

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou
Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques
Département de Biochimie et de Microbiologie



Mémoire de fin d'études
En vue de l'obtention du diplôme de MASTER
Option: Alimentation Humaine et Qualité des Produits

Thème

*Analyse de profil en acides gras de deux fromages
à pâte molle type camembert par chromatographie
en phase gazeuse*

Proposé et dirigé par : Mme OUALI-ABDOUNE S.

Maître assistante « A », chargée de cours à l'UMMTO

Présenté par :

Mr ACHAIBOU Djamal

M^{elle} SAB Chafiaa

Devant le jury :

Présidente :

M^{elle} BEN AHMED DJILALI A. Maître de conférences « A » à l'UMMTO.

Examineurs :

Mme REMANE Y. Maître assistante « A », chargée de cours à l'UMMTO

Mme SENNANI N. Maître assistante « A », chargée de cours à l'UMMTO

Promotion : 2016/2017

Remerciements

Nous Remercions avant tout le Grand Dieu, qui nous a fait parcourir nos chemins avec des pas stables et avec beaucoup de patience.

*Nous tenons à exprimer notre profonde reconnaissance à **Mme OUALI-ABDOUNE SAMIA** notre promotrice, pour avoir assuré notre encadrement, pour le temps qu'elle nous a consacré, pour ses précieux conseils et sa disponibilité.*

Nous tenons à remercier les membres de jury d'avoir acceptés d'examiner notre travail :

 ***M^{elle} BEN AHMED DJILALI A.** Maître de conférences « A » à l'UMMTO.*

 ***Mme SENNANI N.** Maître assistante « A », chargée de cours à l'UMMTO*

*Egalement nous tenons à témoigner notre profonde reconnaissance et notre respect à **Mme REMANE.Y**, pour son aide tout au long de la réalisation de ce projet et d'avoir accepté d'évaluer notre travail*

*Nous tenons également à présenter nos plus vifs remerciements à **Mme ABBAD MALIKA** pour son aide.*


Nous remercions vivement le personnel et toute l'équipe de la laiterie « LE FERMIER », et plus particulièrement la responsable de laboratoire SOUAD et son équipe : SAMIR, RAISSA, et FATIMA, pour leur gentillesse, elles nous ont soutenu, et favorisés tous les moyens pour l'achèvement de ce travail.


Nos profonds remerciements sont adressés aux ingénieurs de laboratoire commun physico-chimique de la faculté, ainsi à l'ingénieur de laboratoire de technologie alimentaire à l'institut national agronomique.


Enfin, nous remercions toute personne ayant contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.


Dédicaces


Je dédie ce modeste travail à :


 *Mes très chers parents qui m'ont toujours poussée vers la réussite malgré tout les obstacles. Qu'ils trouvent ici l'expression de mon affection et ma reconnaissance. Puisse Dieu, le tout puissant, vous préserver et vous accorder santé, bonheur et longue vie.*

 *A mes chers frères : Arezki et Moh Arezki ainsi qu'à sa fiancée Ghania.*

 *A mes chers sœurs : Ouiza et Zohra ainsi qu'à leurs maris et leurs enfants.*

 *A mes amis : Nawal, Soraya, Kahina, Karima, Lynda.*

 *A mon binôme Mr ACHAIBOU Djamel ainsi qu'à toute sa famille, c'était un honneur pour moi de partager ce travail avec vous.*

 *A toute personne qui me connaît et qui m'aime.*

Chafiaa

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

🌸 *A la mémoire de ma défunte mère « Sadiaa »*

🌸 *A ma petite famille :*

🌸 *A ma femme Fouzia*

🌸 *A mes fils Hamid, Tarek, Abd eL Alli*

🌸 *A mes filles Hanane et Ouissal*

🌸 *A mon ami d'enfance Halim.*

🌸 *A mes petites sœurs et partenaire de réussite que ma mère n'a pas eu :*
Chafiaa, Soraya, Siham.

🌸 *A toute la promotion AHQP 2016/2017*

Djamal

La liste des abréviations

AA:	acide aminé
ADV:	Acid Degree Value
AFNOR :	agence française de normalisation
AGL :	acide gras libre
AGMI:	acides gras monoinsaturés
AGPI:	acides gras polyinsaturés
AGS :	acides gras saturés
AGV :	acide gras volatils
BDI :	Bureau of Dairy Industrie
CE :	communauté européenne
CG :	chromatographie gazeuse
CPG :	chromatographie phase gazeuse
FAO :	organisations des nations unis pour l'alimentation et l'agriculture.
FLM :	fromage au lait mixte
FLV :	fromage au lait de vache
GLC :	chromatographie gaz-liquide
GSC :	chromatographie gaz-solide
HRED:	humidité relative d'extrait dégraissé
LM :	lait mixte
LPL :	lipoprotéine lipase LV : lait de vache
MG :	matière grasse

MGES : pourcentage en matière grasse dans l'extrait sec.

OMS : organisation mondiale de la santé

SM : spectromètre de masse

TB : taux butyreux

TEFD : pourcentage de la teneur en eau dans les fromages dégraissés

WPNI: Whey Protein Nitrogen Index

La liste des figures

Figure	titre	page
01	Structure de la micelle de caséines (FROC, 2006).	05
02	Structure d'un globule de matière grasse (VIGNOLA, 2002).	07
03	Schéma général de la dégradation des lipides BERTRAND (1988).	26
04	Schéma simplifié du chromatographe en phase gazeuse (SKOOG <i>et al</i> 2015).	32
05	Processus de fabrication du camembert au niveau de la laiterie-fromagerie « LE FERMIER »	38
06	Réaction de saponification et de méthylation des triglycérides (EUDE, 2005)	40
07	Chromatogramme des acides gras libres isolés à partir du lait de vache 100%.	41
08	Chromatogramme des acides gras libre isolés à partir du lait mixte (50% lait de vache, 50% lait reconstitué).	42
09	Profil en chromatographie phase gazeuse (CPG) d'un mélange d'acides gras témoins.	43
10	Histogramme de variation de la concentration des acides gras libres du lait de Vache 100% et du lait.	44
11	Chromatogramme des acides gras libres isolés à partir du camembert fabriqué à base de lait de vache 100% (12 jours d'affinage).	48
12	Chromatogramme des acides gras libres isolés à partir du camembert fabriqué à base de lait mixte (12 jours d'affinage).	49
13	Histogramme de variation de la concentration des AGL du FLV et du FLM.	50

La liste des tableaux

Tableau	titre	page
I	Composition moyenne du lait de vache (ALAIS <i>et al</i>, 2008)	03
II	Propriétés et caractéristique des protéines solubles (MATHIEU, 1997)	06
III	Composition lipidique moyenne du lait de vache (CROGUENNEC <i>et al</i>, 2008)	07
IV	Symbole, proportions et points de fusion des principaux acides gras dans le les triglycérides du lait (VIGNOLA, 2002)	08
V	Composition minérale moyenne du lait de vache (CROGUENNEC <i>et al</i>, 2008)	09
VI	Composition vitaminique moyenne du lait cru (AMIOT <i>et al</i>, 2002)	09
VII	Caractéristiques des principaux enzymes du lait (VIGNOLA, 2002).	10
VIII	Composition des laits en poudre (LUBIN, 1995)	12
IX	Classification des fromages en fonction de la consistance et de la teneur en matière grasse FAO/OMS N° A-6 (1987 modifiée 1990)	14
X	Classification des fromages selon la voie technologique (VIGNOLA, 2002).	15
XI	Valeurs nutritionnels pour 100 g de fromage (CHEFTEL H et CHEFEL J-C, 1992).	16
XII	Teneur en eau des fromages (VIERLING, 2008).	17
XIII	Teneur réelle en matière grasse pour 100 g de fromage (DUPIN <i>et al</i>, 1992)	17
XIV	Teneur protéique des fromages VIERLING, 2008)	18
XV	Analyse synthétique de la valeur énergétique des fromages à pâte molle comparée à celle du lait (VIERLING, 2008).	18
XVI	Teneur en calcium des fromages (VIERLING, 2008).	19
XVII	Teneur en phosphore des principaux fromages (ALAIS <i>et al</i>, 2003)	19
XVIII	Détecteurs de chromatographie gazeuse (SKOOG <i>et al</i>, 2015)	33

XIX	Tableau comparatif entre les concentrations des acides gras de lait selon la FAO, et les concentrations des acides gras dans le LV et le LM.	45
XX	Concentration des acides gras libres en (%) de FLV et de FLM	51

Sommaire

Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction	1

Chapitre I : Synthèse bibliographique

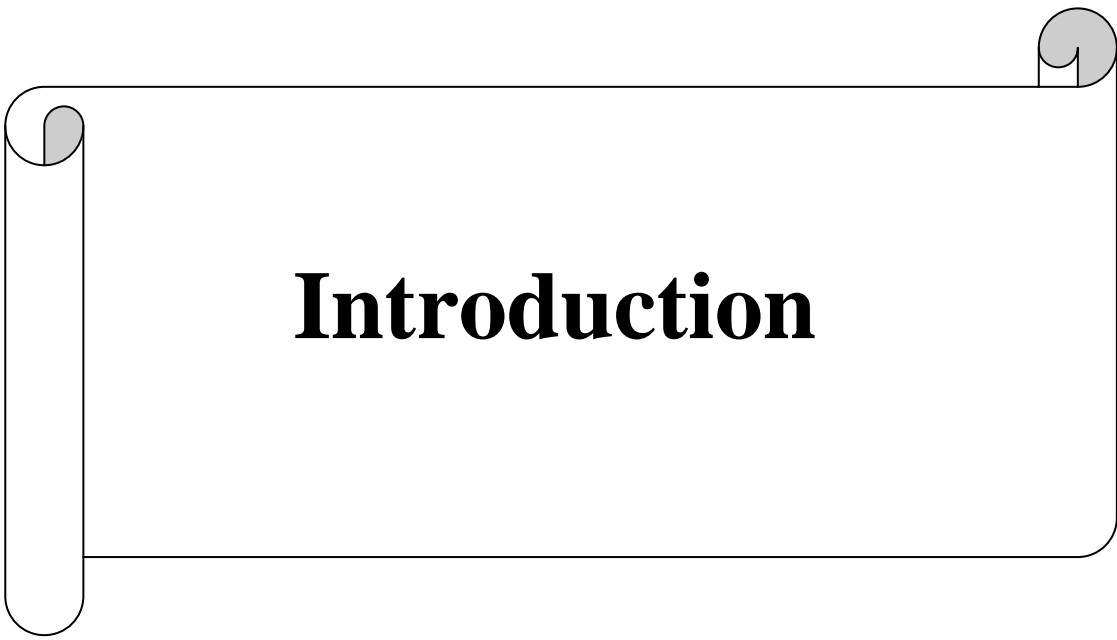
I. Généralités sur le lait	2
I.1. Définition	2
I.2. Propriétés physico-chimique.....	2
I.2.1. Densité	2
I.2.2. Point d'ébullition	2
I.2.3. Point de congélation.....	2
I.2.4. Acidité.....	2
I.2.5. PH	3
I.3. Composition du lait.....	3
I.3.1. Eau	4
I. 3.2. Protéines.....	4
I.3.2.1. Caséines	4
I.3.2.2. Protéines sériques.....	5
I.3.3. Matière grasse	6
I.3.4. Glucides	8
I.3.5. Minéraux	8
I.3.6. Vitamines	9
I.3.7. Enzymes	10
I.4. Différents types du lait.....	11
I.4.1. Lait cru	11
I.4.2. Lait en poudre	11
I.4.3.1. Différents types de lait en poudre	12
II. Fromages	14
II.1. Définition.....	14
II.2. Classification des fromages	14
II.3. Fromages à pâte molle type camembert	15
II.3.1. Définition.....	15
II.3.2. Composition et valeur nutritionnelle	15
II.3.2.1. Constituants du camembert	16
II.3.2.2. L'eau	16
II.3.2.3. Matière grasse.....	17
II.3.2.4. Protéines	18
II.3.2.5. Glucides	18

II.3.2.6. Minéraux.....	19
II.3.2.7. Vitamines.....	19
II.4. Auxiliaires technologique.....	20
II.4.1. Ferments lactiques.....	20
II.4.2. Ferments fongiques.....	20
II.4.2.1. Levures.....	20
II.4.2.2. Moisissure.....	20
II.4.3. Présure.....	20
II.4.4. Sels.....	21
II.5. Etapes de fabrication du camembert.....	21
II.5.1. Préparation du lait.....	21
II.5.2. Etapes clés de la transformation du lait en fromage.....	22
II.5.2.1. Coagulation.....	22
II.5.2.2. Egouttage.....	22
II.5.2.3. Salage.....	22
II.5.2.4. Ressuyage.....	23
II.5.2.5. L'affinage.....	23
II.5.2.5.1. Définition.....	23
II.5.2.5.2. Glycolyse.....	24
II.5.2.5.3. Protéolyse.....	25
II.5.2.5.4. Lipolyse.....	25
III. Lipolyse.....	26
III.1. Définition.....	26
III.2. Mécanismes générales de la dégradation des lipides.....	26
III.3. Agents lipolytiques dans le fromage.....	27
III.3.1. Origine des lipases dans le fromage.....	27
III.3.1.1. Lipases du lait.....	27
III.3.1.2. Flore bactérienne initiale.....	27
III.3.1.3. Enzymes ajoutées.....	27
III.3.1.4. Lipase des bactéries psychotrophes.....	27
III.3.1.5. Lipases de la microflore de surface.....	28
III.4. Techniques d'évaluation de l'activité lipolytique.....	28
III.4.1. Techniques de dosages des acides gras libres.....	28
III.4.1.1. Dosage global des AGL.....	28
III.4.1.1.1. Dosage titrimétrique des acides gras libres.....	28
III.4.1.1.2. Autre méthodes.....	29
III.4.1.1.3. Méthodes spécifiques d'analyses des différents AGL.....	29
IV. Chromatographie en phase gazeuse.....	30
IV.1. Historique.....	30
IV.2. Définition.....	30
IV.3. Principe.....	30
IV.4. Supports de la CPG.....	31
IV.5. Appareillage.....	32
IV.5.1. Gaz vecteur.....	32
IV.5.2. Injecteur.....	32
IV.5.3. Colonne.....	32

IV.5.4. Détecteurs	32
IV.6. Exploitation des résultats d'une CPG	33
IV.7. Avantages de la CPG	33
IV.8. Limite de la CPG.....	33
IV.9. Domaine d'application de la CPG.....	35

Chapitre 2: Partie expérimentale

V. Matériels et méthodes.....	36
V.1. Aperçu sur l'unité.....	36
V.2. Préparations du lait.....	36
V.3. Matériels, appareillage et réactifs utilisé.....	37
V.4. Méthodes	37
V.4.1. Echantillonnage	37
V.4.2. Processus de fabrication du camembert à la fromagerie « FERMIER ».....	38
V.4.3. Méthodes d'analyse	39
V.4.3.1. Extraction de la MG du lait cru et du lait mixte	39
V.4.3.2.Extraction de la MG du FLV et FLV	39
V.4.3.3.Transformation des acides gras extraits en esters méthyliques	39
V.4.3.3.Dosage par CPG	40
VI. Résultats et discussion	41
VI.1. Résultats de dosage de la MG de LV et LM par CPG	41
VI.2. Résultats de dosage de la MG du FLV et du FLM par CPG	48
Conclusion.....	53
Références bibliographiques	
Annexes	



Introduction

Avec une consommation annuelle estimée à près de 3 milliards de litres, l'Algérie est le premier consommateur de lait au Maghreb. Cet aliment occupe une place prépondérante dans la ration alimentaire des algériens de part sa richesse en nutriments de base notamment les protéines lui permettant de suppléer d'autres produits coûteux tel que la viande.

Le lait, matière première de l'industrie laitière, fait l'objet de différentes biotransformations en produits dérivés ayant des propriétés sensorielles et nutritionnelles meilleures que celles du produit de départ. L'un de ces dérivés est le fromage.

La forte consommation de cet aliment devant la faiblesse de la production nationale ayant créé une situation dépendance vis-à-vis de l'étranger. L'industrie de transformation demeure fortement dépendante des importations. Ce constat est corroboré par l'analyse de la structure des approvisionnements des entreprises qui se caractérise par l'importance relative aux poids des matières premières importées pour les différentes activités.

Pour cela les industries laitières tendent à minimiser ce déficit en remplaçant totalement ou partiellement la matière première qui est le lait cru par d'autres plus essentiellement la poudre du lait qui est à la base de la fabrication de la majorité des produits laitiers.

Mais la question à poser, c'est par rapport à la qualité des produits finis, sachant que la matière première est l'un des plus importants facteurs qui influence la qualité nutritionnelle, technologique, hygiénique et sensorielle du produit fini.

Afin d'arriver à un produit final ayant des caractéristiques plus normatives et plus reproductibles d'une fabrication à une autre, nos laiteries ont recours au lait mixte (mélange lait cru/lait recombinaé) qui constitue une nouvelle matière première nécessitant une étude préalable pour évaluer la qualité des produits dérivés. Partant de là et afin de nous faire une idée sur l'influence de la matière première sur la saveur et l'arôme du produit fini, nous nous sommes intéressées au dosage par CPG des composées volatiles (les acides gras libres) de deux types de fromage à pâte molle type Camembert. Ces deux produits sont fabriqués à la laiterie-fromagerie « FERMIER » à base de deux matières premières différentes à savoir le lait de vache 100% et le lait mixte (50% lait de vache 50% lait en poudre).

Ainsi notre travail sera scindé en deux parties :

-une partie bibliographique qui présentera des généralités sur le lait et fromage et éventuellement le fromage à pâte molle type camembert

-une seconde partie expérimentale qui regroupe la partie matériels et les méthodes utilisées, présentation et discussion des résultats obtenus et enfin, on termine par une conclusion générale.



Chapitre I : **Généralité sur le lait**

I.1. Définition

Le lait est sécrété par les glandes mammaires des femelles mammifères dont l'activité chez la vache commence à la mise bas et se poursuit pendant une dizaine de mois, tant que dure la traite.

Le lait est synthétisé dans les acini à partir d'éléments puisés dans le sang et le plus souvent remanés pour donner les substances spécifiques du lait dont les principales, en masse, sont le lactose, les caséines, la β -lactoglobuline, et les acides gras (DEBRY, 2006).

92% de la matière sèche du lait est ainsi synthétisée par les cellules lactogènes à partir des matériaux simples choisis dans le sang ; les autres constituants proviennent directement du plasma en passant au travers des cellules glandulaires sans subir de modification.

I.2. Les propriétés physico-chimiques du lait

Les principales propriétés physico-chimiques utilisées dans l'industrie laitière sont :

I.2.1 la densité

La densité du lait varie généralement à une température de 20°C de 1.028 à 1.032. Chacun des constituant du lait agit sur la densité, et comme la matière grasse est le seul constituant qui possède une densité inférieure à 1, de ce fait plus le lait ou le produit laitier contient de la matière grasse plus sa densité sera basse (POINTURIER, 2003).

I-2-2-Point d'ébullition

VIGNOLA (2002), a défini le point d'ébullition comme la température atteinte lorsque la pression de la substance ou la solution est égale à la pression appliquée. Le point d'ébullition est légèrement supérieur au point d'ébullition d'eau, soit 100,5°C.

I.2.3. Le point de congélation

Le point de congélation du lait est légèrement inférieur à celui de l'eau puisque la présence de solides solubilisés abaisse le point de congélation. Il peut varier de -0,530 °C à -0,575°C avec une moyenne de -0,555 °C. Un point de congélation supérieur à -0,530°C permet de soupçonner une addition d'eau au lait. On vérifie le point de congélation du lait à l'aide d'une cryoscopie (VIGNOLA, 2002).

I.2.4. L'acidité

L'acidité de lait est une notion importante pour l'industrie laitière. Elle permet de juger l'état de conservation du lait. Elle est exprimée en "degré Dornic" (°D), ce dernier exprime la teneur du lait en acide lactique : $1^{\circ}\text{D} = 0,1\text{g}$ d'acide lactique. L'acidité titrable est comprise entre 15°D et 18°D (ALAIS, 1984). Elle varie entre 0,13 et 0,17% d'équivalent d'acide lactique.

I.2.5. Le pH

Le pH du lait est de l'ordre de 6.7 à 6.8, sa mesure permet la détection de tous les ions H_3O^+ libres. Lorsque le pH est inférieur aux valeurs normales ; donc le lait a été conservé longtemps et qu'il s'est acidifié à cause d'un développement microbien (BRANGER et *al*, 2009).

I.3. La composition du lait

Selon la FAO (1985), Le lait contient des nutriments essentiels et est une source importante d'énergie alimentaire, de protéines de haute qualité et de matières grasses. Le lait peut apporter une contribution significative aux besoins nutritionnels recommandés en calcium, magnésium, sélénium, riboflavine, vitamine B12 et acide pantothénique. Le lait et les produits laitiers sont des aliments nutritifs et leur consommation permet de diversifier les régimes à base de plantes.

Sa composition générale est représentée dans le tableau I. Les données sont des approximations quantitatives, qui varient en fonction d'une multiplicité de facteurs : race animale, alimentation et état de santé de l'animal, période de lactation, ainsi qu'au cours de la traite. Il reste que la composition exacte d'un échantillon de lait ne peut s'obtenir que par analyse (ROUDAUT et LEFRANCQ, 2005).

Tableau I : composition moyenne du lait de vache (ALAIS *et al*, 2008)

	Composition (g /L)	Etat physique des composants
Eau	905	Eau libre (solvant) plus eau liée (3.7%)
Glucides (lactose)	49	Solution
Lipides	24	Emulsion des globules gras (3 à 5 µm)
Matière grasse proprement dite	35	
Lécithine (phospholipides)	34	
Insaponifiable	0,5	
(stéroïls, carotènes, Tocophérol)	0,5	
Protides	35	Suspension micellaire
Caséines	34	Phosphocaseinate de calcium (0,08 à 0,12 µm)
Protéines solubles (globulines, albumines)	27	Solution (colloïdale)
Substances azotées non protéiques	2,5	Solution (vraie)
Sels	9	Solution ou état colloïdale
De l'acide citrique (en acide)	2	
De l'acide phosphorique (P ₂ O ₂)	2,6	
Du chlorure de sodium (NaCl)	1,7	
Constituants divers	Traces	
Vitamines, enzymes, gaz dissous)		
Extrait sec total	127	
Extrait sec non gras	92	

I.3.1. L'eau

D'après AMIOT *et al* (2002), l'eau est le constituant le plus important du lait, son caractère polaire lui permet de former une solution vraie avec les substances polaires tels que les glucides, les minéraux et une solution colloïdale avec les protéines hydrophiles du sérum.

Puisque les matières grasses possèdent un caractère non polaire (ou hydrophobe), elles ne pourront se dissoudre et formeront une émulsion du type huile dans l'eau (H/E). Il en est de même pour les micelles de caséines qui formeront une suspension colloïdale puisqu'elles sont solides.

I.3.2. Les protéines

Selon JEANTET *et al* (2007), le lait de vache contient 3,2 à 3,5% de protéines réparties en deux fractions distinctes :

- Les caséines qui précipitent à pH 4,6, représentent 80% des protéines totales,
- Les protéines sériques solubles à pH 4,6, représentent 20% des protéines totales.

La proportion de matières azotées totales (MAT) est aussi nommée taux protéique car les MAT sont à 95% des protéines, les 5% restants correspondant à l'azote non protéique. Le lait possède globalement une très bonne valeur protéique (= azote retenu pour la croissance = pourcentage de l'azote absorbé retenu, c'est à dire qui n'est pas excrété dans l'urine ni dans les fèces) en raison de son équilibre remarquable en acides aminés indispensables et grâce à la bonne digestibilité de ses acides aminés. La protéine totale du lait comporte une importante teneur en lysine, si bien qu'elle est facilement dénaturée par la chaleur (CAZET, 2007).

I.3.2.1. Les caséines

Selon FROC (2006), le lait de vache contient 30 à 38 grammes par litre de caséines. Il existe quatre types de caséines nommés à l'aide de l'alphabet grec : alpha, beta, kappa et gamma (pour cette dernière, l'isomérisation découle de la dégradation de la beta).

Les protéines sont liées entre elle dans un ordre donné et sur un plan préétabli, donnant une sorte de micro globule du nom de sub-micelle, ou la protéine kappa, située en couche externe, assure le contact avec l'eau du lait, tandis que les autres caséines, peu hydrophiles, restent à l'abri de l'eau, à l'intérieur de la sub-micelle (Figure 1).

Une fois constituées, ces sub-micelles, au nombre de 100 à 1000, s'associent pour former une super structure : la micelle. Toutes les sub-micelles sont liées par une sorte de « ciment ». Selon ADRIAN *et al*, (2004), la caséine native a la composition suivante : protéine 94%, calcium 3%, phosphore 2,2%, magnésium 0,1%. Ce ciment, dit aussi « pont »

phosphocalcique, relie les sub-micelles en se liant à un acide aminé constitutif des caséines, la sérine.

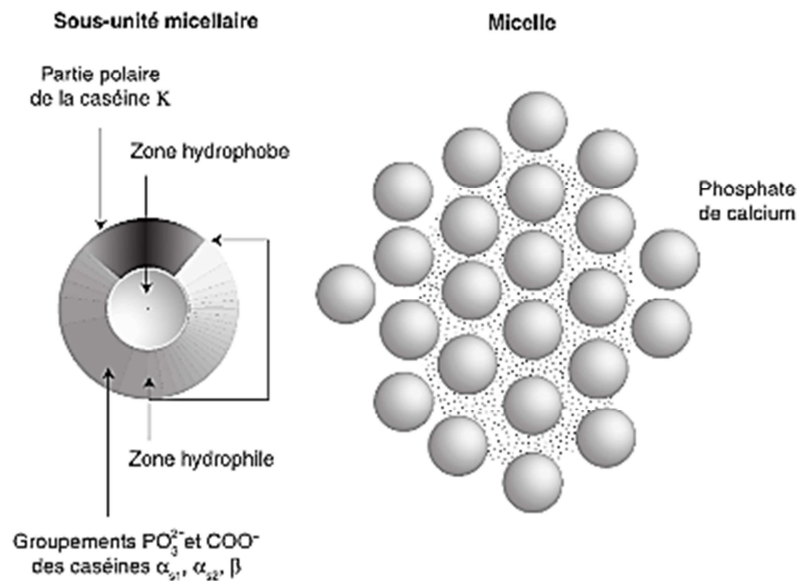


Figure 1 : structure de la micelle de caséines (FROC, 2006)

La caséine du lait de vache précipite facilement sous forme de caillots volumineux soit par abaissement du pH au voisinage de son point isoélectrique (pH 4,6), soit par action enzymatique (présure). La caséine n'est pas dénaturée par la chaleur et supporte pendant cinq heures des températures de 60 °C à 100 °C (ANOYME 1).

I.3.2.2. Les protéines sériques

Les protéines de lactosérum, ou protéines sériques, ont un intérêt nutritionnel important de par leur composition élevée en acides aminés essentiels. Elles ont aussi d'intéressantes propriétés fonctionnelles (pouvoir gélifiant, moussant). Malheureusement, elles ne représentent qu'environ 9% de la matière sèche de lactosérum, d'où le développement des techniques, souvent coûteuses, permettant de les concentrer et les isoler (WERNER, 2010).

Les protéines lactosériques se composent généralement de β -lactalbumine, d' α -lactoglobuline, d'immunoglobulines, de sérum albumine, de lactoferrine et de lysozyme (Tableau II).

Tableau II : propriétés et caractéristiques des protéines solubles (à pH =4.6 et à 20 °C)
(MATHIEU, 1997)

	B-lactoalbumine	A-lactoglobuline	Sérum-albumine	Immuno-globuline	Protéoses-peptones
Nombre d'acides aminés	162	123	585		28 à 107
Masse molaire (g/mol)	18363 (A)	14175 (B)	66267(A)	146000 à 1000000	<15000
Nombre de résidus de cystéines	5 (2)-S-S- ;1-SH	8 (4)-S-S-	35 (17)-S-S- ; 1SH	?	-
pH	5,23(A) 5,30(B)	4,3	4,8	5,6-7,3	3,3-3,7
Origine	mammaire	Mammaire	sanguine	(Mmmaire) sangaine	B-CN
En g /l dans le lait	2-4	1-1,5	0,1-0,4	0,6-1	0,6-1,8

I.3.3. La matière grasse

JEANTET *et al* (2008), rapportent que la matière grasse est présente dans le lait sous forme de globules gras de diamètre de 0,1 à 10µm et est essentiellement constitué de triglycérides (98%). La matière grasse du lait de vache représente à elle seule la moitié de l'apport énergétique du lait. Elle est constituée de 65% d'acides gras saturés et de 35% d'acides gras insaturés. Elle renferme :

- Une très grande variété d'acides gras (150 différents) ;
- Une proportion élevée d'acides gras à chaînes courtes, assimilés plus rapidement que les acides gras à longues chaînes ;
- Une teneur élevée en acide oléique (C18 :1) et acide palmitique (C16 :0) ;
- Une teneur moyenne en acide stéarique (C18 :0)

Le reste des lipides étant constitué de substances liposolubles appelées également « substances lipoidiques » ou « fraction insaponifiable ». Cette dernière est constituée

d'hydrocarbures (dont la carotène), d'alcools (dont le cholestérol), de tocophérols et de vitamines liposolubles A, D et K (MAHAUT *et al*, 2000).

La figure 2 présente un globule gras du lait. La membrane est constituée de phospholipides, de lipoprotéines, de cérebrosides, de protéines, d'acides nucléiques, d'enzymes et d'oligo- éléments (métaux) et d'eau

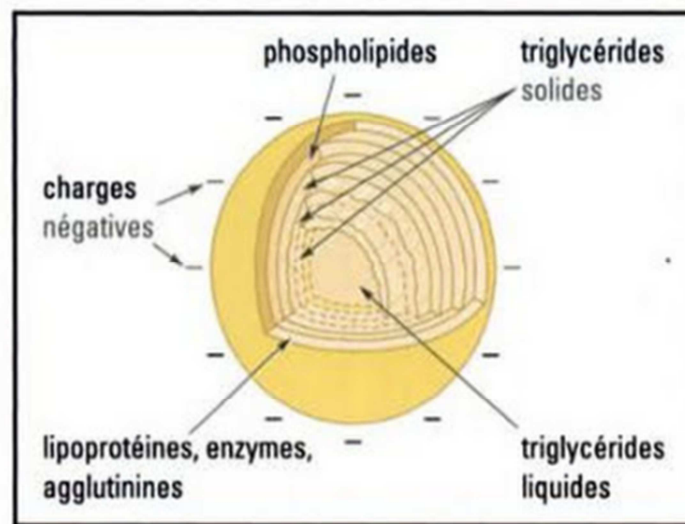


Figure 2 : Structure d'un globule de matière grasse (VIGNOLA, 2002)

Le tableau III détaille à la fois la teneur (par 100 g de matière grasse) et la localisation principale des lipides du lait.

Tableau III : composition lipidique moyenne du lait de vache (CROGUENNEC *et al*, 2008)

Constituant lipidiques	Pourcentages des lipides totaux
Triglycerides	97,5
Diacylglycérols	0,36
Monoglycérides	0,027
Phospholipides	0,6
Acides gras libres	0,027
cholestérol	0,31
caroténoïdes	0,008
Vitamines liposolubles	0,01

Lors de l'homogénéisation du lait, le nombre de globules gras augmente et leur diamètre diminue très sensiblement (moins de 1 micron). De ce fait, la surface de contact augmente de 20 fois environ. Cette modification prévient la remontée de la matière grasse (dans les laits de longue conservation) et favorise sa digestion (LEYMARIOS, 2010).

❖ **Profil du lait en acides gras :**

Le lait est riche en acide gras saturés comme l'acide butyrique, l'acide caproïque, l'acide myristique et notamment l'acide palmitique qui représente 25-29 % du contenu totale en acide gras, et riche en acides gras insaturés comme l'acide linoléique, l'acide linoléique et l'acide oléique avec un pourcentage de 30-40 % du contenu total en acide gras du lait (Tableau IV).

Tableau IV : symbole, proportions et points de fusion des principaux acides gras dans le les triglycérides du lait (VIGNOLA, 2002)

Acides gras	symboles	Pourcentages du contenu total en acides gras (%)	Point de fusion (°C)
Acides gras saturés :			
Butyrique	C4 :	3,0-4,5	-7,9
Caproïque	C6 :	1,3-2,2	-1,5
Caprylique	C8 :	0,8-2,5	+16,5
Caprique	C10 :	1,8-3,8	+31,4
Laurique	C12 :	2,0-5,0	+43,6
Myristique	C14 :	7,0-11,0	+53,8
Palmitique	C16 :	25,0-29,0	+62,6
Stearique	C18 :	7,0-13,0	+69,3
Acides gras insaturés :			
Oléique	C18:1	30,0-40,0	+14,0
Linoléique	C18 :2	2,0-3,0	-5,0
Linoléique	C18 :3	Jusqu'à 1,0	-11,0
arachidique	C18 :4	Jusqu'à 1,0	-49,5

I.3.4. Les glucides

Le lait contient entre 48 et 50 g/l de lactose, ce qui représente 97% des glucides totaux du lait, d'autres glucides peuvent être présents en faible quantité, comme le glucose et le galactose qui proviendraient de l'hydrolyse du lactose ; en outre certains glucides peuvent se combiner aux protéines (JEANTET *et al*, 2008, VIGNOLA, 2002).

I.3.5. Les minéraux

Le lait est connu pour son apport abondant en minéraux (Tableau V). Le lait est la meilleure source nutritionnelle de calcium, il assure un rapport favorable calcium / phosphore.

La fraction minérale est composée de macroéléments (Ca, Mg, Na, K, et P) et microélément (Fe, Cu, Zn, Se). En fonction de leur nature, les macroéléments sont répartis différemment dans les phases aqueuses et micellaires du lait, les ions K, Na et Cl sont principalement dans la phase aqueuse, alors que (Ca, P et Mg) sont partiellement liés aux micelles de caséine (CAMPBELL et MARSHALL, 2016).

Tableau V : composition minérale moyenne du lait de vache (CROGUENNEC *et al*, 2008)

Minéraux	Concentration en mg/L
Calcium	1200
Phosphore	920
Potassium	1500
Sodium	450
Chlore	1100
Magnésium	110
Rapport Ca/P	1,3

I.3.6. Vitamines

Le lait et ses dérivées, par leur composition et leur niveau de consommation, constituent une source notable de vitamines dans l'alimentation (particulièrement de vitamines A, B2 et B12), ils contribuent donc à la couverture des apports nutritionnels conseillés (BOURRE, 2010)

Un litre de lait couvre pratiquement la totalité du besoin journalier d'un être humain en vitamines A, B1, B2, et B6 (MAHAUT *et al*, 2000). Le tableau VI présente les principales vitamines du lait et leur teneur moyenne.

Tableau VI : composition vitaminique moyenne du lait cru (AMIOT *et al*, 2002)

Vitamine	Teneur moyenne µg /100 ml
Vitamine A (+ carotène)	40
Vitamine D (calciférol)	2,4
Vitamine E (tocophérol)	100
Vitamine K	5
Vitamine hydrosolubles	
Vitamine C (acides ascorbique)	Traces
Vitamine B1 (thiamine)	45
Vitamine B2 (riboflavine)	175
Vitamine B6 (pyridoxine)	50
Niacine et niacinamide	90
acide pantothénique	350
Acide folique	5,5
Vitamine H (biotine)	3,5

I.3.7. Enzyme

D'après PANSAR et *al*, (2010), Le lait contient plus de 60 différentes enzymes endogènes, la grande majorité de ces enzymes sont associées à des membranes sériques de type lipoprotéine (BOSZE, 2008).

Le lait contient principalement trois groupes d'enzymes : les hydrolases, les déshydrogénases (ou oxydases) et les oxygénase. Les deux principaux facteurs qui influent sur l'activité enzymatiques sont le pH et la température. En effet, chaque enzyme possède un PH et une température d'activité maximale (Tableau VII).

Tableau VII : caractéristiques des principaux enzymes du lait (VIGNOLA, 2002).

Activité maximale				
Groupes d'enzymes	Classes d'enzymes	pH	Température	substrats
hydrolases	Estérases :			
	Lipases	8,5	37	triglycérides
	Phosphatase alcaline	9-10	37	esters phosphoriques
	Phosphatase acide	4,0-5,2	37	esters phosphoriques
	Protéases :			
	Lysozyme	7,5	37	Paroi cellulaires microbiennes
	plasmine	8	37	Caséines
Déshydrogénases ou oxydases	Sulphydrile oxydase	7	37	Protéines, peptides
	Xanthine oxydase	8,3	37	Bases puriques
Oxygénases	Lactoperoxydase	6,8	20	Composés réducteurs +H ₂ O ₂
	Catalase	7	20	H ₂ O ₂

Des études méthodologiques visant à identifier le rôle physiologique des enzymes du lait ont été lancées récemment.

Il a été conclu que les enzymes du lait endogènes jouent un rôle biologique clé et, jusqu'à présent, ont été impliquées dans le contrôle de la sécrétion du lait, le contrôle du stade de développement des glandes mammaires (involution), le système immunitaire des glandes innées, et la prévention des dommages oxydatifs à ses nutriments essentiels.

I.4. Les différents types de lait

I.4.1. Le lait cru

La réglementation (CE) n°853/2004 définit le lait cru comme le lait produit par la sécrétion de la glande mammaire d'animaux d'élevage et non chauffé à plus de 40°C, ni soumis à un traitement d'effet équivalent. Ce lait n'a donc subi aucun traitement autre que la réfrigération mécanique immédiate après la traite à la ferme

La mention « lait cru » ou « lait cru frais » est obligatoire sur l'emballage. Sa date limite de consommation est très limitée. Il se conserve réfrigéré.

I.4.2. Lait en poudre

I.4.2.1. Généralité sur le lait en poudre

➤ Définition de la poudre de lait

Le lait en poudre est un produit solide obtenu par élimination de l'eau du lait, entièrement ou partiellement écrémé, de la crème ou d'un mélange de ces produits, et dont la teneur en eau n'excède pas 5 % en poids du produit fini.

Il a l'avantage de pouvoir :

- Se stocker et se transporter aisément ;
- S'utiliser après reconstitution pour la préparation de nombreux produits ;

Au terme de la norme n°A5 (1971) du code des principes, on distingue trois catégories de lait en poudre : entier, partiellement écrémé et totalement écrémé dont la composition est

donnée au tableau VIII. Selon cette norme, ils peuvent faire l'objet, dans certaines conditions, d'additifs alimentaires (stabilisant, émulsifiant, antiagglomérants)

Tableau VIII : composition des laits en poudre (%) (LUBIN, 1995)

Composants	Lait entier	Lait partiellement écrémé	Lait écrémé
Matière grasse laitière :			
Minimum	26	>1,5	-
Maximum	<40	<26	1,5
Eau maximum	5	5	5

➤ **Classification de la poudre du lait selon le traitement subi**

Ces qualités dépendent de la qualité du lait cru mis en œuvre, du traitement thermique subi, de la méthode de concentration et de séchage et de conditions de stockage.

Plusieurs méthodes permettent de classer les poudres de lait. L'une des plus courantes est l'indice de protéines solubles, le plus souvent désigné par les initiales anglaises WPNI. Elle est fondée sur la quantité de protéines de lactosérum non dénaturées et restées à l'état soluble après traitement thermique. Cette quantité est exprimée en milligrammes d'azote par gramme de poudre. Plus l'indice des protéines est élevé, plus faible a été la dénaturation, ce qui indique un traitement thermique du lait limité rendu possible par sa bonne qualité microbiologique. On distingue ainsi quatre catégories de poudres :

- **Poudres *low heat*** avec WPNI égal ou supérieur à 6. Le traitement thermique du lait est resté faible (pasteurisation à température inférieure à 80°C). Il s'agit des poudres de meilleure qualité convenant aussi bien à la préparation du lait de consommation que celui destiné à la fromagerie ;
- **Poudres *medium heat*** avec WPNI compris entre 4,5 et 5,9 possèdent une bonne capacité d'hydratation et d'activité de surface. Elles sont utilisées notamment dans la fabrication des crèmes glacées ...etc ;

- **Poudres *medium-high*** avec WPNI compris entre 4,4 et 1,5 ;
- **Poudres *high heat*** avec WPNI à 1,5 ce type de poudre trouve une utilisation dans les produits structurés (boulangerie, biscuiterie, et la confiserie) (CASTRO-MOREL et HARPER, 2003)

➤ **Différents types de lait en poudre**

 **Lait reconstitué**

La reconstitution, consiste à mélanger de l'eau et de lait en poudre écrémé afin d'obtenir un produit dont la teneur en matière sèche est voisine de celle du lait liquide initial (ou conforme à un rapport eau/matière sèche donné). La reconstitution peut aussi être la dilution d'une poudre de lait grasse dans l'eau. La température de reconstitution varie entre 35-45°C (LUBIN, 1995)

 **Lait recombinaison**

La recombinaison, qui consiste à ajouter à l'eau et à la poudre de lait, de la matière grasse laitière anhydre, de façon à obtenir un lait entier ou partiellement écrémé présentant à la fois un rapport eau /matière sèche totale et matière grasse/matière sèche dégraissée conformes au produit désiré (LUBIN, 1995).



Chapitre II :
Fromage à pâte molle
type Camembert

II.1.Définition :

Le fromage, selon la norme Codex, est le produit affiné ou non affiné, de consistance molle ou semi-dure, dure ou extra-dure qui peut être enrobé et dans lequel le rapport protéines du lactosérum/caséines ne dépasse pas celui du lait .

On obtient le fromage par coagulation complète ou partielle du lait grâce à l'action de la présure ou d'autres agents coagulants appropriés et par égouttage partiel du lactosérum résultant de cette coagulation ;On peut aussi faire appel à des techniques de fabrication entraînant la coagulation du lait de manière à obtenir un produit fini ayant des caractéristiques physiques, chimiques et sensorielles similaires à celles de la définition précédente (VIGNOLA, 2002).

II.2.Classification des fromages :

Les fromages sont classés selon plusieurs critères à savoir :

- L'origine du lait ;
- La consistance ;
- Le taux de matière grasse ;
- La voie technologique de fabrication.

La classification selon la nature du lait permet de différencier 04 types : fromage à base de lait de vache, lait de chèvre, lait de brebis, lait de bufflonne (LAWLESS, 2010).

La classification selon la consistance et le taux de matière grasse donnée par la norme FAO/OMS N° A-6 (1987 modifiée 1990) est représentée dans le tableau IX suivant :

Tableau IX : Classification des fromages en fonction de la consistance et de la teneur en matière grasse.

Formule I		Formule II	
TEFD (%)	Premier élément de dénomination	MGES%	Second élément de dénomination
<50	Pâte extra dure	>60	Extra-gras
49-56	Pâte dure	54-60	Tout gras
54-63	Pâte demi dure	24-45	Mi-gras
61-69	Pâte demi molle	10-25	Quart-gras
>67	Pâte molle	<10	Maigre

TEFD : pourcentage de la teneur en eau dans les fromages dégraissés

MGES : pourcentage en matière grasse dans l'extrait sec.

- La classification selon le procédé de fabrication est illustrée dans le tableau X ci-contre :

Tableau X : Classification des fromages selon la voie technologique (VIGNOLA, 2002).

Critères de classification	Classes associées à chaque critère			
coagulation	Lactique	Mixte	Présure	
Egouttage	lent		Pressé non cuite	Cuite non pressé
Affinage	Sans affinage			
	Croute fleurie			
			Croute lavée	
			persillée	
	Affinage dans la masse sans ouverture			
				Avec ouverture
HRED	Pate fraiche	Pâte molle	Pate semi-ferme	Pate ferme ou dure
Exemple de fromages	Chèvre frais	Brie	Mozzarella	Cheddar
	Cottage	Camembert	Cantonnier	Emmental
	Petit suisse	féta	Bleu de brebis	gouda

HRED : humidité relative à l'extrait dégraissé

HRED : $H / (100 - G)$, H : humidité, G : teneur en matière grasse

II.3. Fromage à pâte molle type camembert

II.3.1. Définition

Le camembert est un fromage à pâte molle, affiné en surface par une microflore fongique et possède une croûte fleurie (SWEENEY et al, 2004), a caillé non divisé en forme de cylindre plat de 10 à 11 cm de diamètre et de 3 cm d'épaisseur. Il peut être fabriqué à partir de lait cru ou pasteurisé.

Il renferme au moins 40% de matière grasse et 110 g de matière sèche, contient généralement entre 50 et 56% d'humidité et entre 17 et 21 % de protéines (ALAIS et al, 2003).

II.3.2. Composition et valeur nutritionnelle

Du point de vue nutritionnelle, les fromages à pâte molle constituent des concentrés protéiques de grande valeur, et souvent très stables (Tableau XI). L'élimination du lactosérum représente un appauvrissement du fromage en sels minéraux et en vitamines hydrosolubles et en protéines intéressantes à propriétés fonctionnelles (protéines sériques) CHEFTEL H et CHAFTEL J-C, 1992).

Tableau XI : valeurs nutritionnels pour 100 g de fromage (CHEFTEL H et CHEFEL J-C, 1992).

Energie	276 kcal
Proteines	20g
Lipides	21,9g
Glucides	0,1g
Eau	54,9g

II.3.2.1. Constituants du camembert**➤ L'eau**

Selon la quantité retenue dans le caillé, l'eau a une incidence directe sur la fermeté du fromage, donc sur la texture.

L'extrait sec est le complément à 100 de la teneur en eau. Il est en fonction de la matière grasse du lait et de la crème ajoutée, et de l'importance de l'égouttage

Une pâte molle peut contenir plus de 50% d'eau (Tableau XII), de plus, l'eau est un facteur déterminant de la durée de conservation d'un fromage (VIERLING, 2008).

Tableau XII : Teneur en eau des fromages (VIERLING, 2008).

%MG		Teneur en eau en %	Teneur moyenne en eau en%
Fromage blanc		>80	>80
Fromage à pate molle			
Camembert	30	58	50
	45	50	
	50	45	
	60	43	
Muster	45	52	
Bleu	50	43	
Roquefort	50	40	
Fromage à pate demi-dure			
Edam	30	50	45
	40	45	
	40	42	
Cantal	52	42	
Tome	48	45	
Fromage à pate dure			
Emmental	45	36	35
Comté	50	33	
Parmesan	40	25	
Fromage fondu			
	25	65	50
	45	52	
	60	42	

➤ **Matière grasse (lipides)**

Se retrouvent dans la majorité des fromages sauf dans les fromages « maigres », avec un pourcentage de 23% dans les fromages à pate molle (ALAIS et LINDEN, 1993).

Le tableau XIII présente la teneur réelle en matière grasse pour 100 g de fromage (fromage frais 45% et camembert 45%)

Tableau XIII: Teneur réelle en matière grasse pour 100 g de fromage (DUPIN *et al*, 1992)

	Fromage frais 45%	Camembert 45%
La teneur en eau pour 100 g de fromage est de :	80g	54%
L'extrait sec est donc de :	20g	46g
La teneur réelle en matière grasse pour 100g de fromage est de :	20x45/100, soit 9 g de MG	46x45/100, soit 21g de MG

➤ **Protéines**

Le Camembert est une source importante de protéines (Tableau XIV), qui sont les constituants de base de l'organisme (VIERLING, 2008).

Tableau XIV : Teneur protéique des fromages (VIERLING, 2008)

Fromages	Exemples	Teneur protéique en g pour 100g	Concentration par rapport au lait
Teneur protéique			
Fromages blancs		7 à 10	2,5 à 3
Pâte molle	Camembert Munster	20 à 21	6 à 7
Pâte persillée	Bleu, Roquefort	22	6 à 7
Pâte demi-dure	Gouda	25-26	7 à 8
Pâte dure	Emmental	28-30	8 à 9
Fromage fondu (à partir de fromage à pâte dure)		14 à 20	4,5 à 7
Fromage fondu (à partir de fromage à pâte fraîche)		9 à 11	3

➤ **Glucides**

La teneur en glucides du camembert est négligeable car ils sont pratiquement éliminés avec l'eau lors de la fabrication (Tableau XV)

Tableau XV : Analyse synthétique de la valeur énergétique des fromages à pâte molle comparée à celle du lait (VIERLING, 2008).

	Exemple	Dérivés azotés totaux x 6,25	Lipides	Glucides	KJ environ	Kcal environ
Lait		3,2	3,6	5	260	67
Fromage à pâte molle	Camembert (45% MG)	20-22	22,5	Négligeable	1250	300
	Munster (45% MG)	21,5	22,5		1270	305

➤ **Minéraux**

- **sodium**

Les fromages ont subi lors de leur fabrication l'adjonction de chlorure de sodium ou/et autres sels de sodium (VIERLING, 2008). La teneur en sodium pour 100g de fromage à pâte molle est d'une valeur moyenne acceptable (selon leur fabrication : adjonction de sel, pâte lavée à l'eau salée, etc....) (ALAIS et LINDEN, 1993)

- **calcium et phosphore**

(Le tableau XVI), illustre l'apport calcique comparé des dérivés laitiers et des fromages. Il montre la perte importante en calcium, consécutive au caillage et à l'égouttage lent lors de la fabrication traditionnelle des fromages à pâte molle.

Tableau XVI : Teneur en calcium des fromages (VIERLING, 2008)

Fromages	Teneur en calcium mg pour 100g	Procédé responsable de la teneur
Fromage blanc	100	Caillage lactique
Petit suisse	100	Caillage lactique
brie	200	Egouttage lent
Camembert traditionnel	200	Egouttage lent
Camembert industriel	300 à 550	La filtration précède le caillage, rendu plus court
Pate molle à croûte lavée	300 (Munster) 500 (pont-l'évêque)	Egouttage lent

Le rapport calcium/phosphore de 1.4 dans le lait reste à peu près équivalent dans la plupart des fromages. Sauf dans les fromages à caillage lactique, à égouttage lent où il est de 1.2, le phosphore restant plus lié à la matière organique (VIERLING, 2008)

Le tableau XVII illustre la teneur en phosphore des principaux fromages.

Tableau XVII: Teneur en phosphore des principaux fromages (ALAIS *et al*, 2003)

Variété de fromages	Phosphore (mg/100g)
Bleu	280
Camembert	139
Fromages frais	91
Gruyère	600

➤ Vitamines

Certaines vitamines du groupe B sont synthétisées par les moisissures. Les fromages à moisissures internes contiennent une quantité 4 fois supérieur à celle du lait en vitamines B2, B6.

Par rapport au lait, les vitamines présentes sont modifiées :

- par destruction de certaines lors de maturation (oxydase) ;
- par élimination de certaines lors de l'égouttage ;
- par la synthèse d'autres.

Comme les sels minéraux, elles sont plus concentrées à la périphérie des fromages (VIGNOLA, 2002).

II.4. Auxiliaires technologiques

II.4.1 Ferments lactiques

Les ferments lactiques laitiers constituent un groupe diversifié de bactéries. Ces dernières, par leur activité acidifiante, conditionnent pour une grande part l'aptitude du lait à la coagulation et l'aptitude du caillé à l'égouttage. Elles déterminent également les principales caractéristiques organoleptiques du produit fini (VIGNOLA, 2002 ; MIETTON, 1994).

On peut distinguer deux grandes classes de levains :

➤ Les mésophiles

Les cultures mésophiles fournies à l'industrie laitière sont composées de bactéries acidifiantes productrices d'acide lactique et de bactéries dites aromatisantes fermentant les citrates. *Lactococcus lactis*, *Lactococcus cremoris* et *Leuconostoc cremoris* sont très utilisés (CANTERI, 2006).

➤ Les thermophiles

On différencie les levains thermophiles des mésophiles par leur aptitude à la croissance à des températures supérieures à 40°C. Parmi ces bactéries on rencontre des espèces des genres *lactobacillus*, *Streptococcus*, *Pediococcus* (CANTERI, 2006).

II.4.2. Ferments fongiques :**II.4.2.1. Levures :**

Elles sont représentées généralement par les genres: *Geotrichum candidum*, *Kluyveromyces lactis*, *Candida lipolytica*. On les rencontre surtout à la surface des fromages où elles jouent des rôles variés : désacidification des pâtes par la consommation d'acide lactique, formation d'éthanol et des produits secondaires par fermentation du lactose, estérification, action protéolytique et lipolytique (MAHAUT et al, 2000).

II.4.2.2. Moisissures

Les espèces utilisées dans la fabrication du Camembert sont :

- *Penicillium camemberti*

Cette espèce assure la couverture blanche du Camembert et participe de manière importante à la protéolyse et à la lipolyse (LARPENT, 1991).

- *Penicillium caseicolum*

Ce microorganisme métabolise le lactose mais surtout l'acide lactique en eau et gaz carbonique. Il neutralise ainsi la pâte et permet aux bactéries lactiques inhibées au début par l'acidité du milieu de fermenter le lactose résiduel. Par ailleurs, *Penicillium caseicolum* secrète plusieurs protéases dont l'activité maximale varie avec la température et le pH (DEFLEURS et al, 1990).

II.4.3. Présure

La dénomination « présure » est réservée à l'extrait coagulant provenant de caillette de jeunes ruminants nourris exclusivement au lait et abattus avant sevrage. Elle contient deux fractions actives, l'une majeure (80%) constituée par la chymosine responsable de la coagulation et l'autre mineure (20%) constituée par la pepsine douée d'activité protéolytique (RAMET, 2006).

Selon GOURSAUD (1999), l'inactivation thermique de la présure est totale à 61°C. Son activité optimale est observée à une température de 42°C et dans un intervalle de pH compris entre 5,3 et 6,3.

II.4.4. Sels

Selon SIMAL *et al.*, (2001), les sels minéraux utilisés généralement pour la préparation fromagère sont principalement les chlorures de sodium, chlorures de calcium et le phosphate monocalcique, ils sont utilisés aux différents niveaux de préparation.

II.5. Etapes de fabrication du camembert**II.5.1. Préparation du lait**

A la réception, les laits sont triés, les laits caillés et ceux dont l'acidité est trop forte sont déclassés en fromagerie. Afin de le stabiliser, le lait destiné à la fromagerie est entreposé à basse température (3 - 4°C) (LUQUET, 1990).

➤ Standardisation

La standardisation est une nécessité pour répondre aux normes légales et technologiques et améliorer le rendement fromager. Elle est réalisée par l'ajustement de la teneur en MG et du taux protéique.

Selon JEANTET *et al.*, (2008), les industriels ont la possibilité de régler le taux protéique des laits entre 30 et 40g/l à l'aide de différentes techniques. La plus utilisée est l'ajout de la poudre de lait écrémé.

➤ Homogénéisation

C'est l'action mécanique qui a pour but de stabiliser l'émulsion de la matière grasse du lait et éviter la séparation de la crème. Elle est réalisée dans un homogénéisateur à 60°C et sous pression (LUQUET et BOURDIER, 1991).

➤ Pasteurisation

C'est un traitement thermique qui permet de détruire les germes pathogènes et de réduire la flore banale du lait. Le traitement usuel est de **72° -75°C** pendant **15** secondes ; Ce barème est sans effet sur les constituants du lait, on note toutefois des pertes en thiamine (vitamine B1) et vitamine C (ALAIS *et al.*, 2003).

➤ **Phase d'ensemencement - maturation**

C'est l'étape d'introduction de la flore lactique sélectionnée. La maturation se déroule en 02 étapes :

- **Prématuration ou maturation froide**

La prématuration consiste à ensemer le lait avec un ferment lactique mésophile à des doses très faibles. On laisse reposer de 12 à 18 heures à une température de 10 à 15°C. Pendant cette opération on peut ajouter aussi un apport de calcium sous forme de (CaCl₂). Ce procédé contribue à la régénération de la micelle et favorise l'activité fermentaire durant la coagulation et l'égouttage (VIGNOLA et *al*, 2002).

- **Maturation chaude**

Elle diffère de la maturation froide par son taux d'inoculation plus élevé (environ 10 fois plus élevé), par sa température comprise entre 20 et 40°C et par sa durée qui ne dépasse pas 60 minutes (VIGNOLA et *al*, 2002).

II.5.2. Etapes clés de la transformation du lait en fromage

➤ **Coagulation**

La coagulation du lait résulte de l'association des micelles de caséine plus au moins modifiées. Cette agglomération mène à la formation d'un coagulum. Ces modifications physico-chimiques des caséines sont induites soit par acidification soit par action d'enzymes coagulantes (GASTALDI-BOUABID, 1994).

L'acidification du lait peut être obtenue par les produits de fermentation de bactéries acidifiantes ou par des composés chimiques d'action acidifiante directe ou indirecte. La diminution concomitante du pH a pour effet de faire régresser l'ionisation des fonctions acides des caséines induisant le déplacement progressif du calcium et du phosphate inorganique de la micelle vers la phase aqueuse. Ceci induit la désorganisation des micelles et une réorganisation des sous unités micellaires (BRULE et *al*, 1997).

L'acidification microbienne du lait est un processus progressif, lent et uniforme. Il est caractérisé par des difficultés liées à la maîtrise du développement microbien (cinétique de multiplication, état physiologique, facteurs de croissance, produits de métabolismes et autres). Le taux et l'importance de l'acidification influencent la texture du gel en contrôlant son taux de déminéralisation (Mc SWEENY, 2004). Le gel acide obtenu est friable, lisse et homogène.

La coagulation enzymatique, se fait par la présure, qui est une enzyme sécrétée dans la caillette des jeunes ruminants nourris au lait. Son mécanisme d'action fait apparaître trois étapes (ALAIS et LINDEN, 1997 ; BRULE *et al*, 1997) : hydrolyse enzymatique de la liaison peptidique phe₁₀₅-Met₁₀₆ de la caséine k, ensuite agrégation des micelles de caséines déstabilisées et puis développement d'un réseau par réticulation et formation d'un gel. Les gels obtenus sont élastiques et peu friables. Leur raffermissement est rapide et important par rapport au gel lactique. Leur porosité est bonne, mais leur imperméabilité est forte (RAMET, 1985).

➤ **Egouttage**

L'égouttage se traduit macroscopiquement par une élimination progressive du lactosérum qui s'accompagne d'une rétraction et d'un durcissement du gel), il permet de séparer le lactosérum du caillé.

Lors de cette étape, la plus grande partie des éléments solubles sont éliminés dans le lactosérum. On peut considérer qu'il s'agit d'une déshydratation partielle du caillé (VIGNOLA, 2002).

Selon EDIMA (2007), l'expulsion du lactosérum hors du gel est favorisée par des facteurs mécaniques :

- Le découpage du caillé qui augmente les surfaces d'exsudation.
- Le brassage qui consiste à agiter modérément dans le lactosérum les grains du caillé obtenus après découpage afin de maintenir libres les surfaces d'exsudation.

➤ **Salage**

Il consiste à enrichir la pâte en chlorure de sodium jusqu'à un taux moyen de 2%, le salage est réalisé selon deux méthodes : Le salage à sec par saupoudrage superficiel et le

salage en saumure par immersion dans une solution de chlorure de sodium saturée (RAMET, 2006)

Selon HARDY, (2006), le sel ajouté au fromage a un triple rôle :

- Il complète l'égouttage du fromage en favorisant le drainage de la phase aqueuse de la pâte sous l'effet de la pression osmotique et intervient dans la formation de la croûte en modifiant l'hydratation des protéines.
- Il agit sur l'activité de l'eau (a_w) et donc sur le développement des microorganismes et l'activité des enzymes, de ce fait, agit sur la phase d'affinage.
- Il apporte le goût caractéristique et masque la sapidité de certaines substances apparaissant au cours de la maturation du fromage.

➤ **Ressuyage**

Cette opération consiste à sécher les fromages en surface pour éviter toute contamination du produit. Elle s'effectue à 14-15°C et à une humidité de 85% pendant 24 heures (MIETTON, 1986).

➤ **L'affinage**

• **Définition**

L'affinage est la période pendant laquelle les fromages subissent, sous l'action des enzymes naturelles et microbiennes, des transformations physico-chimique qui leur confèrent leurs caractéristiques organoleptiques (texture, gout, aspect). En technologie lactique, on peut considérer que l'affinage démarre dès le démoulage, c'est-à-dire après acidification et égouttage, au moment de l'implantation des microflore de surface sur les fromages. Il comprend donc une phase de ressuyage, le plus souvent en salle de fabrication, une phase de séchage, le plus souvent dans une pièce dédiée (séchoir) et une phase d'affinage *stricto sensu* dans un hâloir.

L'affinage est un processus complexe avec diverses réactions qui vont contribuer à élaborer le produit fini (ECK *et al*, 1997). Différent facteurs influent sur le bon déroulement de cette phase, qu'ils soient environnementaux (température, hygrométrie, renouvellement de l'air ...) ou internes au fromage (activité de l'eau, pH...). En plus d'une perte en eau, l'affinage se caractérise par une hydrolyse enzymatique. En effet, des molécules complexes

(glucides, protides, lipides) vont être hydrolysées lors de l'affinage par des enzymes naturelles et microbiennes pour donner lieu à des molécules beaucoup plus simples (acides aminés, CO₂, ammoniac (NH₃) et ammonium, vapeur d'eau, acides gras volatils...etc. ces réactions vont varier en fonction de la composition du substrat (fromage), de l'écosystème microbien, des soins d'affinage et des paramètres d'ambiance (GAUZERE, 2016)

- **Glycolyse**

La quantité de lactose restant dans le fromage au début de l'affinage dépend des modalités de la coagulation et de l'égouttage. Ceci est notamment dû à l'activité des levains lactiques, au lavage ou non des grains de caillé, au degré d'égouttage et aux conditions de salage (CHOISY *et al*, 1997 a). Le lactose est donc métabolisé, très tôt lors des fabrications fromagères, en D- et L-lactate principalement par les bactéries lactiques (MC SWEENEY, 2004).

Comme le décrivent LECLERQ-PERLAT *et al* (2004) dans le cas du Camembert, en surface, le lactose est consommé rapidement, durant les 8 premiers jours, avec une vitesse de l'ordre de $0,8 \pm 0,2$ mmol/kg de fromage sec par jour. Au cœur, la concentration en lactose est un peu plus importante et il est métabolisé plus lentement. Ce composé ne disparaît entièrement que vers le 15ème jour d'affinage. Cette disparition peut être attribuée à l'action des bactéries lactiques, mais aussi à celle des levures capables de consommer le lactose à la surface des fromages (SOULINGNAC, 1995).

L'acide lactique, présent essentiellement sous forme de lactate, est lui-même métabolisé selon plusieurs voies (MC SWEENEY, 2004). Dans le Munster, il est principalement métabolisé par les levures pour donner de l'eau et du dioxyde de carbone. La concentration en lactate augmente rapidement durant les 6 premiers jours d'affinage au cœur et à la surface du fromage. Selon LECLERQ-PERLAT *et al* (2004), cette concentration augmente avec une vitesse moyenne de l'ordre de $16 \pm 0,3$ mmol/kg.jour. Selon ces mêmes auteurs, après le 6ème jour, la concentration en lactate à la surface décroît avec une vitesse moyenne de l'ordre de $12,5 \pm 0,5$ mmol/kg.jour jusqu'au 25 ou 27ème jour, puis avec une vitesse moyenne de l'ordre de $3,7 \pm 0,05$ mmol/kg.jour pour devenir négligeable à partir du 35ème jour. L'évolution de la concentration du lactate au cœur suit la même évolution que celle de la surface mais ne devient nulle qu'au bout du 40ème jour.

- **Protéolyse**

C'est le phénomène le plus important de l'affinage car il affecte à la fois la texture et la saveur.

Cette digestion a plusieurs conséquences :

- La pâte du fromage devient plus molle et plus onctueuse.
- Il y a production de métabolites qui confèrent un arôme et une saveur particulière au fromage (CHOISY *et al*, 2006).
- Plusieurs catégories d'enzymes sont capables d'agir conjointement dans les caillés :

- La Plasmine du lait, qui exerce une activité protéolytique sur la caséine β et donne ainsi la caséine γ (γ_1 , γ_2 , γ_3 , γ_4).

- Les protéases coagulantes qui proviennent essentiellement de la présure.

- Les protéases et peptidases microbiennes.

L'action de ces enzymes dépend à la fois des paramètres de fabrication, de la composition du caillé et de la nature de la flore microbienne.

Une fois hydrolysées, les protéines forment des peptides et des acides aminés qui vont eux même subir des transformations et des dégradations en chaîne pour donner les composés aromatiques.

La protéolyse est donc à l'origine de l'apparition de nombreux composés aromatiques ou de leurs précurseurs sur le plan organoleptique. Un autre rôle majeur de la dégradation des protéines porte sur la texture des fromages car les protéines représentent la phase soluble continue de la pâte fromagère et elles constituent le réseau tridimensionnel qui piège les globules gras et le lactosérum (CHOISY *et al*, 2006).

- **La lipolyse**

L'hydrolyse de la matière grasse joue un rôle important dans la formation de l'arôme, elle confère aux fromages une saveur piquante caractéristique des acides gras libérés par l'hydrolyse des triglycérides.

Les triglycérides insolubles dans l'eau sont hydrolysés en glycérides partiels et acides gras libres par les lipases qui ont une spécificité d'action aux interfaces huile-eau.

La lipolyse est beaucoup plus intense dans la partie superficielle. Elle peut être due à l'action de la lipase naturelle du lait et la lipase microbienne.

Les microorganismes les plus lipolytiques du fromage sont les moisissures. En effet *Penicillium camemberti* peut produire de grandes quantités de lipases exocellulaires et il est le principal agent de la lipolyse du Camembert.



Chapitre III :
La lipolyse

III.1. Définition

La lipolyse est une hydrolyse des triglycérides des globules gras en acides gras volatils et en glycérol. Elle est importante pour les fromages à pâte molle, où l'on retrouve 3 à 10% d'AG libres (volatils ou non). Ces derniers s'engagent ensuite dans des systèmes actifs :

- β -oxydation des AG en acides β -cétoniques, puis en méthyles cétones (agent de saveur et d'arôme puissante, typique des fromages de chèvre).
- Estérification des AG en esters (saveur fruitée).

La dégradation des triglycérides n'intervient pas dans la modification des caractéristiques rhéologiques des fromages affinés. En revanche, le rôle de la lipolyse dans le développement des arômes est capital.

Elle permet la libération d'AGV, entre autre, l'acide caprique, l'acide caprylique et l'acide caproïque, qui par leur niveau plus élevé (plus élevé que dans les fromages des autres espèces), confèrent aux fromages leur odeur et leur goût particulier. La lipolyse dans les fromages est surtout le fait de la lipoprotéine lipase (LPL) naturelle des laits, des lipases microbiennes de *pseudomonas*, de *Geotrichum* et de moisissures (GAUZERE, 2016)

III.2. Mécanisme générale de la dégradation des lipides

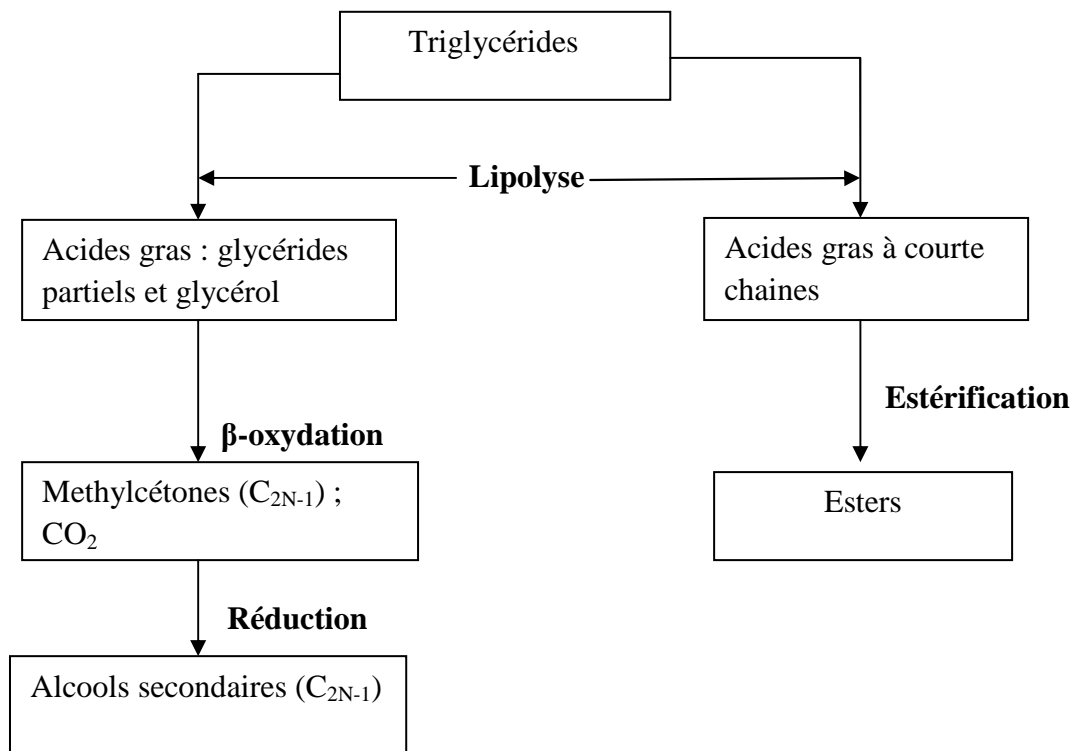


Figure 3: Schéma général de la dégradation des lipides (BERTRAND, 1988)

III.3. Les agents lipolytiques dans le fromage

Selon FOX *et al* (2004), les enzymes lipolytiques sont classées en estérases ou lipases, qui sont distinguées selon trois caractéristiques principales ; la longueur de la chaîne de l'ester acyle hydrolysé, la nature physico-chimique du substrat (émulsifié ou non) et la cinétique enzymatique.

En général la lipolyse enzymatique est spécifique pour acides gras estérifiés à la position 1 ou 3 du triglycéride, initialement les triglycérides sont hydrolysés en 1,2 et 2,3-diglycérides ensuite en 2-monoglycérides, acide butyrique, ainsi que les autres acides gras à courte et à moyenne chaîne, qui se situent principalement à la position 1 et 3 du triglycéride sont donc préférentiellement libérés par les enzymes lipolytiques.

III.3.1. Origines des lipases dans le fromage**III.3.1.1. Les lipases du lait**

Le lait contient une lipoprotéine lipase très puissante, cette enzyme est constituée de 450 résidus d'acides aminés, a un poids moléculaire de 55 KDa. La lipoprotéine lipase est d'origine sanguine et implique l'hydrolyse des triglycérides, sa présence dans le lait est due à une fuite à travers la membrane de la cellule mammaire, le lait bovin contient 10-20 nmol de lipase/ L (FOX *et al*, 2004)

III.3.1.2. La flore bactérienne initiale

Les cultures initiales des bactéries lactiques ne produisent pas d'enzymes qui peuvent libérer les acides gras des triglycérides du lait, par conséquent, il n'y aura qu'une légère activité lipolytique dans le fromage au lait pasteurisé de bonne qualité (HUI, 2006)

III.3.1.3. Les enzymes ajoutées

La présure traditionnelle, faite par la macération des estomacs et des régions pré-gastriques d'agneaux ou de chèvres, contient des lipases pré-gastriques ayant une spécificité élevée pour la libération d'acides gras à chaîne courte (HUI, 2006)

III.3.1.4. Lipase des bactéries psychotrophes

Dans le lait cru, les bactéries gram négatives peuvent produire de la lipase (et des protéases), ces bactéries sont éliminées par la pasteurisation, mais leurs enzymes peuvent

persister. Si le taux des bactéries psychotrophes de lait est élevé avant la pasteurisation, les lipases bactériennes résistant peuvent se fissurer pendant la maturation. De manière concomitante, une saveur indésirable peut se développer, en raison des enzymes dégradant la protéine thermodurique des bactéries psychotrophes (HUI, 2006)

III.3.1.5. Lipases de la microflore de surface

Les bactéries et les levures à la surface des fromages affinés peuvent hydrolyser la matière grasse, les acides gras libérés peuvent se diffuser dans le fromage et contribuer à la saveur, en combinaison avec de l'ammoniac et d'autres composés de bas poids moléculaire dégradées à partir de protéines (HUI, 2006)

III.4. Techniques d'évaluation de l'activité lipolytique

III.4.1. Techniques de dosages des acides gras libres

Le dosage des AGL peut s'effectuer soit :

1. D'une façon globale :
 - détermination de l'acidité libre de la matière grasse pure ou celle d'un extrait organique renfermant les AGL,
 - dosage des AGL par des méthodes colorimétriques, de la tension superficielle, etc. ;
2. d'une façon plus spécifique : séparation et dosage de chaque AGL par des techniques chromatographiques.

III.4.1.1. Dosage global des AGL

III.4.1.1.1. Dosage titrimétrique des acides gras libres

➤ A partir de la matière grasse pure

La matière grasse extraite est remise en solution dans un mélange alcool-éther éthylique, l'acidité libre est déterminée par titrimétrie. Le résultat est le plus souvent exprimé en :

- Degré d'acidité (ou ADV : Acid Degree Value), qui représente le nombre de ml de liqueur basique normale nécessaire pour neutraliser les AGL contenus dans 100 g de matière grasse. On l'exprime en milli-équivalents (meq)/100 g de matière grasse. Dans le lait la valeur

normale est de l'ordre de 0,5 ADV. A partir de valeurs supérieures à 1,0 le goût de rance peut devenir perceptible.

- Acidité oléique qui est le pourcentage, en masse, d'AGL exprimé en acide oléique :

$$* \text{Acidité oléique} = \text{ADV} \times 0,28.$$

- Indice d'acide, qui est le nombre de mg de KOH nécessaire pour neutraliser les AGL contenus dans 1 g de matière grasse :

$$* \text{Indice d'acide} = \text{acidité oléique} \times 1,99.$$

Les résultats obtenus avec la méthode BDI sont reproductibles mais le mode opératoire est relativement long à mettre en œuvre, ce qui limite son emploi dans le cas de très grandes séries d'analyses. De plus, les AGL à courte chaîne ne sont pratiquement pas extraits.

➤ **A partir d'une extraction à l'aide de solvants**

L'extraction des AGL est réalisée à l'aide d'alcool et de solvants organiques (éther éthylique, éther de pétrole, etc.). Une acidification préliminaire du lait améliore l'extraction. Une partie aliquote de l'extrait est utilisée pour le titrage.

L'extraction des AGL par élution sur l'acide silicique après acidification a également été préconisée. Le mélange éluant étant constitué par du chloroforme pur ou par un mélange chloroforme/ butanol.

III.4.1.1.2. Autre méthodes

➤ **Méthodes colorimétriques**

Plusieurs techniques ont été décrites ; parmi elles on peut citer :

- Formation de sels de cobalt donnant un complexe coloré avec l' α nitroso p -naphtol ;
- Formation de sels de cuivre, qui développent en présence de diéthylthiocarbamate de sodium une coloration lue à 440 nm ;
- Utilisation de la Rhodamine B et de la Rhodamine 6 G qui forment des complexes colorés en présence d'ions uranyl ;
- Utilisation d'un colorant : bleu de Nil.

➤ **Mesure de la tension superficielle**

Ces méthodes sont basées sur la diminution de la tension superficielle due aux AGL.

III.4.1.1.3. Méthodes spécifiques d'analyses des différents AGL

Les techniques d'analyses des AGL par chromatographie en phase gazeuse constituent des méthodes de référence très intéressantes mais malheureusement elles sont longues à mettre en œuvre et nécessitent un investissement relativement coûteux en matériel. (MOUILLET, 1981)



**Chapitre IV : La
chromatographie en
phase gazeuse.**

IV.1. Historique

En 1952 A.J.P. Martin et R.L.M Syngé ont eu le prix Nobel pour leur travail dans le domaine de la chromatographie liquide /solide. Martin a suggéré qu'il pourrait être possible d'utiliser une vapeur comme phase mobile. Quelques années plus tard, James et Martin utilisaient de la vapeur d'acétate d'éthyle pour séparer un mélange d'acides gras qui avait été fixé sur un adsorbant et placé dans un tube.

Le flux de vapeur éluant à partir de ce tube a été dirigé vers un appareil de titrage automatisé, ce qui a pour résultat un graphique montrant une série d' « étapes » qui reflétaient les additions séquentielles de base lorsque chaque acide élué était neutralisé par titrage automatisé (POOLE, 2012)

Aujourd'hui, la chromatographie à phase gazeuse est la technique la plus utilisée dans la chimie analytique, une position qu'elle occupe depuis plus de trois décennies. La popularité et l'applicabilité de la technique est principalement due à son pouvoir de résolution incontesté pour les composés volatils et en raison de la grande sensibilité et de la sélectivité offerte par plusieurs systèmes de détection (STUART, 2003)

IV.2. Définition

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une méthode d'analyse qui s'applique aux composés susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. C'est la technique de séparation la plus utilisée dans le domaine des huiles essentielles, car elle permet d'effectuer l'individualisation des constituants à partir d'échantillon de l'ordre du mg voire du microgramme (OUIS, 2015).

IV.3. Principe

En CPG, les constituants d'un échantillon vaporisé se séparent parce qu'ils se répartissent entre une phase gazeuse mobile et une phase liquide ou solide renfermée dans une colonne. Lors d'une séparation par CPG, l'écoulement de l'échantillon est assuré par une phase mobile qui est un gaz inerte. Contrairement à la plupart des autres types de chromatographie, il n'y a pas d'interaction entre la phase mobile et les molécules d'analyte ; sa seule fonction est de transporter l'analyte à travers la colonne (SKOOG et al 2015)

Par conséquent, les composés ayant des propriétés physico-chimiques différentes arriveront au détecteur à différents moments. La phase stationnaire peut être sous forme solide (un support solide inerte) ou liquide, ce qui donne lieu à deux formes de chromatographie en phase gazeuse ;

- Chromatographie gaz-solide (GSC) : la phase mobile est un gaz, et la phase stationnaire est un solide qui retient les analytes par adsorption physique. La GSC permet de séparer et de doser des gaz de faible masse molaire, comme les constituants de l'air, le sulfure d'hydrogène, le monoxyde de carbone et les oxydes d'azote.
- Chromatographie gaz-liquide (GLC) : la phase mobile est un gaz et la phase stationnaire est un liquide qui est immobilisé sur la surface d'un solide inerte par adsorption ou par liaison chimique (STUART, 2003, SKOOG et *al* 2015)

IV.4. Les supports de la CPG

La phase stationnaire doit remplir certaines exigences de base, elle doit être chimiquement inerte, non volatile et thermiquement stable, la CG doit permettre la diffusion rapide des analytes (BLOOMBERG, 2001).

Il existe 2 types de phase stationnaire pour CG :

a- La phase stationnaire liquide

Selon BAIULESCU et ILIE (1975), les phases stationnaires liquides sont classées en groupes :

1-phase stationnaire non polaire : qui ne contient pas un groupement polaire, elle inclut tous les alkyls et les mélanges d'alkyl et les silicones alkyl. Les composés les plus utilisés de cette classe sont : Squalane, n-Hexadecane, n-Tetracosane, n-Hexatriacontane, Tri-sobutylene, Polyethylene...etc

2-phase stationnaire dilué : dans laquelle la majorité du volume molaire est occupé par des groupements non polaires, mais dans lesquels il existe également des groupements polaires. Inclus dans cette classe de phases stationnaires les huiles de silicone avec différents groupes fonctionnels : silicones phenyl, silicones methyl chlorophenyl, silicones methyl phenyl vinyl...etc

3-phase stationnaire concentré : Cette classe comprend les phases stationnaires dans lesquelles une grande proportion du volume molaire est occupée par des groupements polaires. La partie

polaire peut être des atomes fortement électronégatifs F, O, N ou un électron attirant des groupes tels que NO₂, CN, et CF₃. Cette classe inclut : l'H₂O, glycerol, diglycerol, erythritol...etc

b- Phase stationnaire solide

Le tamis moléculaire en carbone est un solide typique qui a été fabriqué pour GC, par pyrolyse d'un précurseur polymère qui produit du carbone pur contenant des petits pores et servant pour des mesures moléculaires. Le tamis moléculaire trouve également une utilisation pour la séparation des molécules de faible poids moléculaire comme les hydrocarbures et le formaldéhyde, le méthanol et l'eau.

Une autre classe de carbone adsorbant c'est le carbone noir graphité qui est non poreux et non spécifique et sépare les molécules organiques selon leur polarité et la structure géométrique. Souvent il est légèrement recouvert d'une phase liquide pour améliorer les performances et minimiser les résidus (BAIUDESCU et ILIE 1975)

IV.5. Appareillage

On retrouvera dans tout appareil d'une CPG les éléments de base suivants :

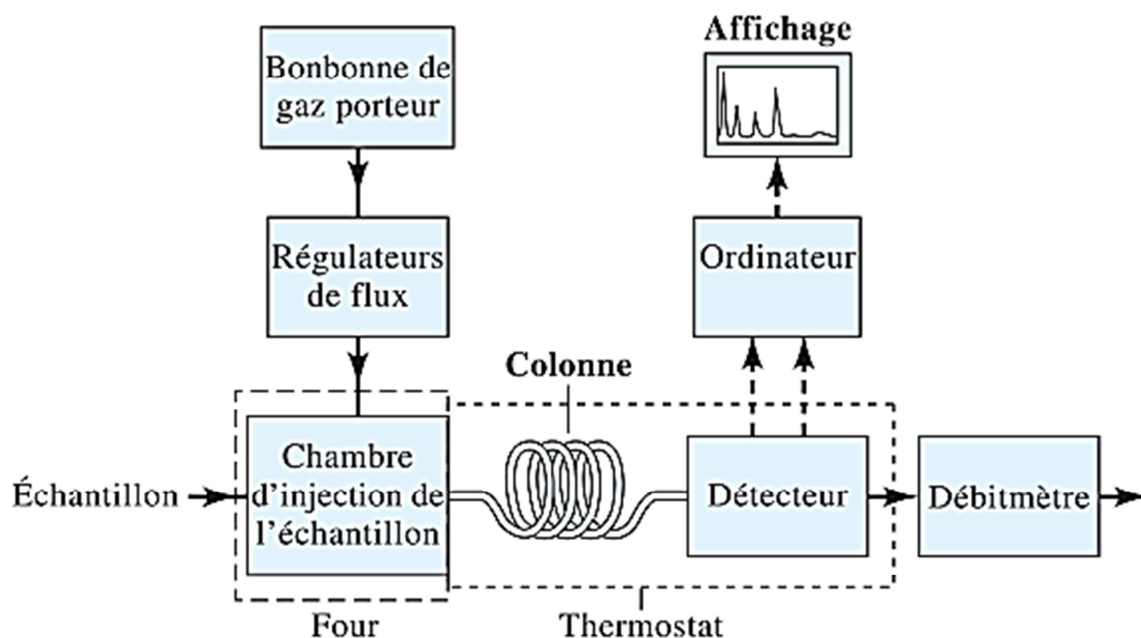


Figure 4 : Schéma simplifié du chromatographe en phase gazeuse (SKOOG *et al* 2015).

IV.5.1. Gaz vecteur

En CPG, la phase mobile est appelée le gaz vecteur et doit être chimiquement inerte. L'hélium est le gaz porteur le plus courant, bien que l'on utilise aussi l'argon, l'azote et l'hydrogène. Ces gaz sont fournis en bonbonnes pressurisées. Pour contrôler la vitesse d'écoulement du gaz, on a besoin de régulateurs de pression, de jauges et de débitmètres (SKOOG *et al*, 2015)

IV.5.2. L'injecteur

L'injecteur (ou chambre d'injection) est constitué par une enceinte thermostatée. L'injection se fait au travers d'un élastomère (septum) grâce à une microsiringue (volume injecté compris entre 0.1 et 5 μL). La température de l'injecteur doit être supérieure, d'environ une trentaine de degrés, aux points d'ébullition des composés injectés, afin qu'ils se vaporisent instantanément lors de leur injection, puis le mélange gazeux (solutés+ gaz vecteur) entre dans la colonne (KALOUSTIAN et HADJ-MINAGGLOU, 2012).

IV.5.3. La colonne

La colonne se trouve dans un four ventilé et chauffé, soit en isotherme (température constante au cours de l'analyse), soit avec un gradient (ou programmation) de température (augmentation linéaire en fonction du temps). La température de la colonne reste inférieure à celle de l'injecteur. Elle est constituée par un tube enroulé (pour occuper le minimum d'espace dans le four contenant la phase stationnaire. A l'origine, la colonne « remplie » est en acier inoxydable ou en verre de 3 à 5 mm de diamètre interne et de 1 à 3 m de longueur.

Il existe 3 types de colonnes capillaires :

- SCOT (support-coated open tubular) : elle contient le support solide recouvert de la phase stationnaire liquide ;
- PLOT (porous-layer open tubular) : elle contient un solide poreux très finement divisé ; ce type de colonne n'est pas adapté pour les huiles essentielles mais pour l'analyse des gaz le phénomène mis en jeu est l'adsorption ;
- WCOT (wall-coated open tubular) : elle contient uniquement le film de phase stationnaire (KALOUSTIAN et HADJ-MINAGGLOU, 2012).

IV.5.4. Détecteurs

D'après SKOOG *et al* (2015), de nombreux détecteurs (Tableau XVIII) ont été testés et utilisés dans les séparations par chromatographie gazeuse qui doivent présenter les caractéristiques suivantes :

- Une sensibilité appropriée (entre 10^{-8} et 10^{-15} g soluté/s) ;
- Une bonne stabilité et une bonne reproductibilité ;
- Une réponse linéaire aux solutés qui s'étend sur plusieurs puissances de dix ;
- Un domaine de température compris entre la température ambiante et au moins 400°C ;
- Un temps de réponse rapide qui est indépendant de la vitesse d'écoulement ;
- Une grande fiabilité et facilité d'emploi ;
- Une réponse uniforme à tous les solutés ou au contraire une réponse sélective hautement prévisible et limitée à une ou plusieurs classes de solutés.

Tableau XVIII : détecteurs de chromatographie gazeuse (SKOOG et al, 2015)

Type	échantillons applicables	Limite de détection
Ionisation de flamme	Hydrocarbures	1 pg/s
Conductivité thermique	Détecteur universel	500 pg/ml
Capture électronique	Composés halogénés	5 fg/s
Spectromètre de masse	Adaptable pour toute espèce	0,25 à 100 pg
Thermoïonique	Composés azotés et	1 pg
Conductivité électrolytique	phosphorés	0,5 pg
Photoionisation	Composés halogénés, sulfurés ou azotés	2 pg
Transformée de Fourier IR	Composés ionisés par rayonnement UV Composés organiques	0,2 à 40 ng

Pg: picogramme = 10^{-15} Kg

fg: femtogramme = 10^{-18} Kg

ng: nanogramme = 10^{-12} Kg

A-détecteur à ionisation de flamme (FID)

Selon SKOOG *et al* (2003) le détecteur à ionisation de flamme est le plus utilisé. La plupart des composés organiques sont pyrolysés à la température d'une flamme air/hydrogène. La détection consiste à contrôler le courant produit par la récolte des porteurs de charge

B- détecteurs à capture d'électrons

Le détecteur à capture d'électrons (ECD) est devenu l'un des détecteurs le plus utilisé en raison de sa sélectivité aux composés contenant des halogènes comme les pesticides. Son fonctionnement est analogue à celui de compteur proportionnel en mesure des rayons X (SKOOG *et al*, 2003).

C-détecteurs à spectrométrie de masse

D'après SKOOG *et al* (2015), le spectromètre de masse est un des détecteurs les plus puissants pour la chromatographie. Un spectre de masse mesure le rapport masse sur charge (m/z) des ions porteurs qui ont été produits à partir de l'échantillon.

IV.6. Exploitation des résultats d'une CPG

Le but de toute séparation chromatographique est de fournir une analyse de l'échantillon, cette dernière est dite qualitative si elle permet de déterminer le nombre et la nature des composants de l'échantillon, et quantitative si elle permet de déterminer la quantité d'un ou plusieurs composés de cet échantillon (TOUBAL *et* HADJOUT, 2014).

IV.7. Avantages de la CPG

D'après MCNAIR et MILLER (2009) la CPG a plusieurs avantages :

- Analyse rapide « quelques minutes » ;
- Efficace, offrant une haute résolution ;
- Sensible, détecte facilement les ppm et les ppb ;
- Non destructive, permettant un couplage en ligne, (Par exemple au spectromètre de masse) ;
- Analyse quantitative très précise ;
- Nécessite des petites quantités d'échantillons, généralement μL ;

- Fiable et relativement simple ;
- Peu coûteux.

IV.8. Limite de la CPG

- Composé de $PM > 300$ → non volatilisables, substances ioniques thermolabiles ;
- Injection directe pour les solutés volatils ou volatilisables ;
- Injection après dérivation (transformation chimique) ;
 - T° d'ébullition trop élevée
 - Trop polaire
 - Thermolabile
 - Détection peu sensible et peu sélective (ANONYME 2).

IV.9. Domaine d'application de la CPG

La CPG est une technique de séparation très puissante, Elle couvre tous les domaines d'application. (ANONYME 2)

- ✓ Contrôle analytique pharmaceutique en industrie :
 - Contrôle des matières premières / impuretés, solvants résiduels ;
 - Contrôle en cours de fabrication de l'intégrité de la molécule ;
 - Contrôle du produit fini / teneur ;
 - Etude de stabilité dans le temps / produit de dégradation ;
- ✓ Dosage en milieux biologiques (extraction et purification) :
 - Etudes de biodisponibilité ;
 - Etudes métaboliques (identification /SM) ;
 - Suivi thérapeutique au cours d'un traitement ;
- ✓ Dosage biochimiques (AA, stéroïdes ...etc).
- ✓ Dosage en toxicologie :
 - Recherche de toxique en intoxication aiguë ;
 - Dosage des drogues : amphétamines, opiacés, cannabinoïdes ;
 - Contrôle anti-dopage ;
 - Dépistage de toxicomanie.

- ✓ Agroalimentaire :
 - Recherche et dosage des pesticides ;
 - Recherche et dosage et des nitrosamines (nitrites) ;
- ✓ Industrie chimique, cosmétologie :
 - Analyse des essences, parfums, arômes, hydrocarbures...etc.



Matériels et méthodes

V. Matériels et méthodes

Notre travail consiste à l'évaluation de la composante aromatique de deux types de fromages à pâte molle type camembert, l'un à base de lait cru (100%) (FLV) et l'autre à base de lait mixte (FLM) (50 % lait cru +50% lait reconstitué), par chromatographie en phase gazeuse des composés volatiles issus de la lipolyse après affinage de ces deux fromages.

L'étude a été menée au niveau de la laiterie fromagerie « FERMIER »

V.1.Aperçu sur l'unité

EURL STLD « FERMIER », se situe à la rue des frères Beggaz nouvelle ville Tizi-Ouzou, elle couvre une superficie de 3000 m² sa capacité de production est de 70000 L/jour

Le lait réceptionné est collecté dans la région de Tizi ouzou en premier lieu et des régions de Bouira et Boumerdes en deuxième lieu.

Les produits fabriqués :

- Fromage à pâte molle type camembert à base de lait de vache ;
- Fromage à pâte molle type camembert à base de lait de chèvre ;
- Fromage à pâte pressée non cuite ;
- Lait pasteurisé conditionné entier ;
- Lait pasteurisé conditionné à 0% de matière grasse ;
- Lait fermenté conditionné (Lben) ;
- Le beurre.

V.2.Préparations du lait

2 types de laits ont été utilisés pour cette analyse :

- lait cru à 100% ;
- lait mixte mélange de lait cru (50%) et de lait reconstitué (50%).

Le lait reconstitué a été préparé à base de la poudre de lait type « Medium Heat » à 26 % de matière grasse + l'eau.

Le mélange obtenu est pasteurisé au niveau du laboratoire à 72 °C pendant 20 secondes.

V.3. Matériels, appareillage et réactifs utilisés :

Matériels	Appareillage	Produits chimiques et réactifs
-Bain-marie WB436-D -Butyromètre de GERBER -Thermomètre -Pipteur -Verrerie : (ampoule à décanter, béchers, fioles jaugées, pipettes graduées, burette de précision, tubes à essai...etc.)	-Chromatographe phase gazeuse Chrompack CP 9002 -Centrifugeuse Nova Safety. -Balance électronique PCB 2500-2 - Plaque chauffante UC-152	-Ammoniaque à 20% -Ether di-éthylique -Ether de pétrole -Éthanol -Hexane -Méthanol -Hydroxyde de sodium méthanoïque -Chlorure d'hydrogène méthanoïque -Acide sulfurique (62%) -Alcool isoamylique

V.4.Méthodes


V.4.1. Echantillonnage

Les produits suivants ont fait l'objet d'analyses :

- Lait cru à 100% ;
- lait mixte (50% de lait cru à 100% + 50 % de lait reconstitué) ;
- fromage à base de lait cru ;
- fromage à base de lait mixte.

 **Camembert à base de lait cru**

Le camembert au lait cru à 100% est fabriqué à partir d'un mélange de laits, provenant de différentes régions : Tizi-Ouzou, Bouira, Boumerdes...etc.

 **Camembert à base de lait mixte**

Ce type de camembert est fabriqué à partir d'un mélange de deux types de laits (50% de lait cru et 50% de lait reconstitué). Ce dernier n'est pas un produit de laiterie, il a été fabriqué par nous-mêmes à l'aide de l'orientation du personnel du laboratoire

Les échantillons du camembert destinés à l'étude ont été prélevés après 12 jours d'affinage.

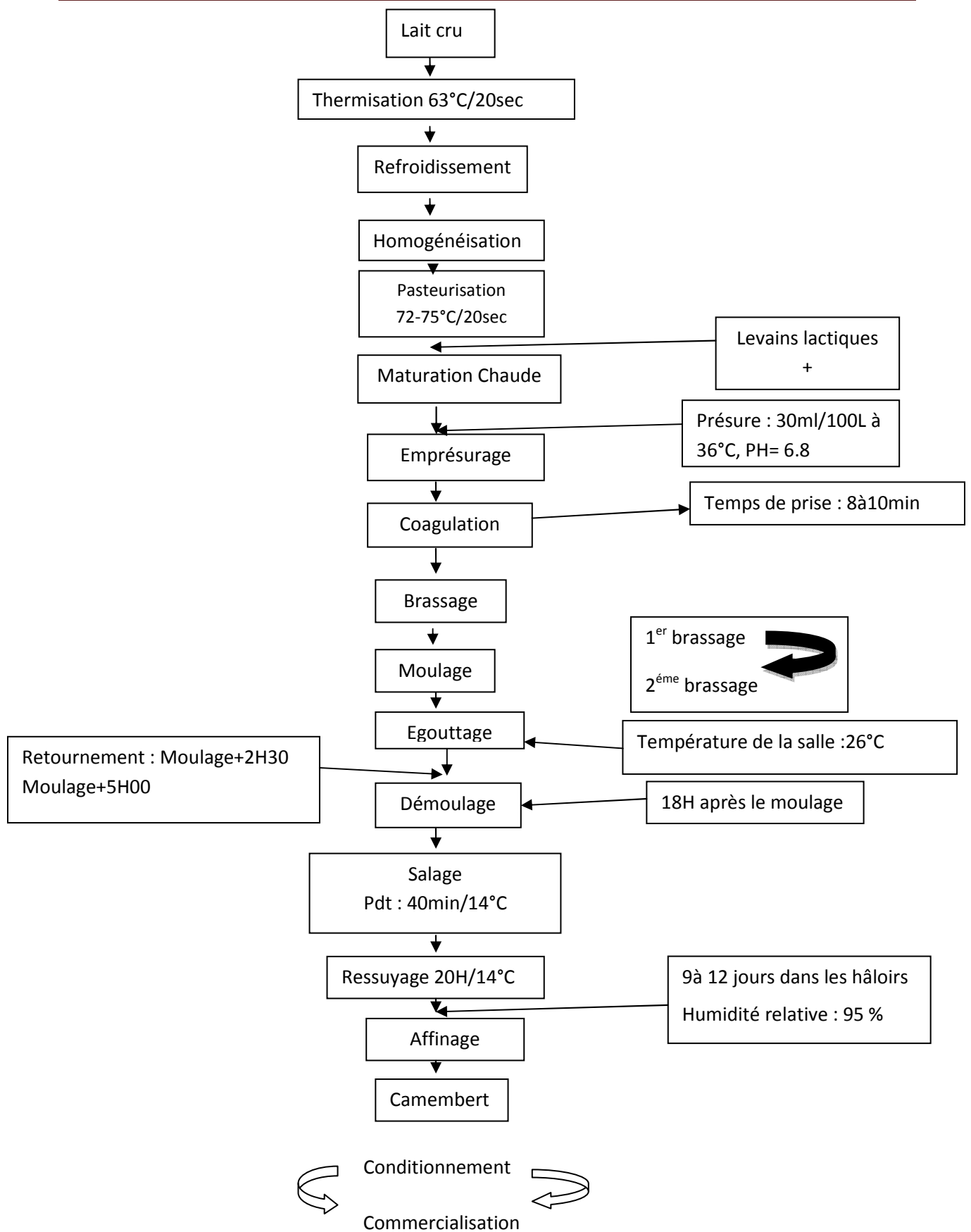


Figure 5 : Processus de fabrication du camembert au niveau de la laiterie-fromagerie « FERMIER »

V.4.3. Méthodes d'analyse

L'extraction et la méthylation de la matière grasse de lait cru et de lait mixte ont été réalisés au laboratoire commun I de la faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques. L'extraction de la MG du fromage au lait cru et du fromage au lait mixte a été réalisé au laboratoire de la laiterie fromagerie « FERMIER », quant à la méthylation, elle été réalisé au laboratoire commun I de notre faculté.

V.4.3.1. Extraction de la MG du lait cru et du lait mixte : Méthode de (Rose-Gottlieb 1960). NF EN ISO 1211**➤ Le principe :**

C'est une méthode gravimétrique qui repose sur la séparation après décantation de la phase aqueuse de lait et la phase grasse, extraite par l'éther éthylique et l'éther de pétrole en milieu ammoniacal et en présence d'alcool. Les couches éthero-alcooliques réunies sont évaporées à sec, et le résidu de matière grasse est récupéré avec de l'hexane.

➤ Mode opératoire : (Annexe 1)**V.4.3.2. Extraction de la matière grasse du fromage au lait cru et du fromage au lait mixte par la méthode acido-butyrique de Gerber (1892)****➤ Principe :**

Les constituants du lait autres que la matière grasse sont dissous par l'acide sulfurique. Et grâce à la force centrifuge et l'ajout d'une petite quantité d'alcool iso amylique qui dissout la matière grasse, cette dernière se sépare et monte au sommet du butyromètre (AFNOR, 1985)

➤ Mode opératoire : (Annexe 2)**V.4.3.3. Transformation des acides gras extraits en esters méthyliques :**

Avant d'être analysés, les acides gras doivent être transformés en esters méthyliques, par saponification puis par estérification.

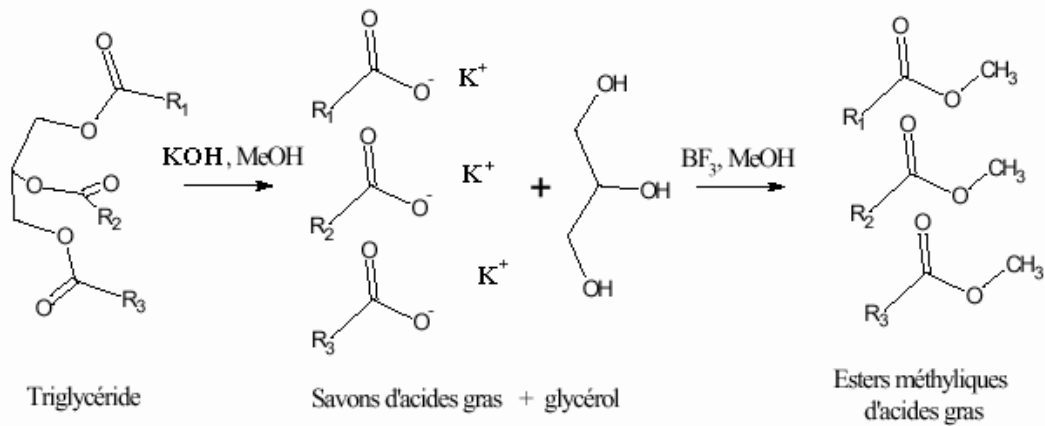


Figure 6 : réaction de saponification et de méthylation des triglycérides (EUDE, 2005)

- **Mode opératoire :** (Annexe 3).

V.4.3.3. Dosage par chromatographie en phase gazeuse

L'analyse chimique de référence pour déterminer la composition en acides gras repose sur l'emploi de la chromatographie en phase gazeuse. Cette technique d'analyse nous permet d'individualiser et de doser les acides gras après estérification complète de l'extrait lipidique qui permet la transformation des composés en produits plus volatils.

- **Conditions opératoires :** (Annexe 4).



Résultats et discussion

VI.1. Résultats de dosage des acides gras du lait de vache et du lait mixte par chromatographie en phase gazeuse

Les résultats du dosage des acides gras du lait cru et du lait mixte analysé par la chromatographie en phase gazeuse sont illustrés dans les chromatogrammes et l'histogramme ci-dessous :

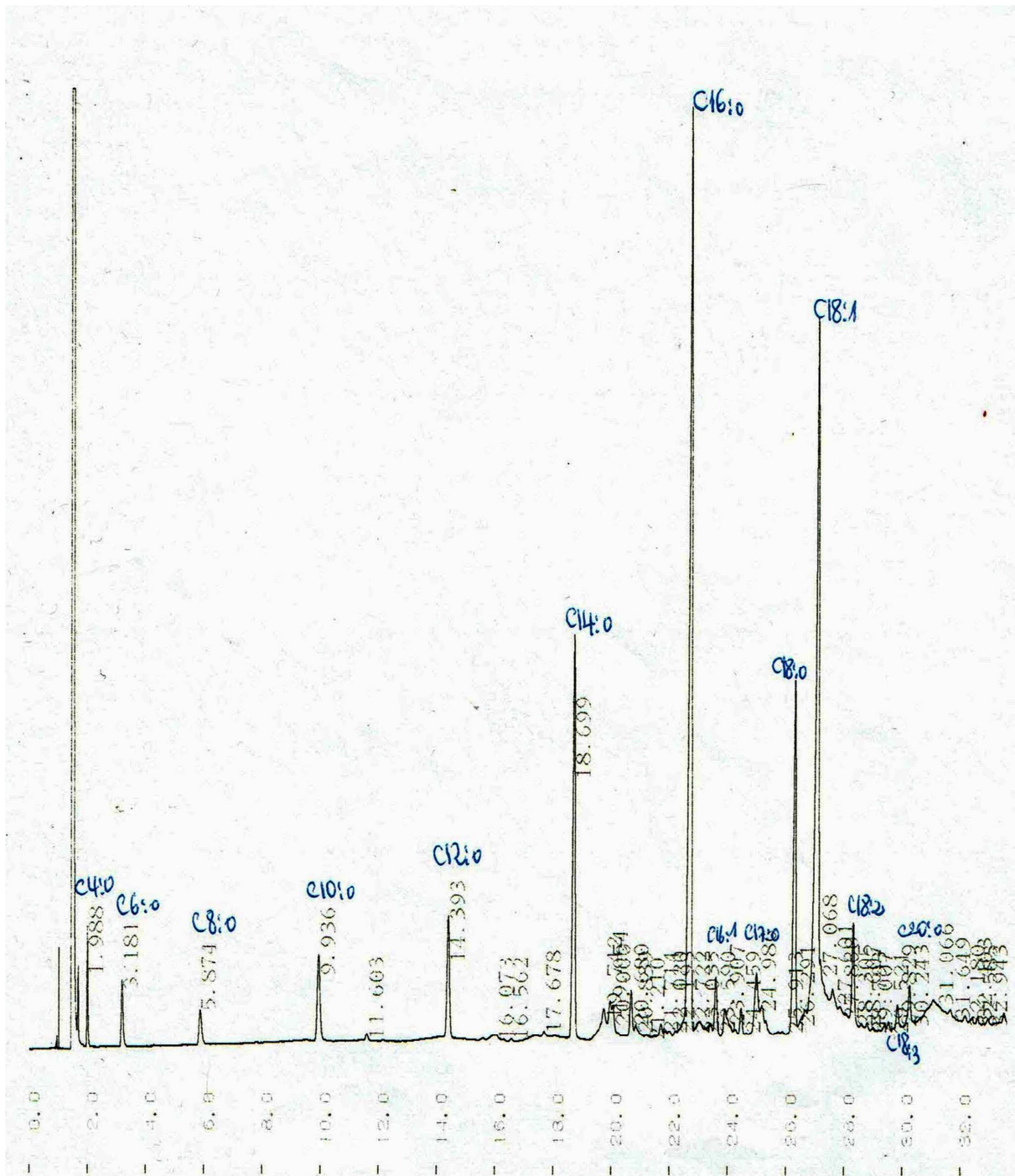


Figure 7: chromatogramme des acides gras libres isolés à partir du lait de vache 100%.

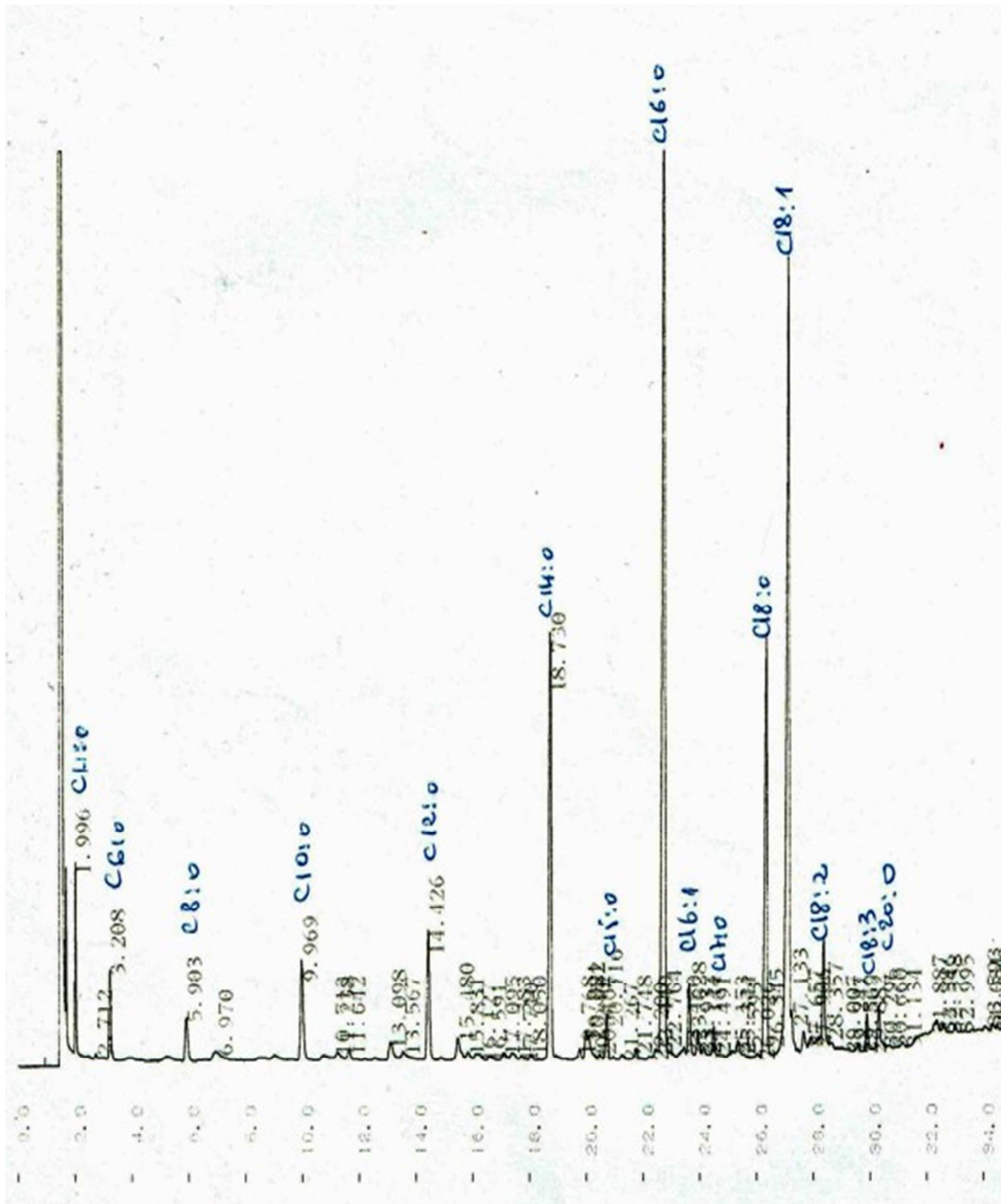


Figure 8 : chromatogramme des acides gras libre isolés à partir du lait mixte (50% lait de vache, 50% lait reconstitué).

L'analyse des chromatogrammes obtenus est relativement complexe compte tenu de la quantité d'acides gras présents dans les échantillons. En effet, chaque échantillon analysé comporte en moyenne une quinzaine d'acides gras différents.

Ainsi, pour identifier avec certitude chacun des acides gras présents, nous avons comparé nos chromatogrammes obtenus à un chromatogramme de référence en le comparant au mélange d'étalon en fonction de leur temps de rétention (figure 8).

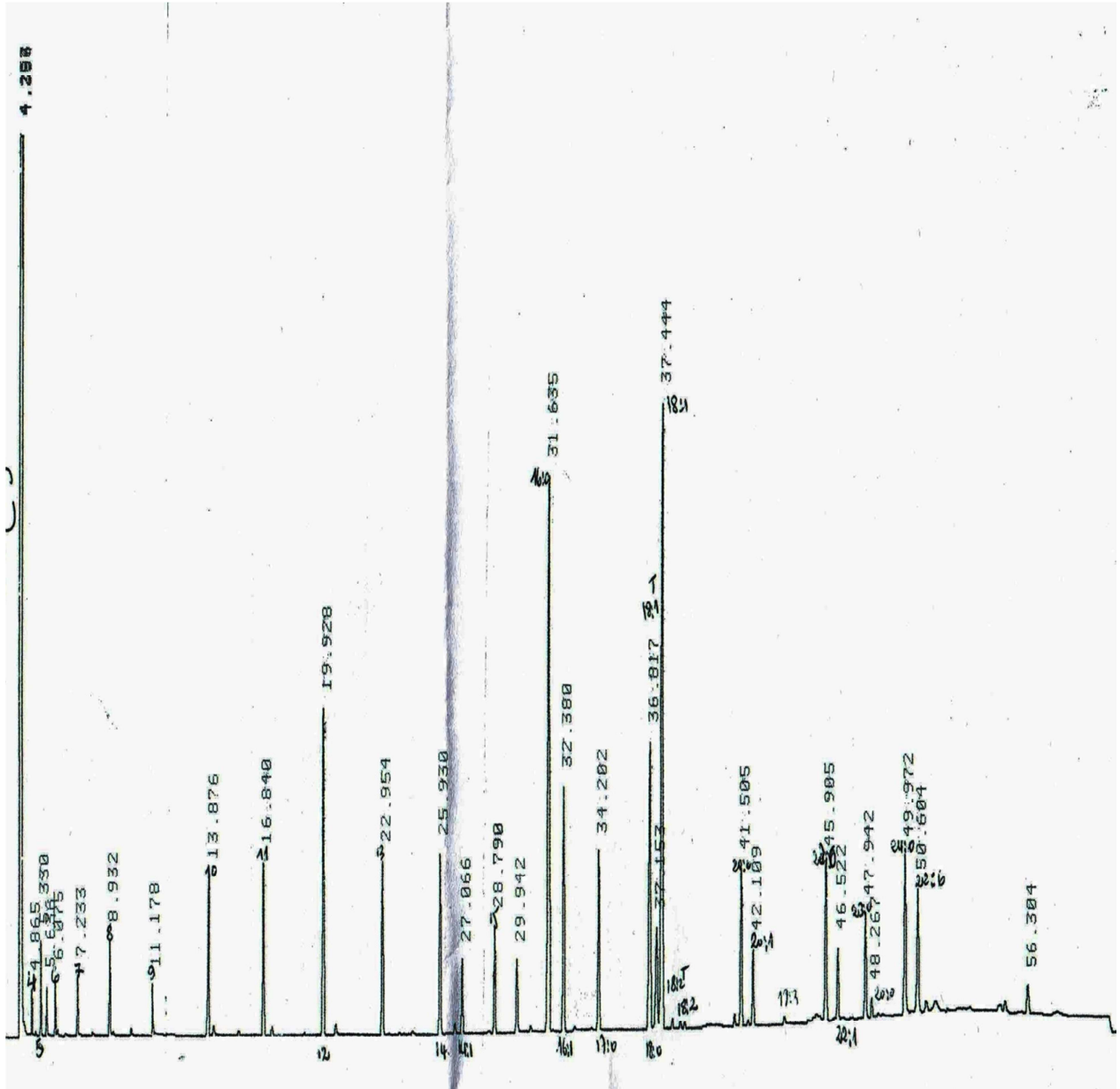


Figure 9: Profil en chromatographie phase gazeuse (CPG) d'un mélange d'acides gras témoins.

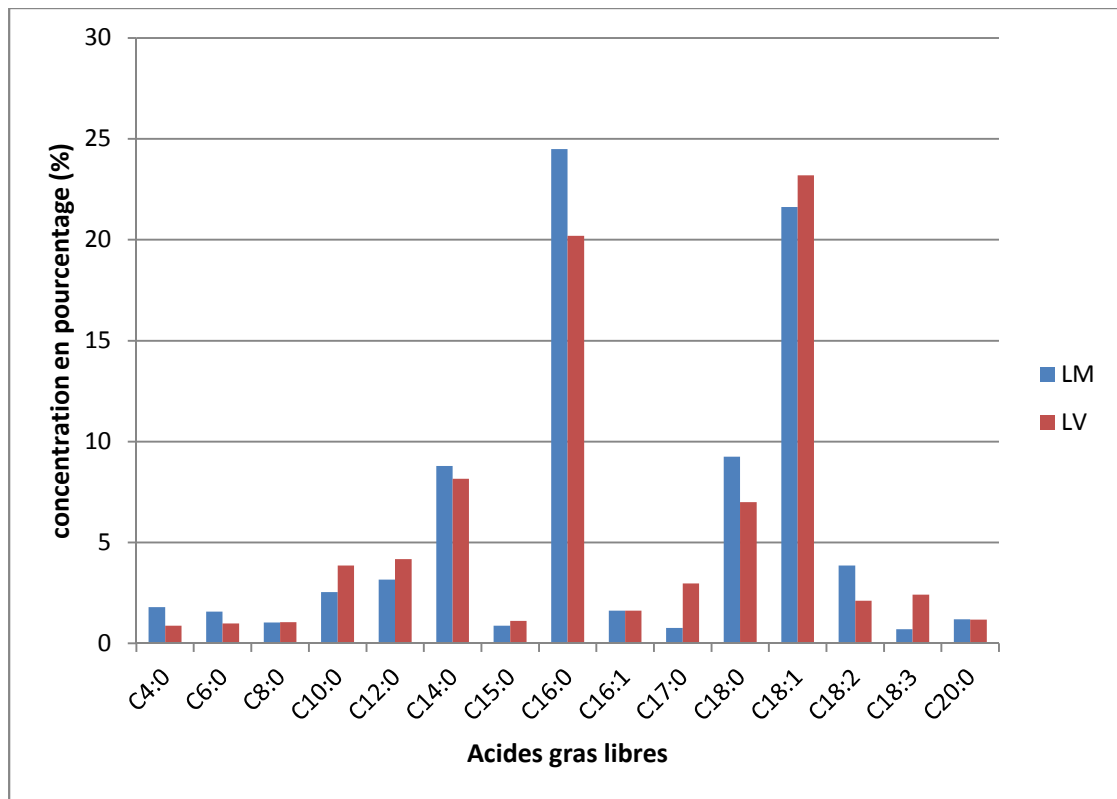


Figure 10 : histogramme de variation de la concentration des acides gras libres du lait de Vache 100% et du lait mixte.

À la lecture des chromatogrammes, et de l'histogramme nous remarquons que le lait est composé d'une grande variété d'AGL, dont la longueur de la chaîne est comprise entre 4 à 20 carbones (C4 à C20)

Selon DEMEYER et DOREAUD, (1999) les acides gras du lait sont synthétisés dans la mamelle et peuvent avoir trois origines. Ils peuvent être synthétisés à partir de la graisse corporelle (en particulier l'acide oléique cis C18 :1), à partir de triglycérides circulant dans le sang, ou être issus directement d'acides gras alimentaires, comme c'est le cas d'une partie de l'acide palmitique (C16 :0) qui n'est pas métabolisé dans le rumen

Selon la FAO les acides gras saturés, à nombre pair de carbone, dominant très largement puisqu'ils représentent à eux seuls près de la moitié des acides gras du lait.

Les acides saturés de faible poids moléculaire (C4 - C12), notamment les acides gras courts C4 et C6, sont présents en quantités modestes (de 8 à 9 % des acides gras totaux), mais

nettement supérieures à celles trouvées dans n'importe quelle autre graisse animale ou végétale.

Les acides gras insaturés sont très variés, le plus important étant l'acide oléique (de 25 à 30 pour cent de l'ensemble des acides gras). Les acides gras polyinsaturés n'existent qu'en proportions faibles comparativement aux autres matières grasses (<8 pour cent).

Il en découle que les acides gras essentiels sont peu représentés dans le lait de vache. L'acide linoléique (C18:2) ne s'y retrouve qu'à raison de 2 % contre 13 % pour le lait humain.

Le tableau XIX montre les concentrations des acides gras de lait établis par la FAO comparés aux concentrations d'acides gras obtenus dans nos échantillon du lait cru et du lait mixte.

Tableau XIX : Tableau comparatif entre les concentrations des acides gras de lait selon la FAO, et les concentrations des acides gras dans le LV et le LM.

Acide gras	(Normes FAO) en %	Concentration dans le (LV) en %	Concentration dans le (LM) en %
C4 :0	3,6	0,87	1,80
C6 :0	2,3	0,99	1,58
C8 :0	1,3	1,05	1,03
C10 :0	2,7	3,85	2,54
C12 :0	3,3	4,17	3,16
C14 :0	10,7	8,15	8,79
C15 :0	1,2	1,2	0,88
C16 :0	27,6	27,6	24,49
C17 :0	-	2,97	0,76
C18 :0	10,1	6,99	9,24
C20:0	2,5	1,18	1,19
AGS	63	51,52	55,46
C16 :1	2,6	1,63	1,63
C18 :1	26,0	23,18	21,61
AGMI	28,6	24,81	23,4
C18 :2	2,5	2,11	3,85
C18 :3	1,4	2,41	0,7
AGPI	3,9	4,52	4,55

D'après le tableau la composition quantitative de lait cru en acides gras, elle diffère de celle établie par la FAO, il contient moins d'AGS et AGMI (51,52 % AGS, 24,81% AGMI) et il contient plus d'AGPI (4,52%).

Le lait mixte aussi contient moins d'AGS et d'AGMI (55,46 % AGS, 23,4% AGMI) et il contient plus d'AGPI (4,55%).

Nous avons détectés deux acides gras polyinsaturés qui sont l'acide linoléique (C18:2) de l'ordre de (2,11% (LV) ; 3,85% (LM)) et l'acide linoléique (C18:3) de l'ordre de (2,41% (FLV) ; 0,7% (FLM)).

D'après leur comparaison, les deux matières premières utilisées sont intéressantes sur le plan nutritionnel vu leur richesse en acide gras polyinsaturés (acide linoléique (oméga 6) et l'acide linoléique (oméga 3) qui sont indispensables pour l'organisme.

Rappelons que les AGPI régulent de multiples voies métaboliques en modulant certains processus de signalisation intracellulaire, ainsi que l'expression de gènes cible via l'activation spécifique de facteurs de transcription. Ainsi, de part leur nature et leur abondance dans l'alimentation, les AGPI (oméga 6 et oméga 3) sont susceptibles d'interférer sur l'étiologie d'un grand nombre de pathologies (maladies cardiovasculaires et inflammatoires, cancers, neuropathologies, etc.). Il est ainsi mis en évidence que ces deux acides gras sont les précurseurs métaboliques respectifs de dérivés à longue chaîne renfermant de quatre à six insaturations, notamment de l'acide arachidonique (20 :4x6) pour la série oméga 6, et de l'acide docosahexaénoïque (22 :6x3) pour la série oméga 3 (GUESNET *et al*, 2005).

Cette différence de composition est liée à plusieurs facteurs comme l'alimentation, l'état physiologique de l'animal, le stade de lactation, le climat, la race...etc, le facteur commun dont on peut discuter c'est l'influence de la saison sur le taux butyreux puisque le lait cru que nous avons utilisés c'est un lait de mélange.

La saison a un effet incontournable sur la variation de la production et de la composition du lait, l'influence de la saison qu'il n'est d'ailleurs pas facile d'isoler de celle de l'alimentation, peut intervenir pour atténuer ou accentuer l'amplitude des variations liées au stade de lactation (JOUZIER et COHEN, 1995). Selon CROGUENNEC (2008), l'influence de la saison est étroitement associée aux effets de l'alimentation qui évoluent simultanément.

CHEMINEAU (2010), rapporte que le TB, le plus bas du lait de vache s'enregistre entre Juin et Juillet et le taux le plus élevés en Février et Octobre (amplitude d'environ 3g), à l'inverse, la production laitière est maximale au mois de Juin et minimale au mois de Décembre (amplitude d'environ 2,5kg/j quel que soit la race considérée).

La saison agit essentiellement par l'intermédiaire de la durée de jour. En effet, les jours longs ont été démontrés comme ayant des effets stimulant pendant la lactation, mais ils limitent le contenu en MG. Au contraire, les jours courts, lorsqu'ils sont appliqués pendant la lactation, ont un effet négatif sur la production quantitative du lait, mais ils accroissent les contenus en protéines et en matière grasse. (PETERS *et al*, 1981 ; STANISIEWSKY *et al*, 1985 ; DAHL et PETICLERC, 2003).

Les écarts observés entre les AG du LV et les AG du LM (Tableau XX) peuvent être expliqué par la différence de taux de matière grasse des deux laits, sachant que le taux de la MG de LV est de (3,37%), par rapport à celle de LM (4,47%),

Et peuvent être expliqué aussi par le traitement thermique qu'a subi le lait en poudre ce qui a induit la diminution de certain acides gras comme l'acide linoléique (C18 :3) sous l'effet de l'oxydation. Ces AGI sont très sensibles aux traitements thermiques surtout si ces derniers sont excessifs.

En effet les acides gras insaturés subissent la maillardisation lors des traitements thermiques comme la stérilisation et se transforment en produits d'oxydation comme les peroxydes et les hydroperoxydes.

Le chromatogramme indique aussi les principaux acides gras saturés de lait qui sont ; l'acide butyrique, l'acide caproïque, l'acide caprylique, l'acide caprique ; l'acide laurique, l'acide myristique, l'acide palmitique, et l'acide stéarique.

En effet les AGS, principal représentant des acides gras du lait, sont réputés nocifs quand ils sont consommés en excès dans un régime alimentaire. Il ne faut toutefois plus les considérer en bloc mais bien de façon individuelle car ils n'ont pas tous des les mêmes effets délétères.

Par exemple, les acides gras courts ont un effet hypocholestérolémiant (ROUILLE et MONTOURCY, 2010).

VOISIN (2010), a rapporté que le lait contient des acides gras saturés (70%) et des acides gras mono-insaturés (acide oléique) et polyinsaturés (acides linoléique, acide linoléique, acide arachidonique), qui représentent la plus faible proportion mais sont les plus importants sur le plan nutritionnel.

Aussi, le résultat obtenu montre la richesse des deux types de lait en (AGMI), en effet on a enregistré des teneurs de l'acide oléique de l'ordre de 23,18 % dans le lait de vache et de 21,61 % dans le lait mixte.

VI.2. Résultats de dosage des acides gras du camembert au lait de vache et du camembert au lait mixte par chromatographie en phase gazeuse

Les résultats du dosage des acides gras du camembert fabriqué à base de lait de vache et du camembert fabriqué à base de lait mixte analysé par la chromatographie en phase gazeuse sont illustrés dans les chromatogrammes et l'histogramme ci-dessous :

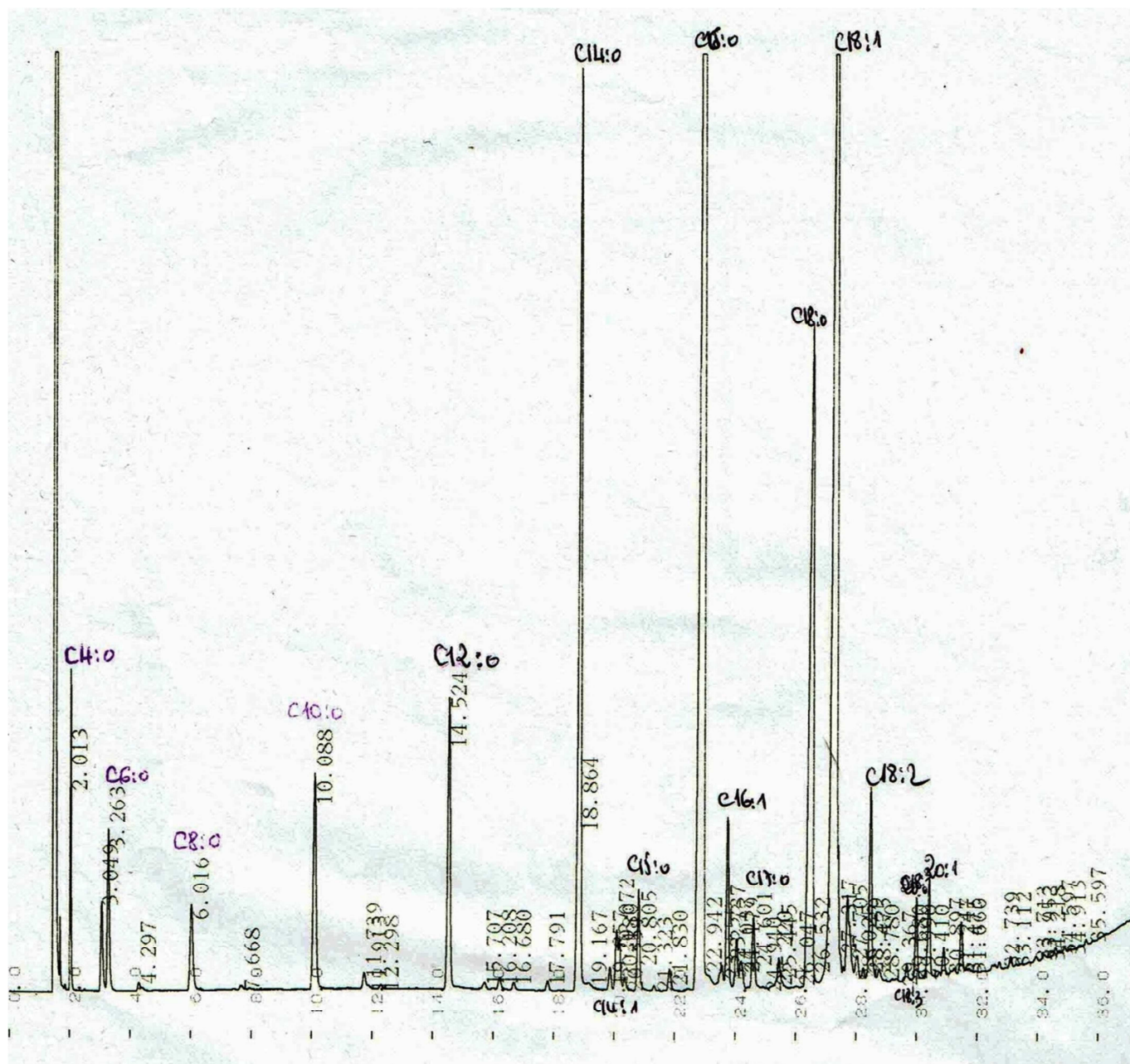


Figure 11 : chromatogramme des acides gras libres isolés à partir du camembert fabriqué à base de lait de vache 100% (12 jours d'affinage).



Figure 12 : chromatogramme des acides gras libres isolés à partir du camembert fabriqué à base de lait mixte (12 jours d’affinage).

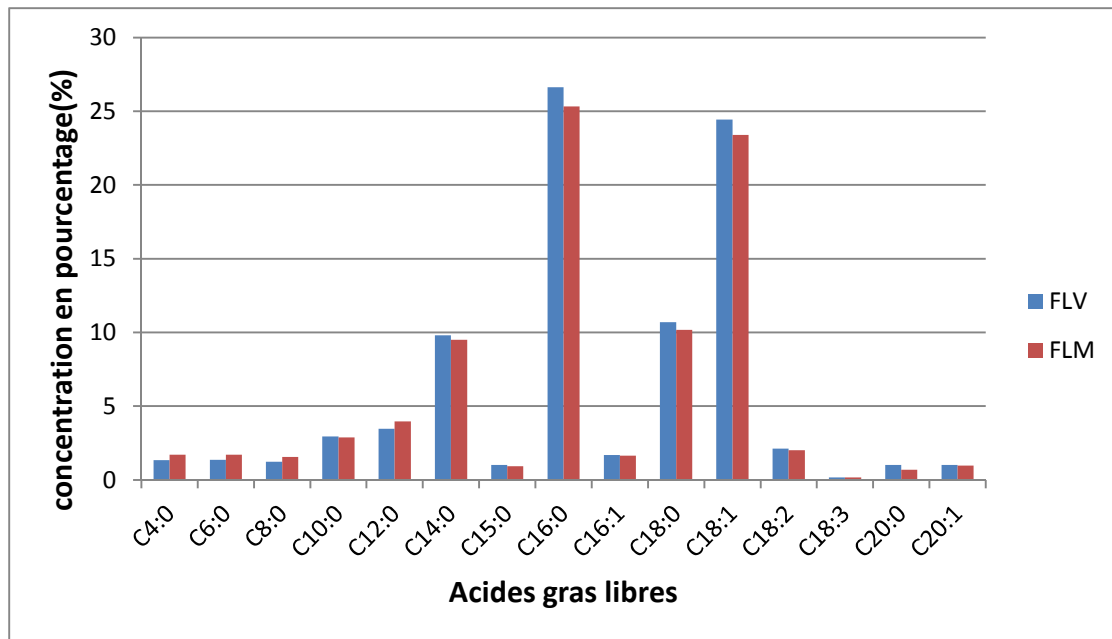


Figure 13 : histogramme de variation de la concentration des acides gras libres du camembert fabriqué à base de lait de vache 100% et du camembert fabriqué à base de lait mixte (50% lait de vache, 50% lait reconstitué).

L'analyse des acides gras libres (AGL) du camembert au lait de vache à 100 % et du camembert au lait mixte réalisé par chromatographie en phase gazeuse (CPG) met en évidence 16 pics caractéristiques identifiés comme étant les esters méthyliques d'AGL : C4:0, C6:0, C8:0, C10:0, C12:0, C14:0, C14:1 C15:0, C16:0, C16:1, C18:0, C18:1, C18:2, C18:3, C20:0, C20:1.

Les chromatogrammes des figures 11 et 12, se caractérisent par la présence des AGL à courtes chaînes (inférieure à 10 atomes de carbone) mais en faible quantité (voir le tableau XX) (C4:0=1,32% ; 1,71%, C6:0=1,36 % ; 1,70%, C8:0=1,22% ; 1,55%), On pourrait imputer ces résultats aux conditions d'analyse dans lesquelles sont traités les échantillons. En effet, la solution injectée ne serait pas assez concentrés en ces acides gras. De plus, selon KARLESKING (1992), les AGL à chaîne courte pourraient se perdre lors de l'estérification et lors du déphasage par l'hexane au moment de la récupération des esters méthyliques d'AGL totaux (WOLF et al 1987).

Les proportions moyennes en AG des échantillons du camembert à base du lait de vache et du camembert à base du lait mixte sont indiquées dans le (tableau XX).

Tableau XX: concentration des acides gras libres en (%) de FLV et de FLM,

Acide gras	Concentration dans le (FLV) en %	Concentration dans le (FLM) en %
C4 :0	1,32	1,71
C6 :0	1,36	1,70
C8 :0	1,22	1,55
C10 :0	2,95	2,87
C12 :0	3,47	3,97
C14 :0	9,81	9,5
C15 :0	1,01	0,92
C16 :0	26,63	25,33
C18 :0	10,68	10,17
C 20:0	1,01	0,97
AGS	59,46	58,69
C16 :1	1,67	1,63
C18 :1	24,42	23,40
AGMI	26,09	25,03
C18 :2	2,11	2,01
C18 :3	0,15	0,16
AGPI	2,26	2,27

Aussi nous avons remarqué que les concentration des acides gras courts est presque la même dans les deux types de lait ainsi dans les deux types de fromages, DUMONT et ADDA (1972) ont montrés que les acides gras à courtes chaînes (jusqu'à C6), sont pratiquement absents dans la phase grasse alors qu'ils sont présents en quantités importantes et en proportions similaires dans les extraits obtenus à partir du fromage et du culot de centrifugation, selon VANBELLE *et al* (1978), la graisse butyrique ne subit pas de variations significatives au cours de la fabrication des fromages,

D'après ces résultats, les acides gras saturés à longue chaîne sont dominants dans les deux types de fromage testés, Il s'agit de C16:0, C18:1, dont les proportions sont respectivement 26,63%, 24,42% des AGL totaux du camembert au lait de vache à 100%, et

représente respectivement 25,33%, et 23,40% des AGL totaux du camembert au lait mixte. Ceci est en accord avec les résultats de plusieurs travaux, notamment ceux de WOO et LINDSAY (1982) et FREITAS et MALCATA (1998), qui concluent que C16 et C18 sont les AGL les plus dominants dans la majorité des fromages à pâte molle type camembert étudiés. Et selon CHOW (2008), la majorité des acides gras du fromage sont saturés (C14:0, C16:0, C18:0) et le majeur monoinsaturé est l'acide oléique (C18:1), la quantité des acides gras polyinsaturé (C18:2, C18:3) est relativement faible.

D'après HAUG *et al*, (2007) la concentration en acides gras polyinsaturés (AGPI) dans le lait est environ 2g/l, et les AGPI principaux du lait sont l'acide linoléique (18:2 oméga-6) et l'acide alpha linoléique (18:3 oméga-3). Ces deux acides gras peuvent être convertis en acides gras avec 20 atomes de carbone soit l'acide arachidonique (20:4) et l'acide eicosapentanoïque (EPA) (20:5 oméga-3), et encore converti aux eicosanoïdes

Dans le fromage, cette concentration est variable et dépend de la concentration initiale dans le lait et du procédé de fabrication

Les concentrations de l'acide linoléique obtenu dans le camembert à base de lait de vache et de camembert à base de lait mixte sont respectivement (2,11% ; 2,01%)

Aussi, il convient de noter que le degré de la lipolyse du fromage à base de lait de vache à 100% est légèrement supérieur comparé à celui du fromage à base du lai mixte. Ceci pourrait être attribué aux différents facteurs notamment :

- La flore lipolytique produisant des enzymes lipolytiques telles que celles des bactéries lactiques mésophiles et thermophiles, homo ou hétérofermentaires, ou des bactéries lactiques propioniques. en effet les bactéries lactiques thermophile, *streptococcus thermophilus* exhibe in vitro une activité lipolytique notable alors que les lactobacilles n'ont qu'une faible activité. Quant aux bactéries propiniques elles sont bien connues pour leur activité lipolytiques élevée, 10 à 100 fois supérieure à celle des bactéries lactiques (COLLOMB *et al* 2003). Cette flore est plus importante dans le lait de vache que dans le lait mixte qui est composé de 50% de lait du vache et 50 % du lait reconstitué, ce dernier a été préparé à base de la poudre de lait qui a subi des traitements thermiques sévère donc la flore (lipolytique) a été réduite.
- L'inactivation des enzymes lipolytique du lait en poudre par les traitements thermiques subis, selon COLLOMB *et al* (2003), la lipoprotéine lipase originelle du

lait est cependant thermiquement inactivée à la température de fabrication des fromages à pâte cuite

- L'insuffisance de la durée d'affinage pour le fromage à base de lait mixte.
- Le camembert à base de lait mixte nécessite des conditions de fabrication et d'affinages particulières et différentes de celles du camembert à base du lait de vache car d'après HAMAMA *et al* (1995) il est nécessaire de réhydrater le lait reconstitué à froid pendant une nuit, le maintien du laitensemencé entre 30 et 35 °C pour favoriser l'action des ferments mésophiles utilisés, l'emprésurage du lait à pH 5,0 - 5,5 et le moulage du caillé à pH 4,3 - 5,0. En plus le lait mixte caillé un peu plus tardivement que le lait cru donc on doit augmenter le temps de l'emprésurage, ou ajoutant à la solution une petite quantité de chlorure de calcium pour avoir un caillé plus ferme.



Conclusion

L'industrie laitière est sujette à des fluctuations et à des contraintes relatives à la variabilité de la matière première, aux ingrédients utilisés lors de la transformation ainsi qu'aux traitements technologiques.

Partant de là, notre travail est axé sur l'évaluation de la composante aromatique, de 2 fromages à pâte molle type camembert, l'un à base de lait cru et l'autre à base de lait mixte, par chromatographie phase gazeuse.

Au terme des différentes analyses réalisées au niveau du laboratoire de la laiterie-fromagerie « LE FERMIER » et du laboratoire commun de la faculté sur les produits testés, nous avons pu aboutir à un certain nombre de points qui répondent à l'objectif fixé au préalable.

- Les deux laits analysés contiennent presque la même teneur en AGPI (4,52%) pour le LV et (4,55%) pour le LM.
- Par contre nous avons enregistré un taux en AGS différent entre les 2 laits ; 51,52% (LV) et 55,46% dans le LM.

Ce qui peut être expliqué par la richesse du lait mixte en MG par rapport au lait cru (4,47% et 3,37%) respectivement

Pour les AGMI la teneur est presque identique dans les 2 laits ; 24,81% (LV) contre 23,4% (LM).

Pour les fromages (FLV) et (FLM), nous avons enregistré des concentrations en AGS de l'ordre de 59,46 et 58,69% respectivement et des teneurs en AGMI de 26,09% et 25,03% respectivement.

Le lait mixte est constitué à partir d'un mélange de laits ; lait reconstitué et du lait cru

Le lait reconstitué est à base de la poudre « Medium heat » qui a subi 2 traitements thermiques ; traitement de la lyophilisation lors de la transformation du lait en poudre et un traitement de pasteurisation lors de la production du camembert.

D'après les résultats obtenus nous avons déduit l'impact des traitements thermiques sur la qualité des produits obtenus malgré la richesse en MG du lait de mélange (4,47%).

Une évaluation plus poussée de la qualité nutritionnelle et organoleptique de ces produits nécessite le recours à des investigations complémentaires relatives notamment :

- L'étude de la composante aromatique en utilisant d'autres méthodes telles que (CPG-SM) pour détecter d'autres composés aromatiques telles que les alcools, les aldéhydes et les cétones issus de la lipolyse et de la protéolyse qui sont responsable de l'arôme typique du camembert.
- Prolongation du temps d'affinage afin d'obtenir une pâte amollissante voulu répondant aux normes d'un camembert typique.
- Incorporation des bactéries lipolytiques au lait mixte pour accélérer la lipolyse au cours de l'affinage.



**Références
bibliographiques**

- ADRIAN J, POTUS J, FRANG R. (2004).** La science alimentaire de A à Z. 2^{ème} édition. Tec et Doc. Lavoisier, paris
- ALAIS.C (1984).** Science du lait, principes des techniques laitières, 3^{ème} édition, Tec et Doc. Lavoisier, paris.
- ALAIS.C ; LINDEN.G. (1993).** Biochimie alimentaire. Masson. 2^{ème} édition, paris.
- ALAIS.C ; LINDEN.G. (1997).** Abrège de biochimie alimentaire. 4^{ème} édition. SEPAIC, paris, 248p
- ALAIS.C, LINDEN.G, MICLO.L. (2003).** Biochimie alimentaire. Masson 2^{ème} édition, paris
- ALAIS. C ; ADRIAN. J ; POTUS. J, FRANG. R. (2004).** La science alimentaire de A à Z. 2^{ème} édition. Tec et Doc. Lavoisier, paris.
- ALAIS.C, LINDEN.G, MICLO.L. (2008).** Biochimie alimentaire. 6^{ème} édition, Dunod, paris.
- AMELLAL R. (2000).** La filière lait en Algérie : entre l'objectif de la sécurité alimentaire et la réalité de la dépendance. Les agricultures maghrébines à l'aube de l'an 2000, Montpellier.
- AMIOT J, FOURNER S, LEBEUF Y, PAQUIN P, SIMPSON R et TURGEON H. (2002).** Composition, propriétés physico-chimique, valeur nutritive, qualité technologique et techniques d'analyse du lait *in* « science et technologie du lait » : transformation du lait. Presses Internationales Polytechnique, Montréal.
- BERTRAND F. (1988).** Le fromage : grand œuvre des microbes. Revue générale de froid, 78 : 519-527.
- BLOOMBERG L. (2001).** Silicone stationary phase for gas chromatography. LC-GC Europe, Karlstad.
- BAIULESCU et ILIE. (1997).** Stationary phases in Gas chromatography, M. Dekker, New York.
- BOSZE Z. (2008).** Bioactive components of milk, Springer science, New York.
- BOUDIER J.P. et LUQUET F.M. (1991).** Dictionnaire laitier 2^{ème} édition, Tec et doc, Lavoisier, paris.
- BOURRE J-M. (2010).** Le lait : vrais et faux dangers. ODI LE JACOB, paris.
- BRANGER A, RICHER M.M, S ROUSTEL. (2009).** Alimentation : processus technologique et contrôle : application, pratique et dirigés, 1^{ere} édition. Educari, Dijon.
- BRULE, G LENOIR J, REMEUF. (1997).** La micelle de caséine et la coagulation du lait *in* « le fromage », 3^{ème} édition Tec et Doc, paris , pp7-41

CAMPBELL J R et MARSHALL R T. (2016). Dairy production and processing: the science of milk and milk products. Waveland press. INC, USA

CANTERI G. (2006). Les agents de transformation du lait ; In : « le fromage » **ECK A. et GILLIS J.C. (2006)**, Edition technique et documentation, 3^{ème} édition, Tec et Doc, Lavoisier, Paris.

CASTRO-MORTEL M, HARPER WJ. (2003). Effects of retentatehe attreatment and spray dryerinlet temperature on the properties of milk protein concentrates, (MPC's). Milchwissen.

CAZET M. (2007). Bilan du taux de contamination et étude préparatoire au dosage de résidus de produits phytosanitaire dans le lait de grand mélange. Thèse de doctorat. Université Claude- Bernard Lyon 1, France

CHEFTEL H et CHAFTEL J-C. (1992). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments Tec et Doc. Lavoisier, paris.

CHEMINEAU P., MALPAUX B., BRILLRD J.P. et FOSTIER A. (2010). Traitement photopériodique et reproduction chez les animaux d'élevage. *Bull. Acad. Vét.*, France.

CHOUINARD Y. (1998). Amélioration de la matière grasse laitière par l'alimentation, CPAQ, Québec

CHOISY C, DESMAZEAUD M, GUEGUEN M, LENOIR J, SCHMIDT J-L, TOURNEUR C. (1997). La biochimie de l'affinage. In « le fromage ». ECK A et GILLIS J-C, Lavoisier tec et doc, paris

CHOW C K. (2008). Fatty acids in food and their health implications. 3eme edition.CRC press, New York

CROGUENNEC T, JEANTET R et BRULER G. (2008). Fondements physico-chimique de la technologie laitière. Tec et Doc. Lavoisier, paris.

COLLOMB M, MALKE P, SPAHNI M, SIEBER R, BUTIKOFER U. (2003). Dosage des acides gras libres dans le fromage par chromatographie gaz-liquide: précision de la méthode et différences saisonnières de la lipolyse dans divers fromages suisses. Station fédérale de recherche laitière, berne, suisse vol 74 :212-229.

DAHL G.E. et PETITCLERC D. (2003). Management of photoperiod in the dairy herd for improved production and health. *J. Anim Sci.*, **81**(3), 11-17.

DEBRY G. (2006). Lait : nutrition et santé .Tec et Doc. Lavoisier, paris.

DEMEYER D., DOREAU M. (1999). Pourquoi et comment modifier les lipides du lait et de la viande bovine, Cah. Nutr. Diét., 34, 301-308.

DEFLEURS M. (1990). Les auxiliaires technologiques ; In : « le fromage» **ECK A. et GILLIS J.C. (1990)**, Edition technique et documentation, 2^{ème} Edition, Lavoisier, Paris

DUMONT JP et ADDA J.(1972). Isolement des constituants de l'arome des fromages : comparaison de méthodes. Le lait 515-516.

DUPIN H, CUQ J.L, MALEWIAK M.I, LEYNAUD-ROUAUD C, BERTHIER A.M. (1992). Alimentation et nutrition humaines. ESF, paris.

ECK A, GILLIS JC, HERMIER J, LENOIR J, WEBER F. (1997). Le fromage, 3^{ème} édition, Lavoisier; tec et doc, paris.

EDIMA H.C. (2007). *Carnobacterium maltaromaticum* : caractéristiques physiologiques et potentialités en technologie fromagère. Thèse de doctorat ; Institut national polytechnique de Lorraine ; Nancy-université; France.

ERDAGUE JL, JEUNET R, GRAPPIN R. (1987). Affinage et qualité du Gruyère de Comté. III- fermentation lactique et teneur en acides gras volatils des fromages de comté. Le lait 67(2), 249-263

EUDE A. (2005). Dosage des omégas 3 et 6 dans les suppléments alimentaires et les poisons gras, INSA, Rouen.

FOX P.F MC SWEENEY P.L.H. (2004). Cheese chemistry, physics and microbiology. FOX (ed), London vol 1: p 389-438

FREITAS A. C, et MALCAT F. X. (1998). Lipolysis in Picante cheese: influence of milk type and ripening time on free fatty acid. Le Lait, 78, 251 }258.

FROC J. (2006). Balade au pays des fromages : les traditions fromagères en France. QUAE, Versailles

GASTALDI-BOUABID E. (1994). Etude de l'évolution des micelles de caséines au cours de l'acidification : mise en évidence d'un état de transition entre pH 5,5 et pH 5,0. Thèse, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Montpellier, France

GAUZERE Y. (2016). L'affinage : généralité. Institut de l'élevage, paris.

GOURSAUD J. (1999). Réacteurs traditionnels à enzyme libre, cas de l'industrie laitière ; In : Biotechnologie. Cood. Scriban.

GROUX M et MOINAS M. (1974). La flaveur des fromages. II- étude comparative de la fraction volatile neutre de divers fromages. Le lait 531-532

GUESNET P, ALESSANDRI J M, IFFERI F, LAVIALLE M. (2005). Les rôles physiologiques majeurs exercés par les acides gras polyinsaturés (AGPI). OCL vol : 12 n° 5-6.

HAMAMA A, ZAHAR M, ELMARAKCHI A, AOULALA F, BENT MOHAMED M. (1995). Préparation du fromage frais à partir du lait recombinaison, Actes inst. Agron, vol 15(4) : 21-26

- HARDY J. (2006).** L'activité de l'eau et le salage des fromages ; In : « le fromage » **ECK A. et GILLIS J.C. (2006).** Edition tec et doc, 3^{ème} Edition, Lavoisier, Paris.
- HAUG A, HOSTMARK A.T, HARSTAD O.M. (2007).** Lipids in health and disease. Biomed central, 6: 25.
- HUI Y H. (2006).** Handbook of food science, technology and engineering. CRC press, LCC.
- JEANTET R CROGUENNEC T, MAHAUT M, SCHUCK P et BRULE G. (2008).** Les produits laitiers. 2^{ème} édition. Tec et Doc. Lavoisier, paris.
- JEANTET R, CROGUENNEC T, SCHUCK P et BRULE G. (2007).** Science des aliments : technologie des produits alimentaire. Tec et Doc. Lavoisier, paris
- JOUZIER F., COHEN M. (1995).** Manuel de référence pour la qualité du lait. Pp : 206
- KALOUSTIAN J et HADJ-MINAGGLOU F. (2012).** La connaissance des huiles essentielles : qualité technologique et aromathérapie : entre science et tradition pour une application médicale raisonnée. Springer-verlag, paris
- KARLESKIND A. (1992).** Manuel des Corps Gras. Tome 1 et Tome 2. Tech & Doc, Paris.
- LARPENT J.P. (1991).** Les ferments microbiologiques dans les industries alimentaires. Edition CDIUPA (Massy). pp: 157-163.
- LAWLESS LAURA K. (2010).** Classification des fromages français. In: « About.com Guide».
- LECLERQ-PERLAT M.N, BUONO F, LAMBERT D, SPINLER H.E, CORRIEU G. (2004)** . controlled production of camembert-type cheeses: part I microbiological and physicochemical evolutions. Journal of dairy research 71 (3): 346-354.
- LEYMARIOS F. (2010).** Qualité nutritionnelle du lait de vache et de ces acides gras : voie d'amélioration par l'alimentation. Thèse de doctorat. Faculté de médecine de Créteil, France.
- LUBIN D. (1995).** Le lait et les produits laitiers dans la nutrition humaine. FAO, Rome.
- LUQUET FM. (1990).** Lait et produits laitiers, vache, brebis, chèvre. Edition tec et doc, Lavoisier, Paris.
- MAHAUT M, JEANTET R et BRULE G. (2000).** Initiation à la technologie fromagère. Tec et Doc. Lavoisier, paris.
- MATHIEU, J. (1997).** Initiation à la physicochimie du lait. Tec et Doc. Lavoisier, paris

MCNAIR H et MILLER J. (2009). Basic gas chromatography. 2^{ème} édition. Wiley, New York.

MIETTON B. (1986). La préparation des laits de fromagerie en technologie des pâtes molles, industrie Alimentaire Agricole.

MIETTON B. (1994). Transformation du lait en fromage ; In : Bactéries lactiques II, Edition des industries agricoles et alimentaires, Institut nationale agronomique, Alger.

MOUILLET L, LUQUET .F.M, NICOD H, BOUDIER J.F, MAHIEU H. (1981). La lipolyse des laits. Etude d'une méthode rapide de mesure. Le lait 61: 171-186

MCSWEENEY P.L.H. (2004). Biochemistry of cheese ripening. Int J Dairy Technol 57: 127-148

OUIS N. (2015). Etude chimique et biologique des huiles essentielles de coriandres, de fenouil, et de persil. Thèse de doctorat. Université d'Oran, Algérie.

PANSAR P, MARWAKA S, et CHOPRA K. (2010). Enzymes in food processing: fundamentals and potential applications. I.K international, New Delhi

PETER R., CHAPIN L.T., EMERY R.S., TUCKER H.A. (1981). Milk yield, feed intake. Prolactin, growth hormone and glucocorticoid reponse of cows to supplimentallight. J. dairy Sci., 64, 1671-1678.

POINTURIER H. (2003). La gestion matière dans l'industrie laitière. Tec et Doc. Lavoisier, paris.

POOLE C. (2012). Gas chromatography. Elseiver, usa.

RAMET J.P. (1985). La fromagerie et les variétés de fromages du bassin méditerranéen. Collection FAO Alimentation et nutrition n°48.

RAMET J.P. (2006). Les agents de transformation du lait ; In : « le fromage » **ECK A. et GILLIS J.C., (2006).** Edition techniques et documentations, 3^{ème} Edition, Lavoisier, Paris.

ROUDANT H et LERFRANQ E. (2005). Alimentation théorique. Science des aliments, paris.

ROUILLE B et MONTOURCY M (2010). Influence de quelques systèmes d'alimentation sur la composition en acides gras du lait de vache en France. Compte rendu n° 00103100, institut d'élevage- CNIEL, pp. 163-176

SIMAL S. (2001). Biochimie alimentaire .Masson, 2^{ème} Edition, Paris.

SKOOG A, JAMES F, NIEMAN A. (2003). Principes d'analyses instrumentales. 5^{ème} édition. De boek, paris.

SKOOG, WEST, HOLLER, CROUCH. (2015). Chimie analytique. 3^{ème} édition. De boeck, paris.

SOULIGNAC L (1995). Propriétés des levures fromagères. Influence des sources de carbone utilisées sur leurs aptitudes à désacidifier les caillés et à former des composés d'arome. Thèse de doctorat. Institut national agronomique de paris-Grignon, paris.

STUART B. (2003). Practical laboratory skills training guides: gas chromatography. LGC, Teddington

STANISIEWSKI E.P., MELLENBERGER R.W., ANDERSON C.R., TUCKER H.A. (1985). Effect of photoperiod on milk yield and milk fat in commercial dairy herds. J. Dairy Sci., 68, 1134 –1140.

TOUBAL L et HADJOUT H. (2014). Contamination des aliments par les pesticides. Thèse de doctorat. Université mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, Algérie.

VANBELLE M, VERVACK W, FOULON M. (1978). Composition en acides gras supérieures de quelques types de fromages consommés en Belgique. Le lait 575-576

VIERLING, E. (2008). Aliments et boissons : filières et produits. 3^{ème} édition. Doin éditeurs, paris.

VIGNOLA C.L. (2002). Science technologie du lait : transformation du lait. Presses Internationales Polytechnique, Montréal

VOISIN A. (2010). Influence de type d'alimentation sur la texture et la saveur du fromage. Thèse de doctorat. Université Paul-Sabatier, Toulouse..

WERNER J, RAPHAEL B, ALAIN B. (2010). Principes de chimie des constituants et de technologie des procédés. Presses polytechnique et universitaires romandes, Lausanne.

WOLF J, DE WIT CT, JANSSEN B H, LAWTHWELL D J. (1987). Modeling long-term crop response to fertilizer phosphorus. I. the model. Agron. J.79:445-451.

WOO, A. H. et LINDSAY, R. C. (1984). Concentrations of major free fatty acids and flavor development in Italian cheese varieties. Journal of Dairy Science 67 960-968

Sites internet consultés :

ANONYME 1 : www.universalis.fr/encyclopie/caseine/ consulté le 15 avril 2017

ANONYME 4 : www.pharmaetudes.com/ressources/cours/internaut/section_1/5-chromatographie-en-phase-gazeuse consulté le 27-05-2017



Annexes

Annexe 1 : Protocole d'extraction de la matière grasse du lait : méthode de Gottlieb (1960).

Réactifs :

Ammoniaque à 20%

Ether di-éthylique

Ether de pétrole

Ethanol

Méthode :

- Dans une ampoule à décanter introduire 20 ml du lait
- ajouter 2 ml de l'ammoniaque à 20%, mélanger vigoureusement pdt 30s.
- puis ajouter 10 ml d'éthanol, mélanger vigoureusement pdt 30s.
- ajouter 25 ml d'éther di-éthylique, mélanger vigoureusement pdt 30s.
- ajouter 25 ml d'éther de pétrole (30-60°C), mélanger 30 s sans excès.

Manipuler très vite pour éviter l'évaporation de l'éther, laisser décanter (30 min) dans l'ampoule à décanter.

- récupérer la phase organique (supérieure) dans un ballon, on laisse écouler la phase aqueuse dans un autre bécher (à jouter).
- Faire évaporer la phase organique du ballon dans évaporateur rotatif (40-50 °C) pdt 2à3 min jusqu'à ce qu'il reste une petite goutte de matière grasse.

NB : il faut que le ballon soit très propre et bien séché.

- récupérer ensuite la MG avec 10 ml d'hexane et conserver dans des petits tubes propres.
- congeler à -20°C jusqu'à la méthylation.

Annexe 2 : Protocole d'extraction de la matière grasse du fromage : méthode de Gerber.

- placer le bécher troué (se trouve collé dans le bouchon du butyromètre) sur une balance puis tarer la balance.
- peser une prise d'essai de 3g.
- placer le bécher dans le butyromètre spécifique pour le fromage.
- verser à l'aide d'une pipette 15 ml d'acide sulfurique (densité de 1.52) jusqu'à l'immersion totale de la prise d'essai.
- fermer l'ouverture de remplissage.
- mettre le butyromètre échelle vers le haut au bain-marie à 70-80°C et agiter à plusieurs reprises jusqu'à la dissolution complète du fromage.
- retirer du bain-marie et ajouter par l'ouverture de l'échelle 1 ml d'alcool iso amylique puis compléter par l'acide sulfurique jusqu'à la marque des 15% de l'échelle.
- agiter et replacer au bain-marie à 65°C pendant 5 min
- centrifuger pendant 5 min.
- replacer au bain-marie 65°C pendant 5 min.
- Récupérer la phase supérieure à l'aide d'une seringue et la mettre dans des tubes a vis, et la conserver au congélateur à -20°C jusqu'à la méthylation.



Annexe 3: Protocole de methylation des AG : méthode AFnore NFT 60-233.

Réactifs :

NaOH 2N methanolique.

HCl methanolique.

Méthode :

-1 ml d'hexane contient 50 à 500 mg de MG pure les mettre dans un tube a vis.

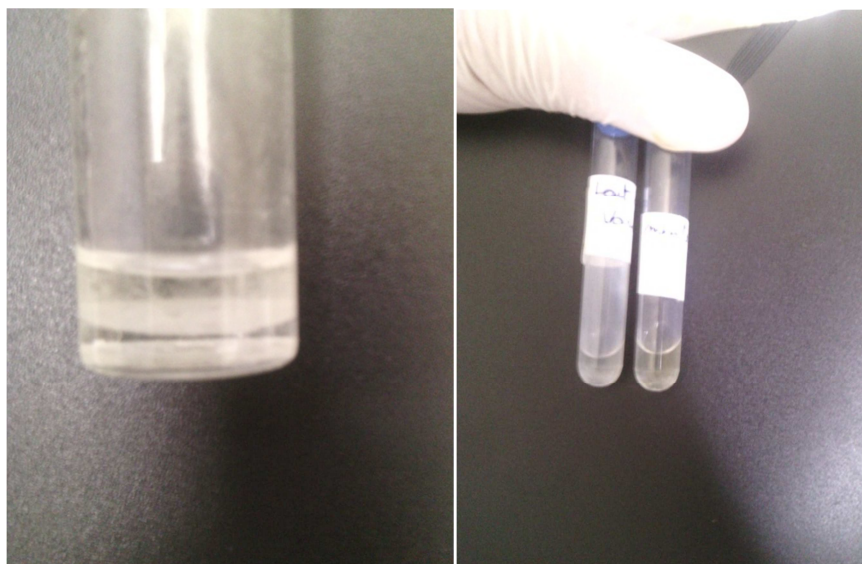
-ajouter 200 µl de NaOH 2N methanolique bien boucher agiter 10 seconde.

-porter au bain marie à 50 °C/ 20S agiter et laisser refroidir.

- ajouter 200 µl de HCl methanolique.

- agiter, laisser décanter, recueillir la couche supérieure (phase exanoique) qui contient les ester methylé. (Récupérer cette phase a l'aide d'une pipette pasteur).

La récupérer dans un autre tube à vis, porter au congélateur en attendant l'analyse chromatographique.



Annexe 4 : conditions opératoire pour les esters méthyliques du lait

Chromatographe	Chrompack CP 9002
Détecteur	FID (250 °C)
Injecteur	SPLIT 1/100 250°C
Gaz vecteur	Azote
Colonne capillaire	DB23 (50% Cyanopronyl)
Longueur	30 m
Diamètre intérieur	0.32 mm *0.25 µM
Epaisseur	0.2µM
températures	
injecteur	250°C
Détecteur	250°C
Four	70 °C (2mn) -----4 °C/mn 240°C (10mn)
Quantité injectée	1µl
Vitesse du papier	0.5 cm/mn



Résumé

Dans le but d'apprécier la qualité des produits dérivés élaborés à base de lait mixte utilisé dans notre pays comme palliatif au déficit de la production en lait cru, nous nous sommes intéressés au suivi de la composante aromatique de deux types de Camembert fabriqués à la laiterie fromagerie « FERMIER », l'un à base de lait de vache et l'autre à base de lait mixte (50% lait de vache et 50 % lait reconstitué).

Notre étude s'est focalisée sur la matière grasse du LV et du LM, ainsi sur la matière grasse de FLV et FLM et particulièrement sur le dosage par chromatographie en phase gazeuse des composés volatils (acides gras libres) issus de la lipolyse durant la phase d'affinage de ces produits.

Les résultats obtenus ont montré que le LV contient les mêmes acides gras (AGS : 51,52%, AGMI : 24,81%, AGPI : 4,52%) que le LM, mais avec des proportions différentes (AGS : 55,46%, AGMI : 23,4%, AGPI : 4,55%), Les concentrations des AG dans le FLV (AGS : 59,46%, AGMI : 26,09%, AGPI : 2,26%) sont élevées par rapport à celle de FLM (AGS : 58,69%, AGMI : 25,03%, AGPI : 2,27%).

D'après ces résultats, nous constatons une légère différence dans la composition en ces acides gras dans les deux fromages.

Le degré de la lipolyse est plus élevé dans le FLV que dans le FLM, ceci peut être incriminé à la flore lipolytique réduite dans le FLM suite aux différents traitements thermiques subits par le LM

Mots clés : lait de vache, lait mixte, Camembert, matière grasse, lipolyse, acide gras, arôme.

Abstract

In order to evaluate the quality of the derived products based on mixed milk used in our country as a solution to the shortfall in the production of raw milk, we were interested in monitoring the aromatic component of two types of Camembert made at Dairy "FERMIER" dairy, one based on cow's milk and the other based on mixed milk (50% cow's milk and 50% reconstituted milk).

Our study focused on the fatty matter of LV and LM, as well as the fat content of FLV and FLM and particularly on the determination by gas chromatography the volatils compounds (free fatty acids) resulting from lipolysis during the refinement of these products.

The results obtained showed that LV contain the same fatty acids (AGS: 51,52%, AGMI: 24,81%, AGPI: 4,52%) than the LM, but with different proportions (AGS: 55,46%, AGMI: 23,4%, AGPI: 4,55%). The concentrations of AG in the FLV (AGS: 59,46%, AGMI: 26,09%, AGPI: 2,26%) are elevated to that of FLM (AGS: 58,69%, AGMI: 25,03%, AGPI: 2,27%), so the degree of lipolysis is slightly higher in FLV than in FLM because the lipolytic flora is elevated in the LV than in the LM, knowing that the mixed milk has undergone heat treatments, therefore the initial flora of this milk is decreased.

Key words: cow milk, mixed milk, Camembert, fat, lipolysis, fatty acid, aroma.