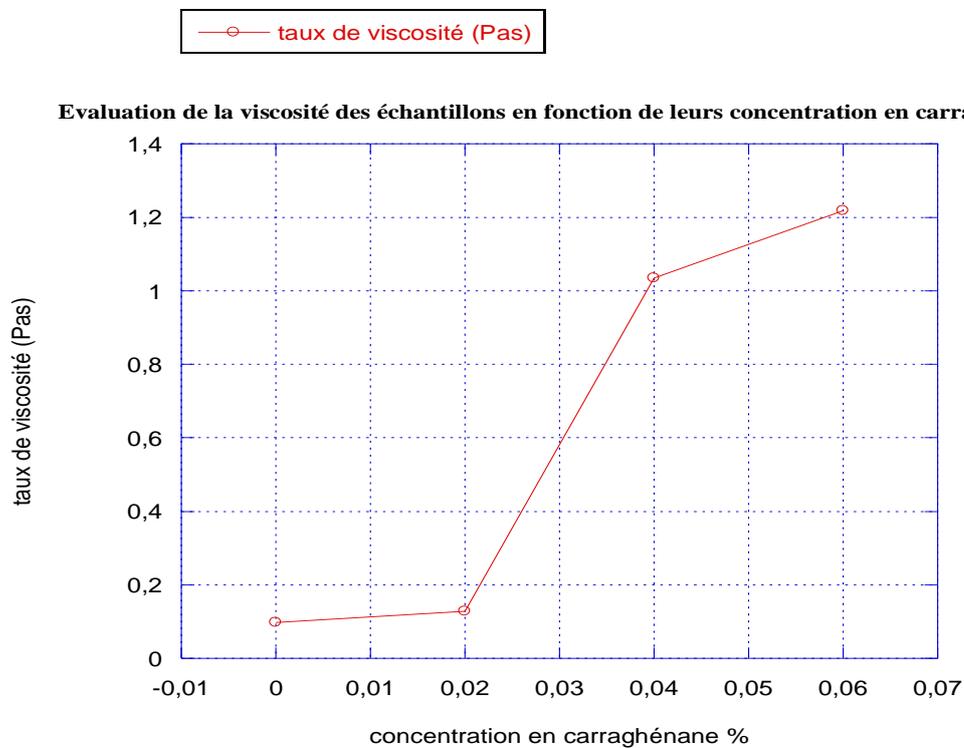


Figure 37: Le taux de la viscosité en fonction de la concentration des caraghénanes.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

L'allure des courbes obtenues pour les essais rhéologiques effectués sur les produits finis, nous montre que les boissons préparées font partie de la catégorie des fluides non newtoniens. Lorsque l'intensité du cisaillement augmente, la contrainte augmente aussi mais à une certaine vitesse de cisaillement elle freine, c'est-à-dire que la viscosité diminue. Ces fluides sont ainsi appelés rhéo-fluidifiants, plus ils sont cisailés, plus ils s'écoulent facilement (Lerouge et al., 2000).

Il en ressort que le taux de la viscosité s'accroît en augmentant la concentration en carraghénane dans le produit, ce qui se traduit par le pouvoir épaississant du polysaccharide.

En outre, nous remarquons que qu'à faible concentration en carraghénane (0,02%) et en son absence (0,00%) la viscosité est très faible, elle est comprise entre 0 et 0,2 Pas.

En doublant la concentration en carraghénane de 0,02% à 0,04%, nous remarquons que l'augmentation de la viscosité est relativement importante, elle passe de 0,2 Pas à 1 Pas. Ceci s'explique par l'effet épaississant bien présent des carraghénanes. De même pour la concentration de 0,06%, le taux de viscosité passe à 1,2 Pas, donc à partir de la concentration de 0,04% les carraghénanes agissent sur la viscosité de la boisson en l'augmentant.

L'étude rhéologique de notre produit (lait chocolaté) montre que la viscosité apparente diminue en fonction de la vitesse (taux) de cisaillement, ce comportement est caractérisé par l'équation : $\mathbf{r} = \mathbf{r}_0 + \mathbf{k}\dot{\gamma}^{\mathbf{n}}$.

Dont : \mathbf{r} = contrainte de cisaillement ; \mathbf{r}_0 = seuil de la contrainte ;

\mathbf{k} = viscosité ; $\dot{\gamma}$ = vitesse de cisaillement ; \mathbf{n} = indice de fluidité.

Nous pouvons déduire que la concentration en carraghénanes de notre produit influence sur sa viscosité. En effet la viscosité est améliorée par le pouvoir épaississant du polysaccharide ajouté dans la boisson.

II.4 Résultats de l'analyse visuelle des produits finis

Les résultats de l'analyse visuelle effectuée sur l'ensemble de nos préparations sont rapportés dans la Figure 39.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

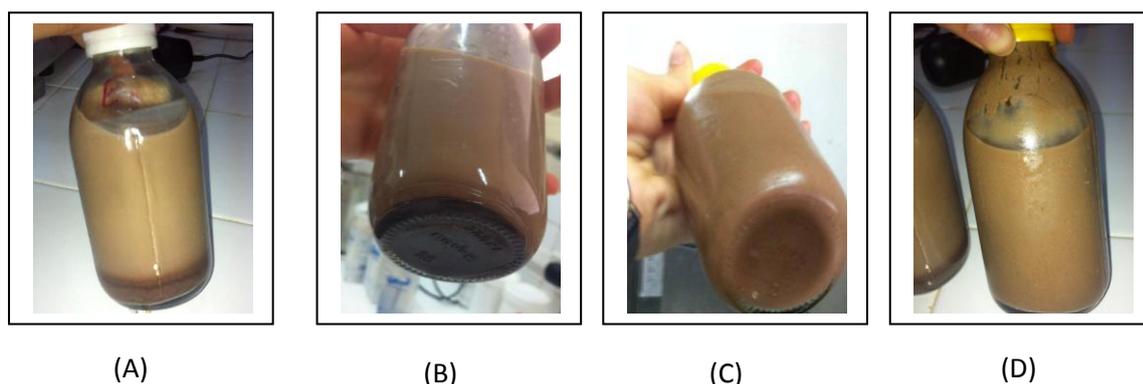


Figure 38 : Photos illustrant l'aspect visuel des préparations de lait chocolatées obtenues à différentes concentrations de carraghénanes. (A) : 0,00% Carrg ; (B) : 0,02% Carrg ; (C) : 0,04% Carrg; (D) : 0,06% Carrg.

La 1^{ère} préparation (Figure 39 A), la couleur de la boisson n'est pas un marron chocolat, cela est dû à la sédimentation du cacao au fond du flacon. Nous constatons aussi que la préparation est beaucoup trop liquide, et apparition d'une fine couche d'eau qui remonte en surface.

Quant à 2^{ème} préparation (Figure 39 B), la couleur est bien plus foncée que dans la première préparation, mais il y'a toujours une couche de cacao sédimenté au fond du flacon, mais moins importante par rapport à l'échantillon 1. La préparation est un peu moins liquide que la première.

Pour ce qui est de la 3^{ème} préparation (Figure 39 C), dont la concentration des carraghénanes est doublée (0,04%) par rapport à la 2^{ème} préparation, le cacao est resté en suspension dans le mélange (absence de sédimentation). La couleur marron chocolat est bien apparente, la préparation est plus visqueuse que les deux premières préparations. Il y a absence de la couche d'eau qui remonte.

La 4^{ème} préparation (Figure 39 D) présente les mêmes caractéristiques que la troisième, c.à.d apparition de la couleur marron chocolat, aspect visqueux, absence de sédimentation du cacao. La seule différence observée est que sa viscosité est beaucoup plus importante, ce qui n'est pas agréable pour ce type de boisson.

Les caractéristiques observées sur les préparations de lait chocolaté peuvent être expliquées comme suit :

RESULTATS ET DISCUSSIONS

1^{ère} préparation : (La boisson lactée à 0,00% de carraghénane)

- Sédimentation de la poudre de cacao, cela est due à l'absence de carraghénanes dans notre préparation, ce dernier à un effet stabilisant, il permet de laisser les particules de cacao en suspension dans une solution ;
- Apparition d'une couche d'eau à la surface de la boisson, ceci s'explique par l'absence du carraghénane dans notre préparation, cet épaississant à le pouvoir d'absorber l'eau du milieu et en étant absent l'eau n'est pas absorbée et donc remonte à la surface ;
- Boisson liquide, les carraghénanes ont un pouvoir épaississant en interagissant avec les protéines du lait, étant donné l'absence de l'épaississant dans notre préparation, elle est restée telle qu'elle était.

2^{ème} préparation : (La boisson lactée à 0,02% de carraghénane) :

- Sédimentation du cacao, due à la faible concentration en carraghénanes, cette concentration n'est pas suffisante pour stabiliser toutes les particules de la poudre de cacao ;
- Aspect plus au moins visqueux, ceci s'explique aussi par la faible concentration en carraghénanes, les caséines n'ont pas toutes interagi avec les particules de carraghénanes, afin de former un gel stable et résistant donnant la bonne consistance.

3^{ème} préparation : (La boisson lactée à 0,04% de carraghénane) :

- Absence de sédimentation, les carraghénanes ont permis de stabiliser les particules de cacao dans le lait, ces particules sont emprisonnées dans un système complexe de carraghénanes, caséine et la matière grasse ;
- Aspect de la boisson à 0,04% est visqueux (interaction des carraghénanes avec les protéines du lait = augmentation de la viscosité), c'est l'aspect recherché par le consommateur ;
- Absence de couche d'eau à la surface, les particules d'eau du milieu ont été absorbées par les carraghénanes, qui sont en quantité suffisante dans la boisson.

4^{ème} préparation : (La boisson lactée à 0,06% de carraghénanes) :

- Absence de couche d'eau à la surface de la boisson, la concentration est suffisante pour l'absorption des particules d'eau;

RESULTATS ET DISCUSSIONS

- Absence de sédimentation du cacao, car toutes les particules ont été stabilisées ;
- Aspect plus visqueux que la 3^{ème} préparation; cela donne un aspect désagréable ce qui déplaît aux consommateurs.

Nous pouvons déduire que la meilleure boisson chocolatée est celle obtenue avec une concentration de 0,04% (0,4g /l) de carraghénane (3^{ème} préparation), permettant d'obtenir une boisson stable à une bonne viscosité [0,8 Pas–1,0 Pas], qui répond aux goûts du consommateur.

Il y a lieu de conclure que ce polysaccharide n'est pas uniquement un épaississant mais aussi un stabilisant qui maintient les particules de cacao en suspension.

Mais, au delà d'une certaine concentration, il y a risque d'avoir une boisson très visqueuse ce qui n'est pas adéquat à ce type de boisson destinée à boire.

II.5 Résultats des analyses microbiologiques des produits finis :

Les résultats des analyses microbiologiques des laits chocolatés produits sont rapportés dans le Tableau 11:

Germes recherchés	L.C à 0,00% carra	L.C à 0,02% carra	L.C à 0,04% carra	L.C à 0,06% carra	Normes JORA (1998)
FTAM	Abs	Abs	Abs	Abs	<100
Coliformes totaux	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
Coliformes fécaux	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
Levures Moisissures	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
Clostridium Sulfito-réducteur	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs

Tableau 11: Résultats des analyses microbiologiques des produits finis

L'absence des germes recherchés est illustrée par les photos présentées dans les Figures 40, 41, 42 et 43.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

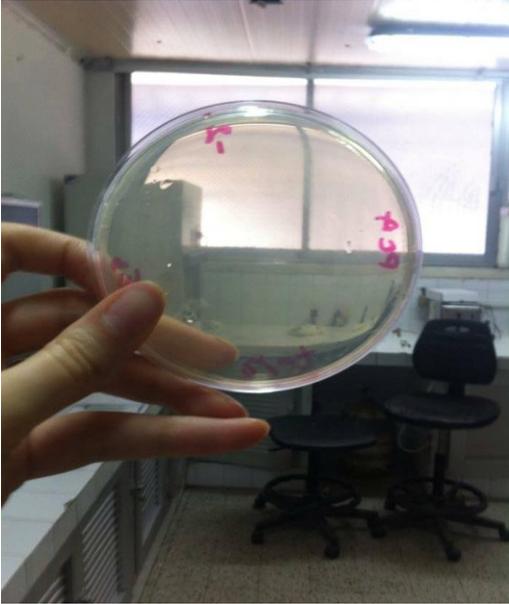


Figure 39: Dénombrement de la FTAM sur milieu PCA.

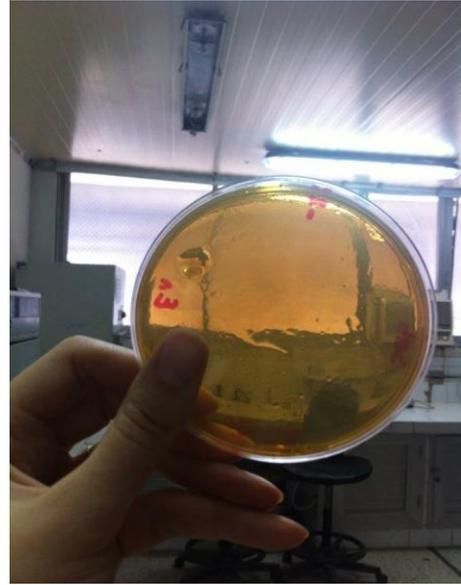


Figure 40 : Dénombrement des levures et moisissures sur milieu Sabouraud.

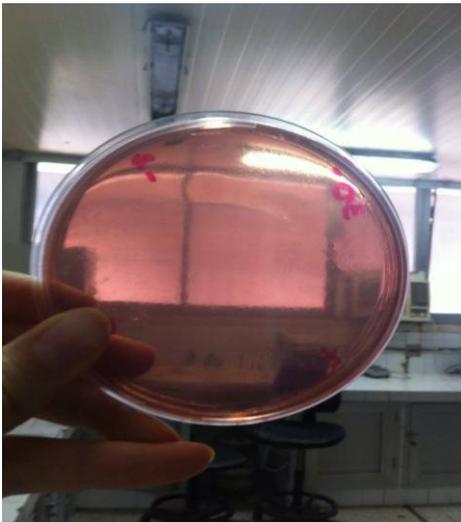


Figure 41: Dénombrement des coliformes Sur milieu VRBL.



Figure 42 : Dénombrement des Clostridium sur milieu VF

Il ressort des résultats du Tableau 11 que la flore mésophile aérobie totale (FTAM) est absente, ce qui est conforme à la norme J.O.R.A(1998). Ceci indique l'efficacité du traitement thermique appliqué, traitement ayant permis la destruction totale de la flore mésophile aérobie totale.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

Les coliformes totaux et fécaux sont totalement absents dans les quatre préparations de lait chocolaté, ce qui est conforme aux normes établies par le JORA (1998). L'absence de ces flores microbiennes est due au bon respect des règles d'hygiène lors des manipulations.

Quant aux levures et moisissures, les résultats obtenus indiquent leur absence, ceci étant conforme aux normes de J.O.R.A(1998). Ces résultats s'expliquent par les bonnes pratiques d'hygiène et au bon traitement thermique appliqué.

De même pour les clostridies leur absence totale indique l'absence de spores de *Clostridium perfringens* qui sont des indicateurs de la contamination fécale récente et passée, ces spores servent aussi d'indicateurs de l'efficacité du traitement.

La conformité des résultats aux normes affirme le respect des conditions d'hygiènes et de préparation des matières premières lors de manipulation.

Conclusion et perspectives

L'objectif visé par notre étude expérimentale, consiste en un essai de fabrication d'une boisson lactée chocolaté selon quatre formules différentes en faisant varier la concentration de l'épaississant (carraghénanes), préparées dans les mêmes conditions ; ensuite, comparer les paramètres physico-chimiques, microbiologiques et rhéologiques des produits ainsi obtenus.

L'ensemble des analyses physico-chimiques, microbiologiques et rhéologiques montrent la conformité de nos produits aux normes. Ceci témoigne du contrôle rigoureux de toutes les matières premières entrant dans la fabrication des quatre boissons chocolatées, ainsi le respect du processus de leurs préparations.

A l'issue de cette étude nous pouvons conclure que les carraghénanes ajoutés à une bonne concentration (0,04%) offre une bonne qualité organoleptique, ils permettent de stabiliser la boisson et d'obtenir une texture adéquate qui répond aux besoins du consommateur.

A la lumière des résultats obtenus, il serait donc intéressant dans un prochain travail, de compléter cette étude par :

- L'étude d'autres formulations de mélange d'épaississants (exp : pectine) afin d'améliorer la stabilité de la boisson ;
- L'utilisation d'un lait reconstitué au niveau de la fabrication à la place du lait de vache afin de réduire le prix du lait chocolaté ;
- Afin d'éviter l'un des problèmes les plus rencontrés par les boissons lactées chocolatées qui est la sédimentation du cacao il est souhaitable d'utiliser un cacao liquide et non en poudre.
- Penser à fabriquer une boisson sans matière grasse pour satisfaire les exigences des sportifs.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Bibliographie

Alais et Linden, 1987 : Abrégé de biochimie alimentaire ED Masson, Paris. Alais, 1984 : Science du lait : principe des techniques laitières. Éd. Sep. Paris.

Amado. J.A, Salas E, Botana MA, Poveda JJ, Berrazueta JR (1993). Low levels of intraplatelet cGMP in IDDM. *Diabetes Care* 16. 809-811.

Anderson, N. S., Dolan, T. C. S., Penman, A., Rees, D. A., Mueller, G. P., Stancioff, D. J. & Stanley, N. F. (1968a), Carrageenans. Part IV. Variations in the structure and gel properties of k-carrageenan, and the characterisation of sulphate esters by infrared spectroscopy., *Journal of Chemical Society C*, 596.

Appelqvist I.A.M., Debet M.R.M., 1997. Starch-biopolymer interactions - A review. *Food reviews international* 13, 163 – 224.

Bourriot, S., Garnier, C., & Doublier, J.-L. (1999). Micellar-caseinek-carrageenan mixtures. I. Phase separation and ultrastructure. *Carbohydrate Polymers*, 40, 145e157.

Buléon A., Colonna P., Planchot V., Ball S., (1995). Mini review. Starch granules: structure and biosynthesis. *International Journal of Biological Macromolecules*, 23(1998), pp.85—112.

Carole L. Vignola, 2002. Technologie du lait. Transformation du lait. pp. 221-223. France.

De Bont, P. W., Van Kempen, G. M. P. & Vreeker, V. (2002), Phase separation in milk protein and amylopectin mixtures, *Food Hydrocolloids*, 16, 127-138.

De Kruif, C. G., Weinbreck, F. & De Vries, R. (2004), Complex coacervation of proteins and anionic polysaccharides, *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 9, 340-349.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- DERBY, 2001** : Lait, nutrition et santé, Ed : Tec et doc, Lavoisier, Paris
- Dalgleach, 1992 cités par cayot et Lorient, 1998** : Structure et techno fonction des protéines du lait, Ed : tec et doc, Lavoisier, Paris.
- Dickinson, E. (1998)**, Stability and rheological implications of electrostatic milk protein– polysaccharide interactions, *Trends in Food Science & Technology*, 9, 347-354.
- Doublier, J.-L., Garnier, C., Renard, D. & Sanchez, C. (2000)**, Protein– polysaccharide interactions, *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 5, 202-214.
- Doublier, J.-L., Garnier, C., Renard, D. & Sanchez, C. (2000)**, Protein– polysaccharide interactions, *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 5, 202-214.
- Doublier. J.L., Launay, B., Cavelier. G. 1992.** Viscoelastic properties of food gels. In : Visco Elastic Properties of Food. Rao, M.A. and Steffe, J.F. (eds.) Elsevier Applied Science. New York. pp. 371-434.
- E.Vierling., 2002.** Biochimie des aliments: diététique du sujet bien portant *Biosciences et techniques. Sciences des aliments.* P. 182- 197. Doin.
- Effects of carrageenan type on the behaviour of carrageenan /milk mixtures.*
- Eliasson A., 2004**, Starch in food: structure, function and applications, Woodhead Publishing Limited, CRC Press LLC, Florida, USA, 605p.
- Food Hydrocolloids 14, 273-280.
- Frary CD et coll.** Food sources and intakes of caffeine in the diets of persons in the United States. *J Am Diet Assoc* 2005;105(1):110-3.
- Garnier, C., Michon, C., Durand, S., Cuvelier, G., Doublier, J.-L. & Launay, B. (2003)**, Iotacarrageenan/casein micelles interactions: evidence at different scales, *Colloids and surfaces B: Biointerfaces*, 31, 177-184.
- GOSTA, 1995.** Lait long conservation. In manuel de transformation du lait. Ed : Tétra Packs Processing Systems A.B, Sweden.442p.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Grinberg, V. Y. & Tolstoguzov, V. B. (1997)**, Thermodynamic incompatibility of proteins and polysaccharides in solutions, *Food Hydrocolloids*, 11, 145-458.
- Grinberg, V. Y. & Tolstoguzov, V. B. (1997)**, Thermodynamic incompatibility of proteins and polysaccharides in solutions, *Food Hydrocolloids*, 11, 145-458.
- GUIRAUD J., 1998.** Microbiologie Alimentaire, Edition Dunod, Paris.652 P.
- Hemar, Y., Tamehana, M., Munro, P. A. & Singh, H. (2001b)**, Viscosity, microstructure and phase behavior of aqueous mixtures of commercial milk protein products and xanthan gum, *Food Hydrocolloids*, 15, 565-574.
- JEANTET Romain, CROGUENNEC Thomas, MAHAUT Michel – 2008.** Les produits laitiers., ed2. P 21. France.
- Johnson RK et coll.** Dietary sugars intake and cardiovascular health: a scientific statement from the American Heart Association. *Circulation*. 2009;120(11):1011-20.
- Kim, H.-J., Decker, E. A. & McClements, D. J. (2006)**, Preparation of multiple emulsions based on thermodynamic incompatibility of heat-denatured whey protein and pectin solutions, *Food Hydrocolloids*, 20, 586-595.
- Kotarski, S.F., Waniska. R.D. and Thurn. K.K. (1992).** Starch hydrolysis by the ruminal microflora. *J.Nutr.*, 122, 178-190.
- Langendroff. V., Cuvelier. G., Michon. C., Launay. B., Parcker. A., de Kruif, CG., 2000.**
- LEMENS. 1985.** Le lait de chèvre, propriétés physico-chimiques, nutritionnelle In « lait et produits laitiers vache, brebis, chèvre ». Coord Luquet F.M. Ed : Tec et Doc. Lavoisier, Paris,p. 349-369.
- Lupein, 1998 :** Lait et produits laitiers dans la nutrition humain, collection FAO : *alimentation et nutrition, Rome.*
- MATIEU J. 1998.** Initiation à la Physicochimie du lait, Guide Technologique des IAA Collection sous la direction de J.Y Malgeant. P 1 – 6.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

McClements, D. J. (2005). In Food Emulsion: Principles, Practises and Techniques, In D. J. McClements *Food emulsions in practise* (pp. 515-544), Boca Raton, Florida: CRC Press.

McClements, D. J. (2005). In Food Emulsion: Principles, Practises and Techniques, In D. J. McClements *Food emulsions in practise* (pp. 515-544), Boca Raton, Florida: CRC Press.

Morris, V. J. (2007). Polysaccharides: their role in food microstructure, In D. J. McClements *Understanding and controlling the microstructure of complex foods* (pp. Boca Raton: CRC Press.

Norton, I. T. & Frith, W. J. (2001), Microstructure design in mixed biopolymer composites, *Food Hydrocolloids*, 15, 543-553.

Odet et al 1984 : *la maîtrise de la qualité du lait stérilisé UHT* .ED. Apria, Paris. **Odet et All.1995 :** *La maîtrise de la qualité du lait stérilisé UHT*. Edition APRIA.

Oh H.E., Anema S.G., Wong M., Pinder D.N., Hemar Y., (2007), Effect of potato starch addition on the acid gelation of milk, *International Dairy Journal*, 17 (7): 808-815.

Piculell, L. & Lindman, B. (1992a), Association and segregation in aqueous polymer/polymer, polymer/surfactant and surfactant/surfactant mixtures similarities and differences, *Advances in Colloid and Interface Science*, 41, 149-78.

Piculell, L. (2006). Gelling carrageenans, In A. M. Stephen, **G. O. Phillips &P. A. Williams** *Food Polysaccharides and Their Applications*. (2) (pp. 239-287), Boca Raton, London, New York: Taylor & F.

Schmitt, C., Sanchez, C., Desobry-Banon, S. & Hardy, J. (1998), Structure and technofunctional properties of protein-polysaccharide complexes: a review, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 38, 689-753.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Schmitt, C., Sanchez, C., Desobry-Banon, S. & Hardy, J. (1998)**, Structure and technofunctional properties of protein-polysaccharide complexes: a review, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 38, 689-753.
- Schoch T.J., 1945.** The fractionation of starch . In ; W.W. Pigman and M.L. Wolfrom (eds), *Adv. Carbohydr. Chem.*, Vol I, 247. Acad. Press Inc., New York.
- Shannon J.C.,Garwood D.L. (1984).** Genetics and physiology of starch development. In *Starch: Chemistry and Technology*, **Whistler R.L., BeMiller J.N.,Paschall E.F.**, eds (Orlando, FL: Academic Press), pp. 25–86.
- Sivak, M. N.; Preiss, J. 1998: Starch degradation. In: Sivak, M. N.; Preiss, J.** ed. *Advances in food and nutrition research*. Volume 41, Starch, basic science and biotechnology. San Diego, Academic Press. pp. 153-161.
- Snoeren, T. H. M. (1976).** Kappa carrageenan: A study on its physico-chemical properties, sol-gel transition and interactions with milk proteins. *Wageningen, Université de Wageningen*: 1-103.
- Swinkels, J.J.M. (1985).** Sources of starch, it's chemistry and physics, In : van Beynum G.M.A, Roels J.A (eds) *starch conversion technology*. Marcel Dekker, New York.
- Syrbe, A., Bauer, W. J. & Klostermeyer, H. (1998)**, Polymer Science Concepts in Dairy Systems--An Overview of Milk Protein and Food Hydrocolloid Interaction, *International Dairy Journal*, 8, 179-193.
- THURIAUX P. 2004.** Les Organismes Modèles ; Les Levures, Edition Belin.
- Tolstoguzov, V. (2003).** Some thermodynamic considerations in food formulations. *Food Hydrocolloids*, 17, 1e23.
- Tolstoguzov, V. (2007).** Ingredient interactions in complex foods: aggregation and phase separation, In D. J. McClements *Understanding and controlling the microstructure of complex foods* (pp. 185-206), Boca Raton: CRC Press.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Turgeon, S. L. & Laneuville, S. I. (2009). Protein+Polysaccharide Coacervates and Complexes: From Scientific Background to their Application as Functional Ingredients in Food Products, In S. Kasapis, **I. T. Norton & J. B. Ubbink** *Modern Biopolymer Science: Bridging the divide between fundamental treatise and industrial application* (pp. 327-363), USA: Academic Press publications.

Turgeon, S. L., Beaulieu, M., Schmitt, C. & Sanchez, C. (2003), Protein–polysaccharide interactions: phase-ordering kinetics, thermodynamic and structural aspects, *Colloids and surfaces*, 8, 401-414.

Turgeon, S. L., Beaulieu, M., Schmitt, C. & Sanchez, C. (2003), Protein–polysaccharide interactions: phase-ordering kinetics, thermodynamic and structural aspects, *Colloids and surfaces*, 8, 401-414.

VIRLIGN E. 2001. Aliment et boisson ; Technologie et Aspects Réglementaires, Science des Aliment, 2^{ème} Edition Science et techniques, Doin, Paris, France.

Whistler, R.L. and J.N. BeMiller. 1997. Carbohydrate chemistry for food scientists. Eagan Press, St. Paul, Minnesota, p. 121-126.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Webographie

Les diététistes du Canada. Certains aliments rendent-ils les enfants hyperactifs?, [En ligne], 2006 :

http://www.dietetistes.ca/resources/resourcesearch.asp?fn=view&contentid=11518&resource_resourcetype=FAQ%28Frequently%20asked%20question%29%20&resource_language=French (Consulté le 4 Aout 2015).

News laiter, actualités de la recherche nutritionnelle et diététique, juillet 2008 :

<https://www.swissmilk.ch/fileadmin/filemount/newslaiter-2-08-la-matiere-grasse-du-lait-est-precieuse-nutrition-fr.pdf> (consulté le 22 Juillet 2015)

Institut de sante naturelle(Fleury+Rodet) ; et Institut des nutraceutiques et des aliments fonctionnels(INAF) , Universite Laval, (mai 2006) :

<http://lechocolattpe.unblog.fr/la-composition-chimique-du-chocolat-2/>

Karp JR, et coll. Chocolate milk as a post-exercise recovery aid. Int J Sport Nutr Exerc Metab. 2006 :

<http://www.plaisirslaitiers.ca/le-lait/tout-sur-le-lait-au-chocolat/lait-au-chocolat-boisson-de-recuperation-ideale>

Abdoulaye Fall. RHEOPHYSIQUE DES FLUIDES COMPLEXES : ECOULEMENT ET BLOCAGE DE SUSPENSIONS. Data Analysis, Statistics and Probability [physics.data-an]. Université Paris-Diderot - Paris VII, 2008 :

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00322449v1/document>

Glyn O Phillips; Peter A Williams Woodhead Publishing in food science, technology, and nutrition.,Cambridge : Woodhead Pub, 2009

https://books.google.dz/books?id=3k-kAqAAQBAJ&pg=PA421&dq=Turgeon+et+al.,+2003+De+Kruif+et+al.,+2004+Schmitt+et+al.,+1998+Tolstoguzov,2003&hl=fr&sa=X&ved=0CBsQ6AEwAGoVChMIxuisK5X_xwIVBjAaCh0fbQhH#v=onepage&q=Turgeon%20et%20al.%2C%202003%20De%20Kruif%20et%20al.%2C%202004%20Schmitt%20et%20al.%2C%201998%20Tolstoguzov%2C2003&f=false

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

<http://www.neroliane.com/arome-alimentaire-naturel-chocolat.html>

<http://carraghenanes.chez-alice.fr/intro.htm>

<http://bu.umc.edu.dz/theses/agronomie/GHA6008.pdf>

http://www.meca.u-psud.fr/cours/L3_TP_Viscosite.pdf

<http://culturesciencesphysique.ens-lyon.fr/ressource/comment-coulent-les-fluides.xml>

<https://cours.espci.fr/site.php?id=2&fileid=309>

<http://www.scribub.com/limba/franceza/Tensioactive-substances242120116.php>

<http://fr.slideshare.net/SouhilaBenkaci/cours-licence>

<http://www.rheohydro.com/IMG/pdf/Experience-consistometer.pdf>

ANNEXES

Annexe 1 :

Appareillage : Réactifs, milieux de culture, appareillage, verrerie, petit matériel

Réactifs	Milieux de culture	Appareillage	Verrerie	petit matériel
<ul style="list-style-type: none"> - Alcool iso-amylique ; - Acide sulfurique - Phénolphtaléine - Hydroxyde de sodium - Eau distillée - Alcool éthylique 	<ul style="list-style-type: none"> - PCA - SAB - VRBL - VF 	<ul style="list-style-type: none"> - Plaque chauffante magnétique - Balance électronique - Bec bunsen - Butyromètre de GERBBER - Centrifugeuse - Dessiccateur - pH-mètre - Thermomètre - Micro pipette - Etuve - Rhéomètre 	<ul style="list-style-type: none"> -Becher 100ml -Becher 1000ml -Erlen m Meyer -Flacons 180ml -Pipettes -Tubes à essais -Burette 	<ul style="list-style-type: none"> - Boite de pétri -Spatule -Barreau magnétique -Portoir

ANNEXES

Annexe 2 :

Le mode opératoire consiste à :

- ✓ Rincer l'éprouvette avec de l'eau distillée avant l'incorporation de l'échantillon ;
- ✓ Verser le lait dans l'éprouvette, tenue inclinée afin d'éviter la formation de mousse ou de bulles d'air ;
- ✓ L'introduction du lactodensimètre dans l'éprouvette pleine de lait doit provoquer un débordement de liquide. ce débordement est nécessaire, il débarrasse la surface du lait des traces de mousse qui gênaient la lecture ;
- ✓ Plonger doucement le lactodensimètre dans le lait en le maintenant dans l'axe de l'éprouvette est en le retenant dans sa descente jusqu'au voisinage de sa position d'équilibre ;
- ✓ Faire la lecture sur la partie supérieure du ménisque du lactodensimètre.

Si la température est de 15°C, le niveau de flottement correspond à la graduation de lecture de la densité.

Si la température est inférieure ou supérieure à 15°C, il faut soustraire ou additionner respectivement le nombre de graduations qui séparent le niveau de température correspondante à 15°C.

Expression des résultats

$$d = d_0 - 0,2 (15 - T^\circ) \dots\dots\dots T < 15^\circ\text{C}$$

$$d = d_0 + 0,2 (15 - T^\circ) \dots\dots\dots T > 15^\circ\text{C}$$

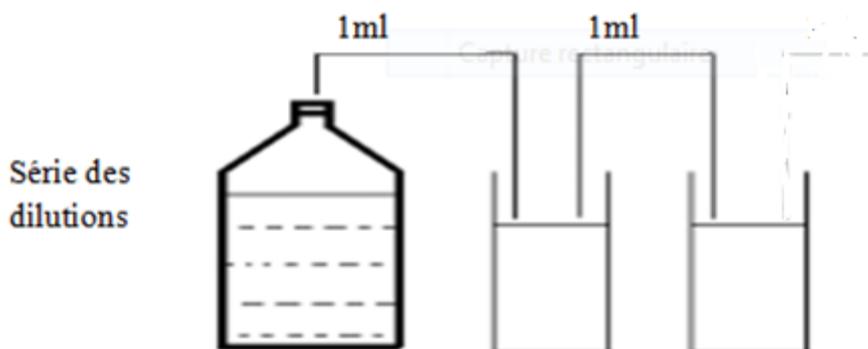
Où : d_0 : Densité sur le lactodensimètre (lecture).

T : Température sur le lactodensimètre en degré Celsius.

Annexe 3 :

Mode opératoire

1) Préparation des dilutions décimales.



Nous avons préparé à partir de la solution mère (SM), une série de dilutions décimales allant de 10^{-1} jusqu'à 10^{-2} , comme suit:

Introduire aseptiquement 1 ml de la SM dans 9 ml de TSE (Tryptone-Sel-Eau) stérile dans un tube à essai qui correspond à la dilution 10^{-1} .

Après homogénéisation, 1ml de la dilution 10^{-1} est prélevé puis introduit dans 9 ml de TSE qui correspond à la dilution 10^{-2} .

2) Ensemencement

- Noter sur des boîtes de pétris : la date, la dilution, le nom du produit et le milieu de culture.
- A partir des dilutions décimales, porter aseptiquement 1 ml de chaque produit et l'ensemencer dans la boîte de Pétri correspondante vide et stérile.
- Compléter ensuite avec environ 15 ml de gélose PCA fondue puis refroidie à 45°C .
- Faire des mouvements circulaires en forme de « 8 » pour permettre à l'inoculum de se mélanger puis laisser solidifier, rajouter après une deuxième couche d'environ 5 ml.
- Incubation des boîtes de pétri avec le couvercle en bas à 30°C pendant 72 heures, en faisant une lecture chaque 24 heures.

Lecture

Retenir les boîtes contenant un nombre de colonies compris entre 30 et 300.

Les résultats sont exprimés en UFC par (g) de produit selon la formule suivante :

ANNEXES

$$X = N.1 / D.1/V$$

X : nombre de germes par ml ou g de produit

N : nombre de colonies

V : volume de l'inoculum

D : facteur de dilution ou la dilution considérée

Annexe 4 :

Mode opératoire

Dans 2 tubes à essais stériles on introduit dans le premier 1ml de la solution mère (lait chocolaté) et dans le deuxième tube on introduit 1ml de la solution diluée à 10^{-1} ;

Après avoir liquéfié le milieu de culture qui est la gélose viande foie (VF) on remplit les 2 tubes à essais près de 15ml.

Ajouter quelques gouttes d'huile de paraffine pour créer l'anaérobiose, fermer les tubes, incuber à 44°C pendant 48h.

Lecture :

Les *Clostridium* sulfite-réducteurs donnent après incubation des colonies noires par réduction du sulfite et production de sulfure de fer.

L'absence de *Clostridium* sulfite réducteur se traduit par l'absence de colonies noires.